

9707271



中华人民共和国国家标准

GB/T 16599—1996

钼的发射光谱分析方法

Methods for emission spectrum analysis of molybdenum



C9707271

1996-11-04 发布

1997-04-01 实施

国家技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钼 的 发 射 光 谱 分 析 方 法
GB/T 16599—1996

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 10 千字
1997 年 4 月第一版 1997 年 4 月第一次印刷
印数 1—1 500

*

书号: 155066 • 1-13659 定价 6.00 元

*

标 目 307—28

9707271

GB/T 16599—1996

前 言

我国目前钼的发射光谱分析尚无统一的方法标准,也无国际标准,所收领集到的前苏联国家标准《钼光谱分析方法 ГОСТ 14316—82》和美国 ASTM 标准推荐方法《钼光谱分析方法 E-2SM8-21》与我国钼产品实际分析不尽适合。本标准无论从元素数量、分析含量下限和方法精度均优于以上两个国外标准。

本标准方法一次摄谱同时测定 17 种杂质元素,方法测定下限低,分析结果准确可靠,操作简便可行,完全能够满足钼产品中杂质元素分析要求。

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所负责归口。

本标准由自贡硬质合金厂负责起草。

本标准主要起草人:谭泰章。



中华人民共和国国家标准

GB/T 16599—1996

钼的发射光谱分析方法

Methods for emissiom spectrum analysis of molybdenum

1 范围

本标准规定了钼及钼化合物中铁、钴、铬、镉、锰、镁、钙、钛、铜、硅、锡、镍、铝、铈、钒含量的测定方法。

本标准适用于钼及钼化合物中铁、钴、铬、镉、锰、镁、钙、钛、铜、硅、锡、镍、铝、铈、钒含量的测定。测定范围见表1。

表 1

元 素	测定范围, %	元 素	测定范围, %
铁	0.000 3~0.012	硅	0.000 4~0.012
钴	0.000 25~0.012	锡	0.000 05~0.002 4
铬	0.000 15~0.012	镍	0.000 1~0.008
镉	0.000 05~0.004 0	铝	0.000 2~0.010
锰	0.000 1~0.008 0	铈	0.000 2~0.010
镁	0.000 2~0.010	钒	0.000 05~0.002 4
钙	0.000 4~0.012	铈	0.000 05~0.002 4
钛	0.000 3~0.012	钒	0.000 3~0.012
铜	0.000 05~0.007 0		

2 引用标准

下列标准包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。在标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467—78 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

采用直流电弧粉末法,以 $\Delta P\text{-lg}c$ 绘制标准曲线,进行光谱定量分析。

4 试剂和材料

4.1 三氧化钼, >99.995%。

4.2 三氧化二铁,光谱纯。

国家技术监督局1996-11-04批准

1997-04-01实施

- 4.3 二氧化硅,光谱纯。
- 4.4 三氧化二铝,光谱纯。
- 4.5 二氧化锰,光谱纯。
- 4.6 氧化镁,光谱纯。
- 4.7 氧化镍,光谱纯。
- 4.8 二氧化钛,光谱纯。
- 4.9 五氧化二钒,光谱纯。
- 4.10 四氧化三钴,光谱纯。
- 4.11 氧化镉,光谱纯。
- 4.12 氧化铅,光谱纯。
- 4.13 三氧化二铋,光谱纯。
- 4.14 氧化锡,光谱纯。
- 4.15 三氧化二锑,光谱纯。
- 4.16 氧化铜,光谱纯。
- 4.17 三氧化铬,光谱纯。
- 4.18 氧化钙,光谱纯。
- 4.19 光谱缓冲剂,按表 2 配备。

表 2

试剂名称	试剂纯度	含 量, %
石墨碳粉	光谱纯	97.515
氟化钠		1.000
碳酸钠		1.000
氧化锌		0.400
氧化镓		0.080
氧化锆		0.005

- 4.20 光谱感光板:紫外 I 型。
- 4.21 石墨电极:光谱纯,φ6 mm。

5 仪器、装置

- 5.1 平面光栅摄谱仪:线色散率倒数不大于 0.4 nm/mm。
- 5.2 光源:直流电弧装置,电压 220~380 V,电流 0~20 A。
- 5.3 测微光度计。
- 5.4 电极:F 电极 φ×h,mm:4×7,上电极平顶锥形,锥顶截面 φ2.5 mm。

6 试样

- 6.1 钼酸铵试样处理:取 3 g 试样置入瓷坩埚中放入箱形电阻炉内从低温升至 550℃,保温至转化完全,取出冷却研匀。
- 6.2 钼粉试样处理:取 1 g 试样置入瓷坩埚中,逐滴加入 10~12 mL 硝酸(1+1),溶解、蒸干,以下按(6.1)处理。
- 6.3 钼条、钼丝及板材试样处理:先取试样 4~6 g 置入合金研钵中捣成小块,清洗表面,以下按(6.2)条进行。

