

70-319

纯金属与合金中杂质元素氧化物
粉末法的光谱定量分析操作手册

贈閱
請交換

上海钢铁研究所

一九七二年七月

一 纯金属部分

二 合金部分

Tg 115.4-52

(GT 21/2)

9

12

目 录

~~~~~\*~~~~~

GT 21/21

## 一 纯金属部分

|                                       |    |
|---------------------------------------|----|
| 纯镍中杂质元素的光谱定量分析 .....                  | 1  |
| 纯铁中杂质元素的光谱定量分析 .....                  | 5  |
| 纯铁中铅、镉、锡、铋、砷、铜的光谱定量分析 .....           | 11 |
| 金属钴中杂质元素的光谱定量分析 .....                 | 14 |
| 金属铜中杂质元素的光谱定量分析 .....                 | 18 |
| 金属铬中杂质元素的光谱定量分析 .....                 | 22 |
| 金属锰中杂质元素的光谱定量分析 .....                 | 25 |
| 钛及二氧化钛中杂质元素的光谱定量分析 .....              | 29 |
| 金属钼、氧化钼中杂质元素的光谱定量分析 .....             | 33 |
| 金属钨、氧化钨中杂质元素的光谱定量分析 .....             | 35 |
| 金属锆、氧化锆中杂质元素的光谱定量分析 .....             | 38 |
| 金属铌、氧化铌中杂质元素的光谱定量分析 .....             | 42 |
| 金属钽、氧化钽中杂质元素的光谱定量分析 .....             | 46 |
| 钒铁中铅、镉、锡、铋、砷、铜、锰、硅、铝的光谱<br>定量分析 ..... | 50 |

## 二 合金部分

|                                                     |    |
|-----------------------------------------------------|----|
| 钛合金中铁、硅、钙的光谱定量分析 .....                              | 54 |
| 镍基合金中硼的光谱定量分析 .....                                 | 57 |
| 镍铬合金中 Pb, Sn, Sb, Bi, As 的光谱定量分析 .....              | 59 |
| 镍钼铁合金中 Pb, Sn, Sb, Bi, As, Cu, Ca 的光谱定量<br>分析 ..... | 62 |

钢铁研究  
图书之章

204317

|                                 |    |
|---------------------------------|----|
| 镍钴铬钼铝合金中铅的光谱定量分析 .....          | 65 |
| 镍铁铬合金中Pb.Sb.Sn.Bi.As的光谱定量分析 ... | 67 |
| 铁镍钴合金中Pb.Sb.Sn.Bi.As的光谱定量分析 ... | 69 |
| 锰镍铬合金中镁、铝、铁、硅的光谱定量分析 .....      | 71 |
| 锰镍铬铁钴合金中铝、钛、硅的光谱定量分析 .....      | 73 |

附：

|                     |    |
|---------------------|----|
| 杂质元素标准溶液的配制 .....   | 76 |
| 常用金属和氧化物换算因数表 ..... | 80 |
| 显影液和定影液的配制 .....    | 81 |

## 土壤中杂质元素的光谱定量分析

### 一 分析样品的处理：

称取样品 2 克，置于磁蒸发皿中，加 1 : 1  $\text{HNO}_3$  20ml，加热溶介，蒸干溶液后将磁蒸发皿在 700℃ 马弗炉中灼烧 20 分钟，取出冷却并研碎均匀。将处理后的氧化物样品称 0.4 克压成  $\phi$  6mm 丸子放在有孔穴的石墨电极上进行摄谱。

### 二 工作条件：

1. 分析 Pb, Sb, Sn, Bi, As, Cu, Cd, Zn

ИСП-28 摄谱仪，三透镜光学系统，遮光板 5mm，狭缝 10 $\mu$ ，分析间隙 2.5~3mm。

光源：直流电弧光源（自制）电压 250V，电流 7A，阳极激发，无预烧，曝光 60 秒（曝光时间从样品燃弧开始）

电极：上电极  $\phi$  3.5×10mm 半圆头石墨电极。

下电极直径 6mm 孔深 0.5mm 平底石墨电极。

感光板：ILFORD N30 置于 2300~2650Å 与 2750~2950Å 处。

FUJI PLATE（日本板）置于 3000~3400Å 处

显影：A + B 显影液，20℃ ± 1℃，N30 显影 3 分钟，日本板显影 2 分钟。

2. 分析 Si, Co, Mn, Mg, Al, Fe。

ИСП-28 摄谱仪，三透镜光学系统，遮光板 5mm，狭缝 10 $\mu$ ，分析间隙 2.5~3mm。

光源：直流电弧光源（自制）电压 250V，电流 6A，阴极激发，预烧 30 秒，曝光 30 秒。

电极：上电极同上，下电极用阳极激发后的溶珠连同电极一起进行阴极激发。

感光板：FUJI PLATE（日本干板）置于 2370~2580Å 与 2700~3150Å 处。

显影：A + B 显影液，20℃ ± 1℃，显影时间 2 分钟。

