

合金鋼光譜分析通用方法^{*†}

任大剛 韓貞玉 于 波 張功杼 王鴻章

(中国科学院金屬研究所)

提 要

本文介紹利用溶液法和粉末法进行合金鋼光譜分析的方法,以克服制备标准样品的困难和消除样品組織結構和物理状态的影响。將鋼样溶解于酸制成的溶液,滴在平头碳电极上用火花激发,或將鋼样制成氧化物粉末,填于碳孔中,用交流电弧激发。初步結果指出,这些方法可以满足一般分析要求。

一. 引 言

在进行鋼鉄或合金的光譜分析时,一般采用金屬直接作为激发电极的方法,它具有手續簡便、速度快、准确度高的优点。但是由于存在第三元素,組織結構和試样形狀大小等因素的影响,因此对分析样品就必须有非常严格的要求。在一些研究單位或机械制造部門所遇到的試样,往往包含有各种各样牌号的鋼,这些鋼样可能經過极不相同的热处理,而其形狀大小也可能差別很大。为了避免上述許多因素的影响,必需制备許多种类的标准样品,而这个条件事实上是很难滿足的。为了解决这些問題,就必需寻找一种能适用于各种不同类型試样的通用分析方法。

利用溶液和粉末进行光譜分析的方法已經广泛地应用于矿石、矿物和其他非金屬材料的分析上。它不但可以解决标准样品配制的困难,同时可以克服上述一些因素对分析結果的影响。利用溶液法比粉末法較为簡便,但是由于鋼中往往存在一些难溶于酸的元素,因此我們同时进行了用溶液及粉末的二种方法。

二. 实验部分

1. 溶液法

(a) 金屬試样溶剂的选择: 一般合金鋼可能溶解在鹽酸、硝酸、硫酸、磷酸或混合酸中,但是由于磷酸溶液在蒸干时,殘留下来膠狀的五氧化二磷,在碳电极表面上影响光源的激发,因此我們沒有采用。硫酸是一种比較好的溶剂,但是干燥后的硫酸鹽在激发时发出三氧化硫的白烟,对人体有害,同时由于硫酸溶液的灵敏度較低,所以也沒有采用。利用硝酸溶解金屬試样,在金屬表面产生了保护性的氧化物膜,影响样品完全溶解,因此我們也沒有采用。我們所用的溶剂是鹽酸,它可以溶解絕大部的鋼样,同时氯化物的蒸发比較快,所以在分析灵敏度上有显著的提高。

* 1959年1月17日收到。

† 本文曾在1958年11月間在北京举行的全国光譜学会議中宣讀。

用鹽酸溶解鋼样时,对鋼中的碳化物不起作用,必須加入强氧化剂才能溶解完全,这里我們采用了一定量的硝酸.加入硝酸不但能溶解碳化物,同时也能把鹽酸溶解时生成的低价鉄,氧化成高价鉄,因此硝酸的加入量就可能对分析結果产生一些影响.实验証明,在1克鋼样溶解在20毫升鹽酸的溶液中加入不同量的硝酸时,对不同元素的相对黑度是有影响的.当硝酸加入量达到2毫升时,这种影响即趋平緩以至消失,但是当硝酸量增加时,譜綫的黑度下降.为了既避免硝酸的影响,又能保証一定的灵敏度,我們控制硝酸的加入量为2—3毫升.

(b) 标准試样的配制: 用純鉄及被分析元素的金属或氧化物(必須能溶于鹽酸中的)溶于鹽酸配制成一定濃度的溶液.根据分析的要求,用移液管或滴定管將純鉄及被分析元素溶液分別抽取一定的量,混合在一起后,稀釋到要求的濃度,加入定量的硝酸,即可作光譜分析的标准試样.

