

苏联地质局光谱实验室 工作經驗

A. C. 沙依利科夫

Г. В. 卡贊采夫 合編

Н. В. 普羅斯庫林



地质出版社

苏联地質局光譜實驗室 工作經驗

A.C. 沙依利科夫

Г.Е. 卡贊采夫 合編

H.B. 普羅斯庫林

殷 宁 万 譯

地質出版社

1956·北京

ТЕХНИЧЕСКОЕ УПРАВЛЕНИЕ
МИНИСТЕРСТВА ГЕОЛОГИИ И ОХРАНЫ НЕДР СССР

ТРУДЫ ЛАБОРАТОРИЙ
ГЕОЛОГИЧЕСКИХ УПРАВЛЕНИЙ; ТРЕСТОВ,
ЭКСПЕДИЦИЙ И ПАРТИЙ

Выпуск 5

ОПЫТ РАБОТЫ
СПЕКТРАЛЬНОЙ ЛАБОРАТОРИИ
ГЕОЛОГИЧЕСКОГО УПРАВЛЕНИЯ

ГОСГЕОЛТЕХИЗДАТ
МОСКВА 1954

本書介紹了苏联地質局光譜實驗室的工作經驗。書中敘述了光譜實驗室的設備及人員配備、生產過程以及技術經濟指標。為了使實驗室的工作能適應不斷增長的野外地質工作的工作量，就得增加實驗室的生產面積和人員，採用新的分析方法以及使生產合理化，所有這些問題在書中都有介紹。

本書由熊功卿校對。

苏联地質局光譜實驗室工作經驗 20,000字

編者 А. С. 沙依利科夫等
譯者 殷 宁 万
出版者 地 質 出 版 社

北京宣武門外永光寺西街3号

北京市書刊出版業營業許可證出字第零伍零号

發行者 新 華 書 店
印刷者 地 質 印 刷 厂

北京廣安門內教子胡同甲32号

編 輯: 王同善 技術編輯: 張華元

校 對: 金伯璠

印數(京)1-4,250册 一九五六年八月北京第一版

定價(10) 0.17 元 一九五六年八月第一次印刷

開本31"×43¹¹/₃₂ 印張1¹/₁₆

目 錄

原序.....	4
緒論.....	5
光譜分析實驗室的設備及人員配備.....	8
生產过程.....	11
技術經濟指标.....	21
附錄.....	24
参考文献.....	32

原 序

在这本小册子中,所叙述的是地質局(局長 M.M. 魯宁, 总地質师 B.M. 米亞科夫)光譜实驗室的工作經驗, 在这个实驗室中進行礦样的大規模的半定量光譜分析。这个大規模的半定量光譜方法是以C.K. 加里宁同志为顧問, 由E.Я. 庫茲涅佐夫和 A.C. 沙依利科夫兩人所具体运用的。

快速的光譜分析 能有效地 初步 对样品成分 進行定性測定, 并剔除“无礦”样品。也能帮助我們來選擇化学分析方法, 同时并帮助我們檢查在化学分析过程中个别元素的提取是否完全。

有些元素(鈷、鎳、鉬、銅、鋅、錫、鉛、銻、銀、鉍及其他)在炭弧中是易揮發的, 当在分析含有上述这些元素的样品时, 运用快速光譜分析是卓有成效的。如果需要測定样品中不易揮發元素的含量时, 我們就應該采取光譜全分析了。然而, 并不因为这一点而減低了快速半定量光譜方法在分析易揮發元素上的重要性, 快速半定量光譜分析可能使化学实驗室的工作能力提高兩倍, 并使分析生產上的費用减少若干倍。

在这本小册子中, 也列举了一些技術經濟指标和光譜实驗室中劳动生產率的資料。

緒 論

由于地質工作的工作量不断地在增長，因而進行礦樣分析的中央化学實驗室的工作能力也必須迅速地隨之增長。

要解决上述這個問題，首先可增加化学實驗室的生產面積和人員，第二，可运用新的分析方法和使分析生產合理化。地質局中央實驗室采用了第二种办法。

在進行光譜全分析的實驗室中，由于运用并改進了快速的大規模分析方法，因而大大地縮減了送到化学實驗室去的分析樣品的測定數量。“无礦”樣品的剔除使得我們有可能成功地担当了大大增長的工作量。

