

中華民國國家標準

CNS

鐵及鋼之光電式發光光譜分析法

總號 10006

類號 G2167

Method for Photoelectric Emission Spectrochemical Analysis of Iron and steel

1. 適用範圍：本標準規定鐵及鋼中碳、矽、錳、磷、硫、鎳、鉻、鉬、銅、鎢、鈮、鈷、鈦、鋁、砷、錫、硼、鉛、銩、銱、鎂、鈣、鐳、銻、銻、銻、銻及碲之光電式發光光譜分析法。但本法僅適用於金屬固體之平面試片。其定量範圍如表 1 所示。

表 1 定量範圍

元 素	定 量 範 圍 %	摘 要
碳 (C)	0.002以上 5以下	僅適用於真空型分光儀
矽 (Si)	0.002以上 5以下	
錳 (Mn)	0.003以上 30以下	
磷 (P)	0.0006以上 1.0以下	常壓型分光儀為 0.005%以上 1.0%以下
硫 (S)	0.0004以上 0.5以下	僅適用於真空型分光儀
鎳 (Ni)	0.002以上 35以下	
鉻 (Cr)	0.002以上 30以下	
鉬 (Mo)	0.002以上 10以下	
銅 (Cu)	0.001以上 6以下	
鎢 (W)	0.01以上 25以下	
鈮 (V)	0.0006以上 6以下	
鈷 (Co)	0.0005以上 20以下	
鈦 (Ti)	0.0005以上 2以下	
鋁 (Al)	0.002以上 3以下	
砷 (As)	0.002以上 0.3以下	
錫 (Sn)	0.001以上 0.3以下	
硼 (B)	0.0002以上 0.5以下	
鉛 (Pb)	0.001以上 0.5以下	
銩 (Zr)	0.002以上 1以下	
銱 (Nb)	0.004以上 2以下	
鎂 (Mg)	0.001以上 0.2以下	
鈣 (Ca)	0.0002以上 0.01以下	
鐳 (La)	0.002以上 0.05以下	
銻 (Ce)	0.005以上 0.05以下	
銻 (Ta)	0.02以上 0.2以下	
銻 (Sb)	0.01以上 0.2以下	
碲 (Se)	0.003以上 0.1以下	
碲 (Te)	0.003以上 0.1以下	

2. 一般事項：光電式發光光譜分析法之一般事項依 CNS 10005 金屬材料之光電式發光光譜分析法通則之規定施行。

(共 7 頁)

公 布 日 期
72 年 2 月 11 日

經 濟 部 標 準 檢 驗 局 印 行

修 訂 日 期
73 年 12 月 20 日

印行日期94年10月

本標準非經本局同意不得翻印

甲 4 (210×297)

3. 裝置及材料：本方法中使用之裝置及材料主要有下列各項。

3.1 發光光譜分析裝置：依 CNS 10005 第 3 節所示之裝置。

3.2 對電極：通常在氬氣流中放電時，使用直徑 1~7 mm 之銀棒、鎢棒等其前端加工成 20°~120° 之圓錐狀或具有直徑 1 mm 平面之圓錐台，如在大氣中放電時，使用直徑 6~8 mm 之石墨電極其前端加工成 60°~160° 之圓錐狀。石墨電極應使用合於分析目的之純度者，因其材質對於測定值之再現性有影響，必須加以注意。此外，使用高壓火花放電發光時，可用鎢等金屬代替石墨電極。

3.3 氬氣：使用真空型分光儀時，試片之發光必須在氬氣流中進行。此時氬氣之純度，對於定量值有很大之影響，故應盡量使用僅含極少量之氧、水分、碳化氬及其他不純物之高純度氬氣。

3.4 研磨材料：依分析試片之種類及定量元素之不同，選用粒度在 36~120 號⁽²⁾ 之氧化鋁質或碳化矽質材料⁽¹⁾。

註：(1) 通常使用氧化鋁質研磨材料。但欲定量微量鋁時則使用碳化矽質研磨材料，此時不能定量微量碳或矽。

(2) 研磨材料須善加管理，使分析試片之放電面可研磨成平整且粗度一定之分析面。

3.5 試樣採取、試樣處理用器具及機械：依 CNS 10005 第 4 節之試樣採取、試樣處理用器具及機械之規定。

4. 標準試片及標準化試片

4.1 標準試片：標準試片⁽³⁾係供製作檢量線時使用者，其化學組成⁽⁴⁾及冶金過程⁽⁵⁾必須與分析試片近似，且應在能充分涵蓋定量元素之含量範圍內選擇具有適當濃度間隔者 4~5 種以上組成一系列使用之。標準試片中定量元素之含量⁽⁶⁾應依 CNS 規定之化學分析方法予以正確決定之。

註 (3) 使用市面上出售之標準試片時，由於其冶金過程之差異對分析值會有影響，所使用之化學分析方法不同會使標準值有偏差，因此必須先確認對分析結果不致有偏差者才可使用。若確認會有偏差時，應以與分析試片具有同一冶金過程之標準試片，藉調整分光儀感度等方法校正其偏差後可使用之。熔製之標準試片亦可依此法校正。

