

中华人民共和国国家标准

钽 铌 化学 分析 方法 铌中砷、锑、铅、锡和铋量的测定

GB/T 15076.11-94

Methods for chemical analysis of
tantalum and niobium—Determination of
arsenic antimony, lead, tin and bismuth contents in niobium

1 主题内容与适用范围

本标准规定了铌中砷、锑、铅、锡和铋含量的测定方法。

本标准适用于铌及其化合物中砷、锑、铅、锡和铋含量的同时测定。测定范围见表1。

表 1

测定元素	测定范围, %
砷	0.001 0~0.030
锑	0.000 4~0.010
铅	0.000 3~0.010
锡	0.000 1~0.010
铋	0.000 1~0.030

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 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

将金属铌或其化合物转化成氧化铌,采用载体分馏法,直流电弧阳极激发,摄谱,进行光谱测定。

4 试剂和材料

4.1 五氧化二铌,大于 99.99%。砷、铅、锡和铋含量均小于 1×10^{-4} %。锑小于 3×10^{-4} %。

4.2 三氧化二砷,大于 99.9%。

4.3 三氧化二锑,大于 99.9%。

4.4 二氧化铅,大于 99.9%。

4.5 二氧化锡,大于 99.9%。

4.6 三氧化二铋,大于 99.9%。

4.7 三氧化二镓,大于 99.9%。

4.8 硫粉,光谱纯。

国家技术监督局 1994-05-09 批准

1994-12-01 实施

- 4.9 碳粉,光谱纯。
 4.10 载体:用93份碳粉、5份三氧化二铈和2份硫粉混合,磨匀。
 4.11 石墨电极,光谱纯,φ6mm。
 4.12 感光板:紫外Ⅲ型。

5 仪器、装置

- 5.1 平面光栅摄谱仪:倒数线色散不大于0.4nm/mm。
 5.2 光源:直流电弧。
 5.3 测微光度计。
 5.4 压模:用有机玻璃棒车制成:φ×h,mm:3.9×12,顶部为尖圆锥形。
 5.5 电极:下电极为杯型:内径4mm,孔深10mm,壁厚0.8mm,细颈直径3mm,高4mm。上电极为平顶锥形,截面φ2mm。

6 分析步骤

6.1 试样的制备

取1g实验室样品,置于高温炉中,在700℃灼烧1h(铈丝、铈片需灼烧4h以上)。使其完全转化成五氧化二铈。

6.2 光谱试料的配制

取六份试样(6.1)和一份载体(4.10)混合磨匀。称取100mg装入下电极(5.5)中,用压模(5.4)压紧,以备摄谱。

6.3 铈基体的配制

铈基体(4.1)的配制方式按6.2条进行,摄谱四条取平均值。作为测量234.9nm处弱分子带的黑度用。

6.4 测定

6.4.1 标样的制备

将五氧化二铈(4.1)及各单一氧化物(4.2~4.6)在烘箱中烘干,冷却至室温。按计算量于五氧化二铈(4.1)中加入各单一氧化物(4.2~4.6),制备一个砷含量为3%,铅、铈、锡和铋含量均为1%的主标样。再用五氧化二铈(4.1)逐步稀释成标准系列。标样的含量见表2。各个标样与载体的配比和装样按6.2条方法进行。

表2

元素	主标样 含量,%	标准系列被测元素含量,%				
		1	2	3	4	5
砷	3.0	0.030	0.009	0.003	0.0009	0.0003
铈、铅、锡、铋	1.0	0.010	0.003	0.001	0.0003	0.0001

6.4.2 测定条件

摄谱仪:波段范围230.0~310.0nm,三透镜照明系统,狭缝宽15μm,中间光栏高5.0mm。

光源和曝光时间:直流电弧阳极激发,5A起弧,曝光10s,立刻升至12A曝光50s。

暗室处理:显影液A+B配方,将短波波段的感光板(测砷)在26±1℃下显影6min。长波处感光板在20±1℃显影4~5min。F-5定影液。定影,冲洗,干燥。

黑度测量:S标尺。

分析线对见表3。