众所周知，半定量光譜分析的基礎是：所分析樣品中被測定元素的含量決定該元素的譜綫強度^①。

金屬的灵敏綫多半都处在光譜的紫外光域中。我們用石英攝譜儀攝取譜圖，从譜圖的譜綫黑度上測出元素譜綫的強度。

在進行礦石的光譜分析時，首先將金屬含量已知的樣品（“标准樣品”）攝譜，然后，再將那些总的成分与标准樣品相同但金屬含量未知的樣品攝譜。比較這些譜圖上的譜綫黑度就可对所分析樣品中的金屬含量作出結論。在分析中，我們采用炭弧作为光譜的激發光源。

大家都知道，在樣品的蒸發过程中，首先是樣品中那些最易揮發的元素及其化合物通过電極孔穴進入弧焰中去，而

①在國立地質出版社1948年出版的A.K. 魯沙諾夫所著“礦石与礦物的光譜分析（附有2500—3500°A光域中元素電弧光譜的圖綫表）”一書中敘述到礦石光譜分析的原理。

不易揮發的元素及其化合物僅在样品蒸發过程的后期才進入弧焰。所以在進行礦石的光譜全分析時我們必須將样品全部蒸發至盡。在測定揮發元素時；只進行样品的部分蒸發就可以了。这样就大大縮短了光譜的照相時間。

众所周知，在地質勘探隊中用金屬量測量法來搜尋元素時，光譜快速分析法的应用是很成功的(索洛伏夫, 1951)。

在實驗室的条件下，在進行化学分析之前，剔除“无礦”样品是半定量光譜檢查的任务之一。

實驗室中，每个样品中要測定的是10—15个揮發元素：如銅、鉛、鋅、鎢、鉬、錫及其他。如果由于預先進行了大規模的光譜分析而發現大批的样品都是“无礦”的話，即在这些样品中有用組份的含量很低，則沒有必要在这些“无礦”样品上再進行化学分析了。这样就大大縮減了地質隊的費用，同时也增加了中央化学實驗室的有效工作能力。在光譜分析过程中，經常發現有这样一些有用組份，它們存在于这个样品中在以前我們是沒有預想到的。

光譜檢查的第二个任务就是在進行化学分析之前，按样品中有用組份的含量大小以及干擾化学分析的元素存在与否將样品“分类”。

由于光譜實驗室与化学實驗室的密切联系，化学實驗室才有可能預先正确地來選擇化学分析方法。根据光譜分析的結果，化学實驗室的領導按照样品的复雜程度、有用組份和干擾組份的含量預先將样品分类。这一工作可使化学實驗室避免白白地作一些不必要的重复分析，也可避免遇到一些由于有某种会影响分析的干擾元素存在和由于要分析的元素其含量太大或太小而引起的意外分析事故。

最后，有些元素在化学分析中提取是較困难的，我們可

用光譜分析來檢查這些元素的提取是否完全。

經驗告訴我們，在某些情況下，例如在分析含有大量鉍的礦石時，如違反了燒結的溫度規定的話就會大大降低化學分析成果，因為要分析的元素大部分仍留在殘渣中。及時對殘渣進行光譜分析就能消除類似的錯誤。殘渣的光譜分析常由極譜實驗室處理。

光譜分析實驗室的設備及人員配備

設 備

該書中所談到的實驗室，所占房間的總面積為 50.4 平方公尺。其中在 32 平方公尺的大房間中放置三台 ИСП—22 型攝譜儀。照相暗室占有 3 平方公尺，15.4 平方公尺是分配作解釋譜圖以及進行整理分析結果之用。光譜實驗室領導者的工作台也安放在此處。