(c) 分析試样的处理及攝譜条件: 將1克鋼样溶于20毫升1:1的鹽酸中,加2—3毫升濃硝酸,煮沸除去剩余的 NO_2 .当含有錳的試样时,加入少量磷酸.然后將分析試样溶液用一白金絲圓环(直徑5毫米)沾取,滴在平头碳电极上(直徑6毫米,長12毫米),一次滴二滴,放在 200°C 左右的电爐里烘干二分鐘.滴二次,烘干后,將二个处理过的电极作为上下电极进行激发和攝譜.这里試样溶液的濃度及酸度和一切操作过程必須尽可能

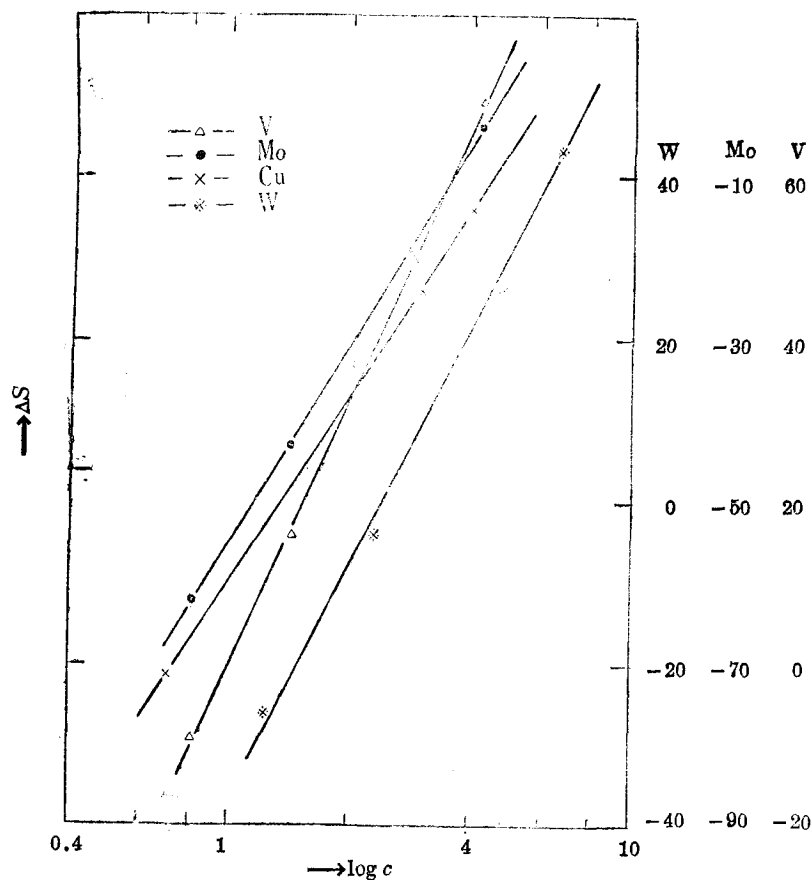


图 1

和标准溶液的情况取得一致,保証分析結果的正确。

攝譜条件 用 ИСП-22 中型石英光譜仪, 狹縫 20μ 。FF-20 火花发生器的次級电压 12000 伏, 初級电流 1.5 安培, 电容 9000 pf, 电感为零。极距 2 毫米, 不預燒, 曝光一分鐘, ИИИФН I 型干板。

(d) 分析結果: 我們用溶液法分析了高鉻合金鋼中 Mo, W, V, Cu 和 18 HXB 中 Mn, Cr, Ni, W 及其他一些合金鋼, 并作出工作曲綫(图 1 与图 2), 分析綫对和分析范圍列于表 1, 并將某些分析結果与化学分析結果的比較数据列于表 2。根据这些結果, 我們認為这个方法的准确度基本上能滿足一般分析要求。

