

钨的发射光谱分析方法

1 范围

本文件规定了钨及钨化合物中铝、砷、铋、钙、镉、钴、铬、铜、铁、镁、锰、钼、镍、铅、铈、硅、锡、钛、钒含量的测定方法。

本文件适用于钨及钨化合物中铝、砷、铋、钙、镉、钴、铬、铜、铁、镁、锰、钼、镍、铅、铈、硅、锡、钛、钒含量的测定，测定范围见表 1。

表 1 测定范围

元素	质量分数 %	元素	质量分数 %
铝	0.0002~0.017	锰	0.0002~0.016
砷	0.00005~0.029	钼	0.0010~0.068
铋	0.00005~0.0024	镍	0.00015~0.010
钙	0.0004~0.020	铅	0.00005~0.0040
镉	0.00005~0.0030	铈	0.00025~0.018
钴	0.00025~0.017	硅	0.0004~0.020
铬	0.00025~0.016	锡	0.00005~0.0024
铜	0.00003~0.0070	钛	0.00025~0.016
铁	0.0003~0.020	钒	0.00025~0.016
镁	0.00015~0.010	-	-

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

3 术语和定义

GB/T 17433 界定的术语和定义适用于本文件。

4 方法一：直读光谱法

4.1 原理

将试料转化为三氧化钨后与缓冲剂充分混匀，在直读光谱仪上，用直流电弧激发，被检测器采集到的光信号转化为电信号，数据采集系统采集到检测器上不同位置的电信号获得不同特征谱线的信号强度，通过一定的定量转换计算出各元素的含量，并对结果进行处理和报表显示。

4.2 试剂或材料

- 4.2.1 三氧化钨，纯度（质量分数）大于99.995%。
- 4.2.2 三氧化二铁，光谱纯。
- 4.2.3 二氧化硅，光谱纯。
- 4.2.4 三氧化二铝，光谱纯。
- 4.2.5 二氧化锰，光谱纯。
- 4.2.6 氧化镁，光谱纯。
- 4.2.7 氧化镍，光谱纯。
- 4.2.8 二氧化钛，光谱纯。
- 4.2.9 五氧化二钒，光谱纯。
- 4.2.10 四氧化三钴，光谱纯。
- 4.2.11 氧化镉，光谱纯。
- 4.2.12 三氧化二砷，光谱纯。
- 4.2.13 氧化铅，光谱纯。
- 4.2.14 三氧化二铋，光谱纯。
- 4.2.15 氧化锡，光谱纯。
- 4.2.16 三氧化二铈，光谱纯。
- 4.2.17 氧化铜，光谱纯。
- 4.2.18 三氧化二铬，光谱纯。
- 4.2.19 氧化钙，光谱纯。
- 4.2.20 三氧化钼，光谱纯。
- 4.2.21 标准样品：有效期内有效三氧化钨光谱分析标准样品。
- 4.2.22 光谱缓冲剂：将石墨碳粉（光谱纯）和碳酸锂（光谱纯）按95:5（质量比）的比例进行配制。
- 4.2.23 蔗糖溶液：称取10.00 g蔗糖（分析纯），溶于100 mL乙醇（1+1）中，装于塑料瓶中备用。
- 4.2.24 石墨电极：下电极直径为4 mm，高为7 mm，上电极为平顶锥形，锥顶截面直径为 2.5 mm。

4.3 仪器设备

- 4.3.1 直流电弧-直读光谱仪，190 nm~350 nm，波长分辨率不低于0.010 nm。
- 4.3.2 恒温干燥箱。
- 4.3.3 试验筛，孔径为0.10 mm~0.15 mm的尼龙筛网。

4.4 样品

4.4.1 钨酸铵、蓝色氧化钨、紫色氧化钨：取3 g样品置入瓷坩埚中，放入箱形电阻炉内从低温升至650 ℃，在通空气状态下保温灼烧1 h左右，取出冷却混匀。

4.4.2 钨粉、碳化钨粉、铸造碳化钨粉：取3 g样品置入瓷坩埚中，放入箱形电阻炉内从低温升至780 ℃，在通空气状态下保温灼烧2 h左右，取出冷却混匀。

4.4.3 钨条、钨丝及板材：先取样品4 g~6 g置入纯钨研钵中，捣碎研细过试验筛（4.3.3），将筛下粉末按（4.4.2）处理。

4.5 试验步骤

4.5.1 标准样品

称取 $0.4 \text{ g} \pm 0.0001 \text{ g}$ 标准样品 (4.2.21) 与 $0.2 \text{ g} \pm 0.001 \text{ g}$ 光谱缓冲剂 (4.2.22) 于玛瑙研钵中研匀或者按表 2 各元素含量 (质量分数) 在三氧化钨中加入各元素氧化物 (4.2.2~4.2.20), 配制主标样, 再用三氧化钨 (4.2.1) 稀释配制成 5 个标样, 经校正后分别称取各标样 $0.4 \text{ g} \pm 0.0001 \text{ g}$ 与 $0.2 \text{ g} \pm 0.001 \text{ g}$ 光谱缓冲剂 (4.2.22) 于玛瑙研钵中研匀。