光譜實驗室的設備都是用蘇聯所出產的儀器裝備起來的，其中有：三台 ИСП—22 型石英攝譜儀，二架 ПС—18 型光譜放大儀；一架 МФ—2 型測微光度計；一架 МИР—12 型測量顯微鏡；二架 ВПР—14 型（30 安培）水銀整流器。

光譜實驗室備有足夠的工具，電學儀器以及家俱。此外，還備有經常不斷在添增的必要技術參考文獻。

光譜分析實驗室總平面圖如圖 1 所示。

分析樣品的加工和碳極的製備是在光譜實驗室範圍以外的另一個單獨房間里進行的。

照相暗室是不透光的，其內部的牆壁都塗成黑色。照相暗室中裝有自來水設備，在暗室旁邊有一個地方是實驗室中作一切準備工作的助理員進行樣品清理和樣品分類的工作地點。

攝譜儀安放在牢實而穩固的台上。電弧的電流供應是遵照技術操作規程和消防安全規程按裝的。電弧電極架安放在一塊石棉制的紙板上。為了防止在攝譜儀上工作的工作人員受到紫外光綫的有害作用，我們用一個帶有一扇黑玻璃窗的

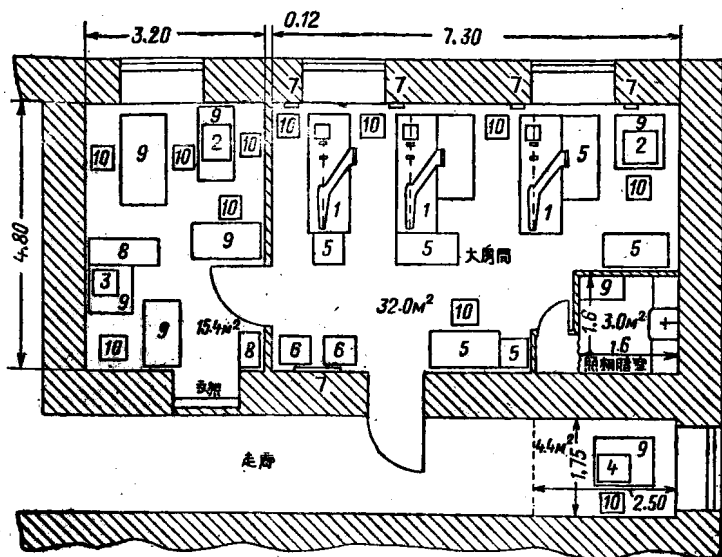


圖 1. 光譜分析實驗室平面圖

1—攝譜儀；2—光譜放大儀；3—測微光度計；4—切削炭極用的車床；5—样品清理台；6—水銀整流器；7—配電板及電門；8—鐵櫃；9—工作台；10—椅子

三合板制的箱子將電極架和電弧一起遮蓋起來，這個箱子的面積為 35×35 公分，高為75公分。同時技術員可用一塊半透明的玻璃片來保护自己的眼睛，因而就不会受到從中間屏^①上反射來的紫外綫的直接射入。

當样品在電弧中燃燒時，其分解出來的有毒蒸氣經過通風鐵罩被抽走，通風鐵罩按裝在三合板制的箱子上面，同時並與人造的通風系統相連接。實驗室的房間經常由通風出氣

①中間屏是指三透鏡系統中，中間透鏡前的成像屏，即 ИСП-22 上 ПС-196 透鏡上帶有矩形孔穴的遮光板一譯者。

口來更換新鮮空氣。

在攝譜儀上操作的技術員的桌子上備有：盛放新炭極和用過炭極的箱子，兩根鉄電極，夾取炭極用的鉗子，附有安培計的活動儀表板，停表和鐘。

光譜實驗室中每一個工作地點的設備都要保證供應工作者所必需的一切。

光譜實驗室的人員配備

光譜實驗室的人員由六個人組成：兩個光譜工程師（其中有一個是光譜實驗室的領導），他們從事於譜圖的解釋；兩個技術員^①，他們使用攝譜儀；一個技術員組長和一個作準備工作的助理員。