### 三 测量与分析线：

MQ-2 测微光度计，测量狭缝  $200\mu$ ，8 标尺，干板测量，采用三标准试样法，以  $\lg \left( \frac{I_A + D}{I_0} - 1 \right) \sim \lg C$  与  $\lg B \sim \lg C$  绘制工作曲线

| 分析线           | 背景扣除方向 | 内标线          | 分析范围         |
|---------------|--------|--------------|--------------|
| As 2349.84 Å  | 短波方向   | —            | 0.0003~0.03% |
| Cu 2492.2 Å   | "      | "            | 0.001 ~0.1 % |
| Pb 2833.06 Å  | 长波方向   | "            | 0.0003~0.03% |
| Sn 2839.98 Å  | 长波方向   | "            | 0.0003~0.03% |
| Sb 2877.91 Å  | 短波方向   | "            | "            |
| ΔSb 2598.05 Å | "      | "            | 0.003 ~0.03% |
| Bi 3067.71 Å  | 长波方向   | "            | 0.0003~0.03% |
| Cd 3261.0 Å   | 短波方向   | "            | "            |
| Zn 3345.6 Å   | 长波方向   | "            | 0.001 ~0.1 % |
| Co 2424.9 Å   | "      | Ni 2489.5 Å  | 0.001 ~0.1 % |
| Si 2516.11 Å  | 短波方向   | "            | "            |
| Fe 2488.14 Å  | 长波方向   | "            | "            |
| Mn 2794.81 Å  | 短波方向   | "            | 0.0003~0.03% |
| ΔMg 2782.97 Å | "      | Ni 2834.55 Å | 0.003 ~0.1 % |
| Mg 2796.53 Å  | 长波方向   | "            | 0.001 ~0.03% |
| Al 3092.71 Å  | "      | "            | 0.001 ~0.1 % |

註：Δ 液相含量时可采用之线对。

### 四 标准样品含量：

| 杂质元素                          | 1     | 2     | 3     | 4     | 5      |
|-------------------------------|-------|-------|-------|-------|--------|
| Pb, Sb, Sn, Bi, As<br>Cd, Mn. | 0.03% | 0.01  | 0.003 | 0.001 | 0.0003 |
| Al, Si, Co, Cu, Zn            | 0.001 | 0.003 | 0.01  | 0.03  | 0.1    |
| Mg, Fe                        | 0.1   | 0.03  | 0.01  | 0.003 | 0.001  |

4. 标准样品的配制：

1. 称准样品以 10 克纯镍计算。

称取各号纯镍底样加 1 : 1  $\text{HNO}_3$  100ml 加热溶介，蒸小体积分别加入各杂质元素的标准溶液，热至糖浆状，分别加 20ml  $\text{HNO}_3$ ，以逐次离子（反复 2 ~ 3 次）蒸干后，放入马弗炉内，于 700°C 灼烧 30 分钟，取下冷却，研细均匀备用。

2. 杂质标准溶液的加入量：

| 标 样 号                |                          | 1       | 2        | 3       | 4       | 5       |
|----------------------|--------------------------|---------|----------|---------|---------|---------|
| 杂质元素                 | 杂质浓度                     | 0.03%   | 0.01%    | 0.003%  | 0.001%  | 0.0003% |
|                      | Pb, Sb, Sn, Bi<br>1mg/ml | 3ml     | 1ml      |         |         |         |
|                      | As, Cd, Mn<br>0.1mg/ml   |         |          | 3ml     | 1ml     |         |
| Mg, Fe               | 0.01mg/ml                |         |          |         |         | 3ml     |
|                      |                          | 0.1     | 0.03     | 0.01    | 0.003   | 0.001   |
|                      | 5mg/ml                   | 2ml     |          |         |         |         |
|                      | 1mg/ml                   |         | 3ml      | 1ml     |         |         |