7 分析步骤

7.1 准确称取 0.400 g 试样(6)。

7.2 光谱分析试样配制

取试料(7.1)和 0.200 g 缓冲剂(4.19)研匀。

7.3 标样配制

采用行业级或国家级三氧化钼光谱分析标准样品或者按表 3 计算量在三氧化钼中加入各元素氧化物,配制成主标样,再用三氧化钼(4.1)稀释配制成一套标样,经校正后分别称取各号标样 0.400 g 与 0.200 g 缓冲剂(4.19)研匀。

表 3

标样号	元素含量, %					
	Fe, Sb, Ti, Si, V, Cr, Co, Ca	Al, Ni, Mn, Mg	Cd	Pb, Bi, Sn	Cu	
					I	II
一号标样	0.000 15	0.000 1	0.000 05	0.000 03	0.000 03	0.000 09
二号标样	0.000 45	0.000 3	0.000 15	0.000 09	0.000 09	0.000 27
三号标样	0.001 35	0.000 9	0.000 45	0.000 27	0.000 27	0.000 81
四号标样	0.004 05	0.002 7	0.001 35	0.000 81	0.000 81	0.002 43
五号标样	0.012 15	0.008 1	0.004 05	0.002 43	0.002 43	0.007 29
主标样	0.121 5	0.081	0.040 5	0.024 3	0.024 3	0.072 9
注: Cu 元素含量配制时可选择 I 或 II。						

7.4 测定

7.4.1 测定条件

测定条件见表 4。

表 4

摄谱仪	摄谱仪(5.1),三透镜照明系统,中间光栏 5 mm,狭缝宽度 10 μm,中心波长 280.0 nm
光源	直流电弧(5.2),电压不低于 380 V,工作电流 5 A 起弧,5 s 自动升至 14 A,阳极激发,极距 4 mm
曝光时间	预燃 6 s,曝光 15 s
感光板	紫外 I 型(4.20),短波 225.0~248.0 nm,中波 248.0~320.0 nm,长波 320.0~330.0 nm

7.4.2 摄谱

将光谱分析试样(7.2)及标样(7.3)均匀地填满电极(5.4)孔穴中,压下 0.5 mm,刮洁表面、烘烤、摄谱于同一块感光板上。每份试样、标样分装不得少于 3 支电极。

注:电极装样前 10 A 直流电弧空烧 15 s。

7.4.3 谱板处理

7.4.3.1 显影:在 20±1℃温度下,短波谱板显影 4 min,中波谱板显影 3 min,长波谱板显影 2 min。

7.4.3.2 定影、水洗、干燥。

7.4.4 测量

7.4.4.1 采用测微光度计(5.3),P 标尺,狭缝宽度为 0.2~0.4 mm,测量各元素分析线对谱线黑度。

7.4.4.2 分析线对及测定范围见表 5。

表 5

元 素	分析线,nm	内标元素/内标线,nm	测定范围,%
Cd	326.105	Ge/326.949	0.000 5~0.004 0
	228.802		0.000 05~0.000 5
Co	242.493	Ga/241.869	0.000 25~0.012
Si	243.516		0.000 4~0.012
Al	257.510	Ga/259.254	0.000 2~0.010
Mn	257.610		0.000 1~0.008 0
Sb	259.806		0.000 2~0.010
Mg	277.829		0.000 2~0.010
Pb	283.307		0.000 05~0.002 4
Sn	283.999		0.000 05~0.002 4
Cr	302.156	Zn/303.578	0.000 15~0.012
Ni	300.363		0.000 1~0.008 0
Ca	300.686		0.000 4~0.012
Fe	305.909		0.000 3~0.012
Ti	308.803		0.000 3~0.012
Bi	306.772		0.000 05~0.002 4
V	310.230	Ge/326.949	0.000 3~0.012
Cu	327.396		0.000 05~0.000 80
	282.437	Ge/259.254	0.000 8~0.007 0

8 分析结果的计算

采用三标准试样法,按 $\Delta P\text{-lg}c$ 绘制各元素标准工作曲线,从工作曲线上查出以三氧化钼基百分含量的分析结果。

9 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 6 所列允许相对差。

表 6

元素	含量范围, %	允许相对差, %
Cu、Cd、Pb、Sn、Bi	$\leq 0.000\ 1$	200
	$> 0.000\ 1 \sim 0.000\ 6$	100
	$> 0.000\ 6 \sim 0.002\ 0$	50
	$> 0.002\ 0$	35
Fe、Al、Mg、Ni、Mn、Si、Ti、V、 Co、Cr、Ca、Sb	$\leq 0.000\ 6$	100
	$> 0.000\ 6 \sim 0.002\ 0$	50
	$> 0.002 \sim 0.010$	35
	> 0.010	30