光譜工程師除了一般解釋譜圖工作外，還做些必要的教學工作。技術員組長整理分析結果送交原交來分析樣品的單位。助理員除準備樣品外，還準備碳電極和試劑、保護儀器。

光譜實驗室的工作人員具十分熟練的技術。他們在光譜分析實驗室中的工齡是2—5年。由於在生產中運用大規模的半定量光譜分析，他們學習了更多的文獻，獲得了獨立操作的技能。

光譜實驗室的領導，及光譜工程師都曾在哈薩克蘇維埃社會主義共和國科學院、全蘇礦物原料科學研究所舉行的研究班學習過光譜分析方法，並參加過蘇聯科學院所舉行的全蘇會議。

光譜實驗室的所有工作人員都力求做到採用最新的科學成就來不斷地改進方法和分析技術，同時也盡力經常地提高勞動生產率。

①原文為 Лаборант 視其工作性質相當我們的技術員，故暫譯技術員一譯者。

生產过程

分析样品的制备

送样單位交來的样品送到中央实验室的碎样間,在这里,將其粉碎成 200 篩孔的細度。

粉碎后的样品 与所附的請驗單一起送到 光譜分析 实验室, 在这里准 备進行分析。在所附的 請驗單上註有样品号碼、來样号碼以及样品中需要分析組份的一覽表。

技術員組長在四本記錄簿上將样品登記(見附錄 41)。在第一本記錄簿上登記來样号碼、样品数量以及需要進行分析的組份; 在第二本記錄簿上登記來样号碼、相板号碼、第一本記錄簿上的詳目、解釋譜圖的数据以及在交付送样人的分析結果上所作的摘錄备注; 在第三本記錄簿上登記采样地点、样品号碼及分析結果; 在第四本記錄簿上登記光譜分析結果。

技術員收到了已登記过的样品后, 按照每个來样的号碼順序整理并排列在工作台上。然后編寫样品原始記錄單。在样品原始記錄單上填寫來样号碼、相板的順序号碼、技術員姓名、“标准”样品号碼以及准备進行弧燒的样品順序号碼。

当样品已整理好时, 技術員便檢查工作地点和仪器的情況、碳極及鉄極是否齐备, 將相板裝進相板盒并安放到攝譜儀上。这些操作所需時間約八分鐘。

样品光譜的攝取

我們用按國定全苏标准灵敏度为 16—22 的“等正色伊索托 (Изопро)”相板作半定量分析。使用 10 安培的交流电,

以及寬度為0.007公厘的攝譜儀狹縫，將樣品放在炭極（陽極）孔穴中蒸發一分鐘。在攝譜儀狹縫前放一塊可移動的三階梯（三孔）光闌，就可在一塊 9×12 公分的相板上攝取56個樣品光譜，4個標準樣品光譜及30個鐵極光譜。光闌（圖2）是一個厚為2公厘的鋼片，上面帶有1，2，3三個長方形的小孔，小孔大小均為 1.5×0.5 公厘；在光闌上并刻有三個刻度，刻度之間的距離相當於三個長方形小孔的中綫之間的距離。

在攝取鐵譜以及兩個樣品的光譜時，將光闌按其三個刻度固定。用了這種光闌，我們就可將鐵譜攝於兩個樣品的光譜之間，並且在相板上所有這三條光譜能互相銜接地並列在一起，鐵綫是作一個刻度尺之用，根據它，我們就可在被分析的樣品光譜中來確定待找元素的譜綫位置。