| Al, Si, Co<br>Cu, Zn | 0.1mg/ml                 |         |          |         | 3ml     | 1ml     |
|                      |                          | 0.001   | 0.003    | 0.01    | 0.03    | 0.1     |
|                      | 5mg/ml                   |         |          |         |         | 2ml     |
|                      | 1mg/ml                   |         |          | 1ml     | 3ml     |         |
| 杂质总重量                |                          |         | 0.1mg/ml |         |         |         |
| 基体总重量                |                          | 38.5mg  | 13.5mg   | 8.8mg   | 15.8mg  | 50.38mg |
|                      |                          | 9.9615g | 9.9865g  | 9.9912g | 9.9842g | 9.9496g |

## 纯铁中杂质元素的光谱定量分析

### 一、分析样品的处理：

称取样品2克置于磁蒸发皿中，加入1:1 HNO<sub>3</sub> 20ml，在电热板上低温溶介（若不溶介可加入1~3ml HCl 使试样溶介之，这样就需要加浓HNO<sub>3</sub> 驱逐氯离子每次5ml，需2~3次）蒸干溶液后将磁蒸发皿在500℃马弗炉中灼烧20分钟，取出冷却并研磨均匀。

如果要分析Nb时，需要加入2ml (2mg/ml) Zr 溶液作内标，并且赶Cl<sup>-</sup> 3次。（样品以2克计算）将上述处理后的氧化物样品称0.35克压成Φ6mm丸子放在有孔穴的石墨电极上进行摄谱。

### 二、工作条件：

#### 1. 分析 Pb, Sb, Sn, Si, As, Cu, Zn

МСП-28型摄谱仪，三透镜光学系统，遮光板5mm，狭缝10μ，分析间隙2.5~3mm。

光源：直流电弧光源（自制）电压250V，电流7A，阳极激发，无预烧，曝光60秒（曝光时间从试样燃弧开始）

电极：上电极Φ3.5×10mm 半圆头石墨电极。

下电极直径6mm孔深0.5mm 平底石墨电极。

感光板：ILFORD N30置于2280~2500Å，2780×2950Å与3200~3400Å处。

#### 2. 分析 Al, Cr, Mn, Si, Ti, V, Ni, Co

МСП-28型摄谱仪，三透镜光学系统，遮光板3.2mm。

狭缝10μ，分析间隙2.5~3mm。

光源：直流电弧光源（自制），电压250V，电流6A 阴极激发，无预烧，曝光30秒（曝光时间从样品燃弧开始）样品是用阳极激发后的熔珠来进行摄谱。

电极：同上

感光板：ILFORD N30置于2300~2500Å处

FUJI PLATE（日本干板）置于2500~2620与2750~3450Å处。

3. 分析 Nb, Ti, V, Cu, Co, Ni, Mn, Si, Al, Cr.

E-742 石英系统大型摄谱仪, 三透镜光学系统, 遮光板 7mm, 狭缝 9  $\mu$ , 分析间隙 2.5~3mm. 波段 2430~3450  $\text{\AA}$  处.

光源: PS-138 电容电弧, 电容 80  $\mu\text{f}$ , 电感 0.05mH, 电阻 (12 和 4 两挡), 电流 5 A 阴极激发, 无预烧, 曝光 30 秒 (曝光时间从试样燃弧开始) 分析样品是用阳极激发后的熔珠来进行摄谱.

电极: 同上

感光版: ILFORD N30 置于 2800~3450  $\text{\AA}$  (感光板紧靠长波放一块 12Cm)

显影: A + B 显影液 20  $^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ , 显影时间: N30 显影 3 分钟, 日本干板显影 2 分钟.

三 测量与分析线:

用 M-2 测微光度计, 测量狭缝 200  $\mu$ , 用 S 标尺, 干板测量以  $\lg \frac{I_{\lambda} + \Phi}{I_{\Phi}} - 1$   $\sim \lg C$  与  $\lg R \sim \lg C$  绘制工作曲线, 以三标准试样法进行分析.

## 分析线

## 扣除背景方向

## 内标线

## 分析范围

B-742

|            |               |            |             |
|------------|---------------|------------|-------------|
| Bi2881.58Å | 长波方向          | Fe2883.73Å | 0.003~0.3%  |
| Mn2933.06Å | 短波方向          | "          | "           |
| Cr3014.91Å | 长波方向跳过一个弱的Cr线 | Fe3014.17  | 0.01~0.1%   |
| Co3044.01Å | 长波方向          | "          | 0.01~0.3%   |
| Ni3050.82Å | "             | "          | 0.003~0.1%  |