表 2 标样配制表

标样号	各元素含量 (质量分数) %						
	Mo	Fe、Si、Ti、 V、Co、As、 Cr、Ca、Sb	Al、Mn、Mg、 Ni	Cd	Pb、Bi、Sn	Cu	
						I	II
主标样	0.486	0.2025	0.01215	0.0243	0.0225	0.0729	0.0081
一号标样	0.0006	0.00025	0.00015	0.0003	0.000025	0.00009	0.00001
二号标样	0.0018	0.00075	0.00045	0.00009	0.000075	0.00027	0.00003
三号标样	0.0054	0.00252	0.00135	0.00027	0.000225	0.000181	0.00009
四号标样	0.0162	0.00675	0.00405	0.00081	0.000675	0.00243	0.00027
五号标样	0.0486	0.02025	0.001215	0.00243	0.00225	0.00729	0.00081

注: Cu元素配制可选择I或II。

4.5.2 试料

4.5.2.1 分别称取 $0.4 \text{ g} \pm 0.0001 \text{ g}$ 样品 (4.4)、 $0.2 \text{ g} \pm 0.001 \text{ g}$ 光谱缓冲剂 (4.2.22) 于玛瑙研钵中研匀。

4.5.2.2 将试料 (4.5.2.1) 及标样 (4.5.1) 均匀地填满下电极 (4.2.24) 孔穴中, 压下 0.5 mm , 刮洁表面, 滴入 1 滴蔗糖溶液 (4.2.23), 静置 10 min 后在恒温干燥箱内于 $100 \text{ }^{\circ}\text{C} \sim 105 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥 30 min , 取出, 冷却至室温。

4.5.3 平行试验

平行做三份试验, 取平均值。

4.5.4 测定条件

根据各直读光谱仪仪器型号自行设定最佳测定条件和参数。

4.5.5 分析线选择

根据各直读光谱仪仪器型号自行选择各元素最优的分析线, 各元素推荐的分析线见附录 A。

4.5.6 测定

将下电极试样（4.5.2.2）安装到下电极夹上，上电极（4.2.24）安装到上电极夹上，按仪器设定的条件激发，仪器自动采集信号并计算结果。

4.6 试验数据处理

仪器自动采集信号，通过定量转换计算出各元素的含量，通过标样对仪器进行校正，再对结果进行处理和报表显示。计算结果小于 0.001% 表示至小数点后五位，计算结果大于等于 0.001% 表示至小数点后四位，数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

4.7 精密度

4.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 3 给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 (r)，超过重复性限 (r) 的情况不超过 5%。重复性限 (r) 按表 3 数据采用线性内插法或外延法求得。精密度数据统计结果见附录 B。

表 3 重复性限

元素	Al			As			Bi		
$w/\%$	0.00049	0.0027	0.0172	0.00074	0.0048	0.0287	0.00007	0.00048	0.0024
$r/\%$	0.001	0.0007	0.0044	0.0001	0.0012	0.0075	0.0001	0.0001	0.0007
元素	Ca			Cd			Co		
$w/\%$	0.00044	0.0026	0.0169	0.00008	0.00059	0.0027	0.00043	0.0029	0.0169
$r/\%$	0.001	0.0007	0.0014	0.00001	0.0001	0.0038	0.00001	0.0007	0.0011
元素	Cr			Cu			Fe		
$w/\%$	0.00046	0.0026	0.0163	0.00009	0.00047	0.0032	0.00050	0.0026	0.0159
$r/\%$	0.00001	0.0007	0.0014	0.00001	0.0001	0.0036	0.001	0.0007	0.0013
元素	Mg			Mn			Mo		
$w/\%$	0.00029	0.0017	0.0102	0.00040	0.0025	0.0163	0.0021	0.0135	0.0669
$r/\%$	0.00001	0.0004	0.0023	0.00001	0.0007	0.0015	0.005	0.003	0.0137
元素	Ni			Pb			Sb		
$w/\%$	0.00028	0.0014	0.0093	0.00010	0.00063	0.0038	0.00046	0.0029	0.0175
$r/\%$	0.0001	0.0004	0.0022	0.00001	0.0001	0.0035	0.0001	0.0008	0.0014
元素	Si			Sn			Ti		
$w/\%$	0.00054	0.0031	0.0158	0.00007	0.00034	0.0021	0.00044	0.0026	0.0164
$r/\%$	0.00001	0.0008	0.0014	0.00001	0.0001	0.0039	0.0001	0.0008	0.0011
元素	V			—			—		
$w/\%$	0.00044	0.0025	0.0163	—	—	—	—	—	—
$r/\%$	0.0001	0.0007	0.0012	—	—	—	—	—	—