應當指出，在實驗室中根據下列程序來燃燒電極：鐵—樣品—樣品，然後樣品—樣品—鐵等等。這樣，可省去花費在更換鐵極上所需的時間。

當相板向上移動2.5公厘高度時，譜圖上三個光譜（樣品—鐵—樣品）之間的間隔相當於0.3公厘。

在攝取鐵譜時，曝光時間為10秒。在八小時一班中，技術員可在三塊相板上攝取168個樣品光譜，12個“標準”樣品

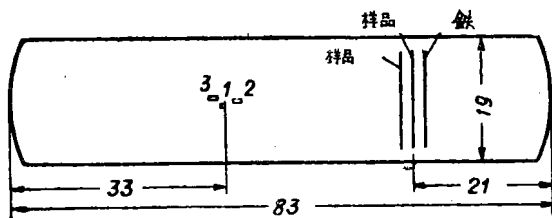


圖 2. 光闌

光譜及90个鉄譜。

在規定的电流条件及曝光条件下，在样品光譜中会出现光譜實驗室要测定的大部分元素（鈷、鎳、鉬、銅、鎢、錫、鋅、鉛、銻、鉍、銀、砷等等）的譜綫。

我們考慮到在一分鐘曝光時間內，样品不能完全燒尽，为了工作可从所有勘探过的礦床中选择一些用化学方法預先精确分析过的礦石样品來作标准样品。在分析时，在每塊相板上，与样品并列地攝取 3—5 个适合的标准样品的光譜。这样，可使光譜實驗室在測定样品中的元素含量时，不致產生很大的錯誤^①。

样品光譜和与样品光譜并列的鉄譜的攝取过程中包括下列操作：

(а) 將相板裝入相板盒并安放到攝譜仪上。这步操作需时 3—4 分鐘。

(б) 將鉄極按裝到电極架上。

前一样品燒尽之后，將炭極取下，用刷子將电極架上各元素的氧化物薄膜清除掉，然后再裝上鉄極。鉄極的按裝需时 15—20 秒。

快速分析用电極架的全貌如圖 3 所示。

(в) 攝取鉄譜。

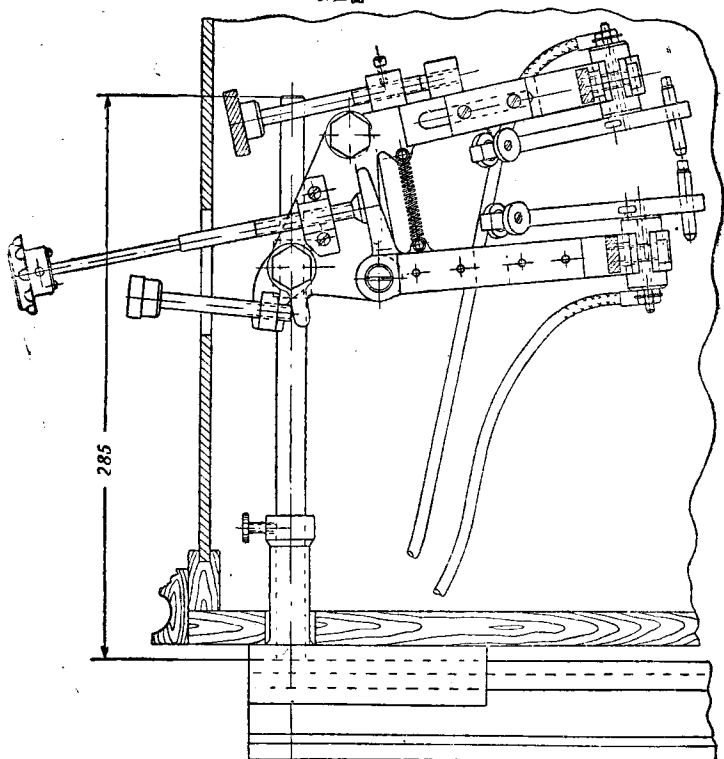
將光闌安放在 2 的位置上，此时，光闌的中間小孔正对着攝譜仪的狹縫。然后進行攝譜。移动光闌和攝取鉄譜共需时約 12 秒。