| Al3082.15Å | 短波方向          | Fe3014.17Å | 0.01~0.1%   |
| Nb3130.8Å  | 3113.Å*附近     | Zr3129.8Å  | 0.01~0.25%  |
| V3185.4Å   | 长波方向          | Fe3014.17Å | 0.003~0.1%  |
| Cu3273.96Å | 长波方向跳一条       | "          | 0.003~0.03% |
| Ti3361.21Å | "             | Zr3129.8Å  | 0.003~0.1%  |

MCII-28

## 分析线

## 扣除背景方向

## 内标线

## 分析范围

|            |      |            |             |
|------------|------|------------|-------------|
| Sb2311.46Å | 短波方向 | Fe2310.96Å | 0.001~0.03% |
| As2349.84Å | 短波方向 | "          | 0.001~0.1%  |

|            |                         |             |
|------------|-------------------------|-------------|
| 802421.7Å  | 长波方向                    | 0.001~0.03% |
| Pd2802.0Å  | 短波方向                    | "           |
| B12897.97Å | Fe2901.9Å 长波方向          | 0.003~0.1%  |
| Cu2824.36Å | Fe2828.81与Fe2827.89Å 之间 | 0.003~0.3%  |
| Zn3345.57Å | Fe3355.402Å 长波方向        | 0.001~0.1%  |
| Co2424.93Å | 长波方向                    | Fe2413.30Å  |
| V2415.33Å  | "                       | "           |
| Mn2576.10Å | Fe2576.6与Fe2577Å 之间     | Fe2574.36Å  |
| Mn2801.06Å | 长波方向                    | Fe2883.73Å  |
| Si2881.67Å | 长波方向                    | Fe2883.73Å  |
| Al3082.16Å | Fe3083.74Å 长波方向         | "           |
| Al2373.13Å | 短波方向                    | Fe2413.30Å  |
| Cr3014.76Å | Fe3012.45Å 长波方向         | Fe2883.73Å  |
| Ni3050.82Å | 长波方向                    | "           |
| Ti3241.98Å | 短波方向                    | 0.003~0.3%  |
| Ti3371.45Å | Fe3374.2 长波方向           | 0.01~0.3%   |
|            |                         | Fe3153.20Å  |
|            |                         | 0.003~0.3%  |

44 标准样品的含量：

| 杂质元素                       | 1     | 2    | 3    | 4     | 5     |
|----------------------------|-------|------|------|-------|-------|
| PbSbSnSi <sub>3</sub> AsZn | 0.1   | 0.03 | 0.01 | 0.003 | 0.001 |
| SiAlCOaCrMn                | 0.003 | 0.01 | 0.03 | 0.1   | 0.3   |
| CoTiVNi                    | 0.3   | 0.1  | 0.03 | 0.01  | 0.003 |
| Nb                         | 0.25  | 0.1  | 0.05 | 0.025 | 0.01  |

註：如果不要分析阳极元素时，将粉末试样装在 $\Phi 4 \times 5$  mm 平底石墨电极内，试样装满用自制直流电弧光源阳极激发烧成熔珠（ $E=250V$ ， $I=6A$ ，燃弧30秒）然后将烧成的熔珠倒出放在 $\Phi 3.5 \times 0.5$  mm 平底石墨电极上作阴极元素分析。

纯液中杂质元素标准溶液的配制：

| 元 素         | 1         | 2                    | 3                    | 4       | 5       |
|-------------|-----------|----------------------|----------------------|---------|---------|
| 杂质浓度        | 0.1 %     | 0.03%                | 0.01%                | 0.003%  | 0.001%  |
| Pb, Sb, Sn, | 5 mg/ml   |                      |                      |         |         |