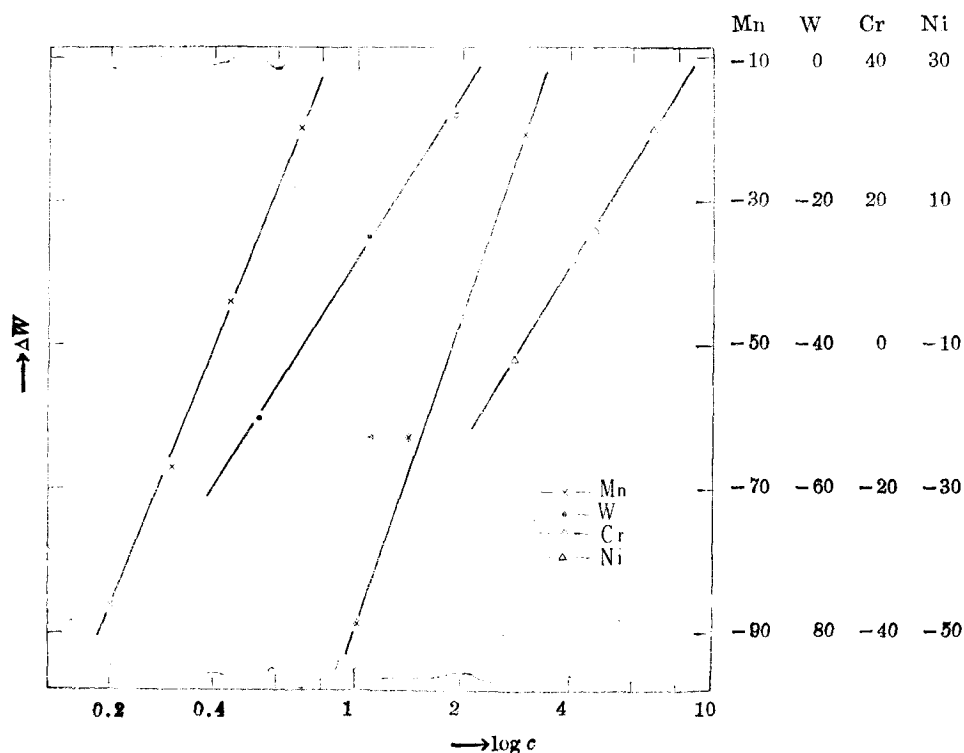


图 2

表 1

分析元素	分 析 綫 对		含量范圍
Mo	MoII 2816.15	FeII 2831.56	1%—4%
Cu	CuI 3273.96	FeI 3042.665	1%—4%
V	VII 3110.71	FeII 3154.206	1%—4%
W	WII 2397.06	FeII 2396.625	0.5%—3%
Mn	Mn 2933	Fe 2926	0.2%—0.8%
Cr	Cr 2830	Fe 2828	1%—3%
Ni	Ni 3414	Fe 3407	2%—6%
W	W 2397	Fe 2396	0.5%—2%

表 2

样 品 号	Mn		Ni		Cr		W		Mo		V	
	光谱	化学	光谱	化学	光谱	化学	光谱	化学	光谱	化学	光谱	化学
1*	0.53 0.56	0.50	3.80 3.90	3.45	1.37 1.40	1.36						
2	0.25 0.23	0.23	4.47 4.32	4.43	1.60 1.70	1.59	1.33	1.22				
3	0.24 0.22	0.22	4.33 4.52	4.43	1.70 1.76	1.62	1.63	1.62				
4											1.18	1.15
5											2.44	2.42
6									2.40	2.43		
7									4.50	4.63		

註：有*者系标准样品。

2. 粉末法

(a) 标准試样的配制：粉末法的标准样品可以依照分析要求配成溶液(最好是配成硝酸溶液)后, 蒸干, 灼烧成氧化物。也可以利用現成的氧化物混合而成。

(b) 分析試样的处理及攝譜条件：將鋼样溶解在硝酸和鹽酸的混合酸中, 蒸干。再用硝酸逐除殘留的鹽酸, 在 500—600°C 的馬夫爐中灼燒一小时。取出后在瑪瑙乳鉢中研磨均匀, 再和重量比为 1:1 的光譜純碳粉混合。粉末样品裝在直徑 3 毫米、深 4 毫米的碳电极小孔中作为下电极。上电极為頂端磨成半球形的碳电极。用 ИСП-28 中型石英光谱仪, 狭縫 20 μ ; ДГ-1 电弧系統, 电流 10 安培; 极距 2 毫米, 不預燒曝光一分鐘 ИИКСН I 型干板, 进行攝譜。