(г) 从电極架上取下鉄極。

停止鉄弧的燃燒并从电極架上取下鉄極，共需時間約 10

^①礦石及礦物的快速半定量光譜分析方法的基礎是根据加里宁及雅夫涅利的著作。Изд. А. Н. Каз. ССР. 1953。

側面圖



俯視圖

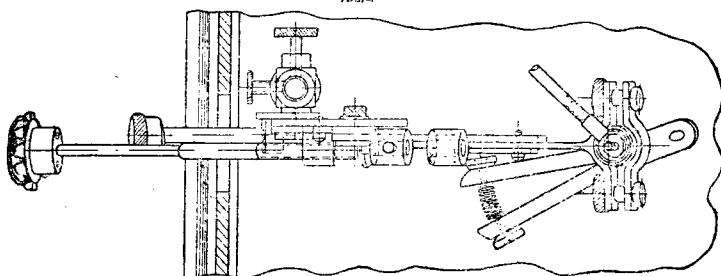


圖 3. 光譜實驗室修理間所制造的快速分析電極架

秒。

(д) 將碳極安放到電極架上,并在電極孔穴中裝上样品。

在取下電極之后,技術員用刷子刷拭電極架,并將上電極按裝到電極架上。然后,再把裝了样品的下炭極裝到電極架上。这步操作需时10—13秒。

將样品裝到電極孔穴中的步驟如下:將样品瓶盖打开,把样粉鋪倒在瓶盖上,用鉗子夾住電極,將電極孔穴緊緊地压向样粉若干次,直到電極孔穴全部都緊密地填滿了样粉为止。

(е) 攝取样品光譜。

在攝取样品的光譜之前,先將光闌移到位置1上,这时,光闌上的下面一个小孔正对着狹縫。然后進行攝譜。样品的蒸發時間為60秒。在燃燒样品时,技術員要照顧到电流的穩定、曝光和電極的位置(根据中間屏上的電極象來調節)。

为了節省時間,这时技術員就可將下一个样品裝入電極。

(ж) 更換電極。

在使用碳極过程中,取下旧電極和裝入新電極共需时16—18秒。

(з) 攝取样品光譜。

在進行新样品的攝譜之前,先將光闌移到位置3上,这时,光闌上的上面一个小孔正对着狹縫。攝取样品的光譜需时60秒。

(и) 移动相板盒。

完成 б、в、г、д、е、ж、з 这几步操作后,我們就可在相板上得到并列的而互相銜接的 № 1 样品、鉄及 № 2 样品的光譜像。

为了要繼續取得以下的鉄譜和兩個样品的光譜像,我們

將相板盒移动 2.5 公厘。完成这一操作需时 5 秒。

在相板上攝取 56 个样品光譜、4 个标准样品光譜以及 30 个鉄譜所花費的全部時間为 1 小时 50 分—2 小时（平均一个样品为 2.0—2.2 分）。

相 板 的 加 工

攝譜结束后，就开始進行相板的加工：相板顯影，水洗，定影、二次水洗与干燥。

將相板浸在顯影液中顯影，顯影液是由下列三种溶液混合而得：

溶液 I：水—1000 毫升，米吐尔—15 克

結晶亞硫酸鈉—125 克。

溶液 II：水—1000 毫升，苯二酚—15 克，結晶亞硫酸鈉—100 克。

溶液 III：水—1000 毫升，碳酸鉀—85 克。

將三种等量（每种溶液为 100 毫升）的溶液混合在一起。每周配制溶液 2—3 次。在各个相板顯影的間隔中，我們將洗相瓷盤中的顯影液倒到一个密閉的容器里去。顯影時間为 3 分鐘。然后將相板放在含有 1000 毫升水，300 克硫代硫酸鈉，100 克氯化銨的溶液中定影 3—4 分鐘。

在用水洗淨（水洗 30 分鐘）并干燥过的相板上，技術員組長用墨水在其帶有乳剂的一面寫上号碼和照相日期。相板的水洗和干燥的时间約需 12 小时，在計算劳动生產率时，这段时间不算入，因为在这个時間內，技術員还可進行照相或准备样品。

在一塊相板加工的全部操作上所花費時間为 10—15 分，即一个样品为 0.2—0.3 分。