(4) 化學組成差異大之標準試片，因其他元素含量之差異可能引起定量元素測定值偏差，故須注意。

(5) 冶金過程相異之試片，可能產生定量元素之測定值偏差。

(6) 鐵含量相異之標準試片系列，則以鐵量比（定量元素含量/鐵含量）代替定量元素含量。

4.2 標準化試片：裝置因時間之變動等而使測定值產生偏差時，可再重新製作檢量線而修正，但一般為節省操作起見，可選擇標準化試片 1~2 種進行標準化校正。標準化試片可自標準試片系列中選擇適當者使用，若無適當之標準試片，亦可選擇組成均勻且測定值再現性良好者。但使用二點標準化時，通常在檢量線之上限及下限附近各選一個標準試片，而採用一點標準化時，以選擇測定值在檢量線之上限附近者為宜。

5. 分析方法

5.1 概要：以對電極將已處理成平面狀之試片激發發光，把光導入分光儀，依光電法求定量元素含量。

5.2 試樣之採取，處理方法

5.2.1 分析試片：分析試片可分為熔融試片及成品試片。兩者均須為可製成直徑 20 mm 以上平面之塊狀試片，此處所述之熔融試片是指自熔融狀之鐵或鋼中採取之試樣鑄入試片鑄模中所得之鑄塊，成品試片是指自半成品或成品採取之鋼片。

(1) 熔融試片：熔融試片之採取及處理方法如下。

(a) 採取：試片之採取原則上係自熔融液中一次採取必要量，注入試片鑄模⁽⁸⁾中者。採取熔銑試片時，須能達到白銑化。對於不易獲得白銑化之試片及自熔鋼中採取時容易產生偏析者，於鑄入試片鑄模時必須採用能使試片之放電面達到急冷效果之試片鑄模。

註(1) 通常須在一定之條件下（如熔融液之量及溫度、注入時試片鑄模之溫度、鎮靜劑之種類及添加量等）注入之，自鑄模取下之試片塊，其冷卻方法亦須妥善管理。

(b) 處理：以切斷機或切削機械將試片加工成平面部直徑 20 mm 以上，厚度 3 mm 以上之試片，其切割面以適當之研磨材料研磨至一定之粗度。急冷注入而得之試片，直接研磨急冷面即可。

(2) 成品試片：成品試片之採取及處理方如下。

(a) 採取：試片須自能代表成品平均組成之位置採取。

(b) 處理：以切斷機或切削機械將試片加工成平面部直徑 20 mm 以上，厚度 3 mm 以上之試片⁽⁹⁾，並在能代表平均組成之面⁽⁹⁾，以適當之研磨材料研磨至一定之粗度。

註(8) 試片之直徑未滿 20 mm，厚度未滿 3 mm 時，可採用試片補助器或選擇適宜之發光條件。

註(9) 通常軋軋面容易產生脫碳現象，且中心部容易發生凝固偏析，故須加以注意。

5.2.2 標準試片及標準化試片之處理：標準試片及標準化試片之處理方法與分析試片相同。但反覆使用急

冷面試片時須注意表面組織之變化。

5.3 分析操作

5.3.1 測定：測定之方法如下。

- (1) 依試片之種類、共存元素、同時定量元素之種類及定量元素之含量，選定反覆測定⁽¹⁰⁾精度良好之發光條件。表2及表3所示為通常選用之發光條件之例。
- (2) 分析使用之分析線及內標準線如表4所示，依試片之種類，共存元素，同時定量元素之種類及定量元素之含量適當選擇之⁽¹¹⁾。
- (3) 依 CNS 10005 第 8.1 節調整分光裝置，設定如表2及表3範圍內預先決定之發光條件及其他必要之功能。
- (4) 利用隙規調整分析間隙，將分析試片⁽¹⁸⁾固定於裝置之支持台由對電極⁽¹⁸⁾支持之，按起動鈕使自動進行氬氣置換⁽¹⁴⁾、預備放電⁽¹⁵⁾、積分⁽¹⁶⁾之開始及終止⁽¹⁷⁾、記錄或指示定量元素光譜線強度比等。

註(10) 事先分析已知含量之試片確定沒有顯著差異。

- (1) 事先檢查有無共存元素之干擾。
- (2) 放電面必須乾淨。又分析試片之溫度希望能一直保持在一定範圍內。
- (3) 電極不必每次分析時更換，但新電極或保養後之電極，應事先放電數次，使其達穩定狀態時，才可測定分析。
必要時事先調查可反覆使用之容許次數。電極之前端不可用手觸摸或附著異物。
- (4) 氬氣之批號變更、或流路突然中斷、或大容量儲槽剩下少量時，會有氬氣純度不良之現象發生，故可先分析已知試片以確定是否能得正確結果。
- (5) 預備放電時之激發條件與積分時之激發條件可不相同。
- (6) 測定分析線強度之方法，有在一定時間將光譜線之光電流積分而求得分析線強度之方法，及在火花放電時，測定每一次放電之光譜線強度，如此進行多次，經資料處理得分析強度之方法。
- (7) 積分時間須管制在一定之範圍內。

表2 發光條件

項 目	內 容
試 片 形 狀	塊狀，平面直徑20mm以上，厚度3mm以上
研磨材料之粒度	36~120 號
對電極前端形狀	20°~120° 圓錐或頂部約1mm直徑平面之圓錐臺
分 析 間 隙	2~6mm
發光光源周圍氣體	真空型分光儀須在流量2~15 l / 分之氬氣流中，常壓型分光儀是在一般之大氣中。
分光器內真空度	真空型分光儀為20μmHg以下 {2.7Pa以下}
激 發 條 件	表3所示
預備放電時間	2~50秒
積 分 時 間	2~30秒

註：上表中 { } 內係國際制 (SI) 單位及數值，僅供參考。