(c) 分析結果：我們用粉末法进行了耐热鋼中 W, Ti, Mo, Zr 的分析, 并作出工作曲綫(图 3)分析綫对和分析范围列于表 3。

表 3

分析元素	分 析 綫 对		含量范围
Mo	Mo 2816	Fe 2819	0.3—5%
W	W 2896	Fe 2899	0.3—5%
Ti	Ti 3103	Fe 3110	0.3—5%
Zr	Zr 2571	Fe 2573	0.03—0.5%

根据初步的分析結果指出, 在严格控制配样和攝譜的条件下, 利用三标准試样法进行合金鋼中含量低于 3% 的合金元素的分析, 上述两种方法的准确度基本上都可以滿足目前的要求(与化学分析結果比較相差 5% 左右)。但是关于如何提高这些方法的准确度, 特別在用粉末法时, 有哪些因素影响分析結果等問題尚有待于进一步研究。

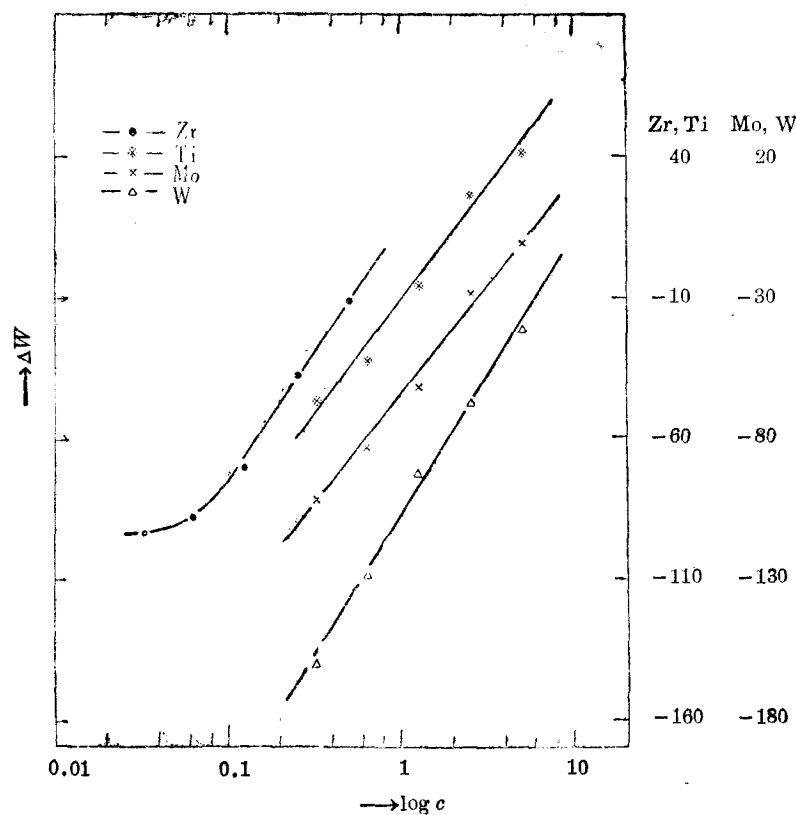


图 3

UNIVERSAL METHODS FOR THE SPECTROCHEMICAL ANALYSIS OF ALLOY STEELS

REN TA-KANG HAN THANG-YŪ YU PO CHANG KUNG-SOO WANG HUNG-CHANG

(Institute of Metal Research, Academia Sinica)

ABSTRACT

In order to simplify the preparation of standards and to reduce the effects of micro-structure and physical state of samples in the spectrochemical analysis of alloy steels, universal methods are developed in this laboratory. For the solution method, steel samples dissolved in acid and dropped on the flat tip of carbon electrodes are excited in a spark source. For the powder method, oxides prepared from the steel samples are put in cavities of carbon electrodes and excited in an a. c. arc. Experiments show that these procedures give satisfactory analytical results.