4.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 4 给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限 (R)，超过再现性限 (R) 的情况不超过 5%。再现性限 (R) 按表 4 数据采用线性内插法或外延法求得。精密度数据统计结果见附录 B。

表 4 再现性限

元素	Al			As			Bi		
$w/\%$	0.00049	0.0027	0.0172	0.00074	0.0048	0.0287	0.00007	0.00048	0.0024

<i>R</i> /%	0.007	0.0038	0.0232	0.0011	0.0065	0.0406	0.00069	0.0006	0.0035
元素	Ca			Cd			Co		
<i>w</i> /%	0.00044	0.0026	0.0169	0.00008	0.00059	0.0027	0.00043	0.0029	0.0169
<i>R</i> /%	0.005	0.0037	0.0244	0.0001	0.0006	0.0061	0.0006	0.004	0.0244
元素	Cr			Cu			Fe		
<i>w</i> /%	0.00046	0.0026	0.0163	0.00009	0.00047	0.0032	0.00050	0.0026	0.0159
<i>R</i> /%	0.0006	0.0036	0.0234	0.0001	0.0007	0.0061	0.006	0.0038	0.0231
元素	Mg			Mn			Mo		
<i>w</i> /%	0.00029	0.0017	0.0102	0.00040	0.0025	0.0163	0.0021	0.0135	0.0669
<i>R</i> /%	0.0004	0.0023	0.016	0.0006	0.0036	0.0235	0.0026	0.0155	0.0951
元素	Ni			Pb			Sb		
<i>w</i> /%	0.00028	0.0014	0.0093	0.00010	0.00063	0.0038	0.00046	0.0029	0.0175
<i>R</i> /%	0.0003	0.0022	0.0142	0.0002	0.0009	0.0069	0.0007	0.0043	0.0253
元素	Si			Sn			Ti		
<i>w</i> /%	0.00054	0.0031	0.0158	0.00007	0.00034	0.0021	0.00044	0.0026	0.0164
<i>R</i> /%	0.0006	0.0043	0.0221	0.0001	0.0005	0.0054	0.0006	0.0038	0.0238
元素	V			-			-		
<i>w</i> /%	0.00044	0.0025	0.0163	-	-	-	-	-	-
<i>R</i> /%	0.0006	0.0036	0.0236	-	-	-	-	-	-

5 方法二：光栅摄谱法

5.1 原理

将试料转化为三氧化钨后与缓冲剂充分混匀，采用直流电弧粉末法， $\Delta P - \lg w$ 绘制标准曲线，进行光谱定量分析。

5.2 试剂或材料

- 5.2.1 三氧化钨，纯度（质量分数）大于99.995%。
- 5.2.2 三氧化二铁，光谱纯。
- 5.2.3 二氧化硅，光谱纯。
- 5.2.4 三氧化二铝，光谱纯。
- 5.2.5 二氧化锰，光谱纯。
- 5.2.6 氧化镁，光谱纯。
- 5.2.7 氧化镍，光谱纯。
- 5.2.8 二氧化钛，光谱纯。
- 5.2.9 五氧化二钒，光谱纯。
- 5.2.10 四氧化三钴，光谱纯。
- 5.2.11 氧化镉，光谱纯。
- 5.2.12 三氧化二砷，光谱纯。
- 5.2.13 氧化铅，光谱纯。
- 5.2.14 三氧化二铋，光谱纯。
- 5.2.15 氧化锡，光谱纯。
- 5.2.16 三氧化二锑，光谱纯。
- 5.2.17 氧化铜，光谱纯。
- 5.2.18 三氧化二铬，光谱纯。
- 5.2.19 氧化钙，光谱纯。
- 5.2.20 三氧化钼，光谱纯。
- 5.2.21 标准样品：有效期内有效三氧化钨光谱分析标准样品。
- 5.2.22 光谱缓冲剂，按表5配备。

表 5 光栅摄谱法缓冲剂

试剂名称	试剂纯度	试剂量质量分数 %
石墨碳粉		98.715

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/215204231034012003>