| Bi, As, Zn  | 1 mg/ml   | 3 ml                 | 1 ml                 |         |         |
|             | 0.1 mg/ml |                      |                      | 3 ml    | 1 ml    |
| Si, Al, Cu, | 0.003     | 0.01                 | 0.003                | 0.1     | 0.3     |
| Cr, Mn      | 5 mg/ml   |                      |                      | 2 ml    | 6 ml    |
|             | 1 mg/ml   | 1 ml                 | 3 ml                 |         |         |
|             | 0.1 mg/ml |                      |                      |         |         |
| Co, Ti, V,  | 0.3       | 0.1                  | 0.03                 | 0.01    | 0.003   |
| Bi,         | 6 ml      | 2 ml                 |                      |         |         |
|             | 5 mg/ml   |                      |                      |         |         |
|             | 1 mg/ml   |                      | 3 ml                 | 1 ml    |         |
|             | 0.1 mg/ml |                      |                      |         | 3 ml    |
| Nb          | 0.25      | 0.1                  | 0.05                 | 0.025   | 0.01    |
|             | 5 mg/ml   | 2 ml                 | 1 ml                 |         |         |
|             | 1 mg/ml   |                      |                      | 2.5 ml  | 1 ml    |
| 基 体 Fe      | 9.7394g   | 9.927 <sup>0</sup> g | 9.927 <sup>0</sup> g | 9.9417g | 9.8472g |

以上每只标准样品中，加入内标溶液浓度 2mg/ml, 1.0ml, 基体是以 1.0 克计算。

## 纯铁中铅、锡、铜、铋、锑、铜的光谱定量分析

### 一 分析样品的处理：

称取样品1克置于蒸发皿中，加入1:1 HNO<sub>3</sub> 20ml在电热板上低温溶介，蒸干溶液并移入马弗炉内600℃灼烧20分钟，取下冷却研磨待用。

将处理好的氧化物称0.15克压成直径6mm丸子。

### 二 工作条件：

МСП-2型摄谱仪，三透镜光学系统，遮光板3.2mm，狭缝10μ，极距约2mm。

光源：直流电弧光源（自制）电压250V，电流5A阳极激发，曝光30秒，（曝光时间从样品燃弧开始）

电极：上电极φ3.5×10mm半圆头石墨电极。

下电极φ6×0.5有孔穴的平底石墨电极。

感光板：ILFORD H30置于2650~3000Å处。

显影：采用A+B显影液，20℃±1℃显影时间2分钟。

### 三 测量方法与分析线：

МФ-2测微光度计，狭缝200μ，S标尺，干板测量，以ΔS~log C绘制工作曲线，以三标准试样法进行分析。

| 分 析 线      | 内 标 线      | 分 析 范 围   |
|------------|------------|-----------|
| Pb2663.16Å | Fe2828.81Å | 0.05~0.5% |
| Sn2850.61Å | "          | "         |
| Cu2824.36Å | "          | "         |
| As2860.45Å | "          | 0.1~0.5%  |
| Sb2877.91Å | "          | 0.05~0.5% |
| Bi2897.97Å | "          | 0.05~0.5% |

### 四 标准样品的含量：

| 元素     | 1    | 2    | 3    | 4    |
|--------|------|------|------|------|
| Sb, Sn | 0.50 | 0.25 | 0.10 | 0.05 |
| Cu     | 0.05 | 0.1  | 0.25 | 0.50 |
| Bi     | 0.10 | 0.05 | 0.50 | 0.25 |
| As     | 0.10 | 0.50 | 0.25 | 0.05 |
| Pb     | 0.05 | 0.25 | 0.10 | 0.50 |

註：As 2860.45Å 最低含量 0.05% 其绝对黑度 S 为 0.270，采用 ΔS 绘制工作曲线造成曲线弯曲，另外受 Fe 2860.21Å 干扰，故 As 的分析范围为 0.1~0.5%。