

Analysis and Application of DV-5 DC Arc Spectrometer for Determination of Molybdenum in Tantalum

Baili Liu^{1,2,3*}, Renhui Zhang^{1,2,3}, Jiadi Zhang^{1,2,3}

¹Ningxia Dongfang Tantalum Industry Co., Ltd., Shizuishan Ningxia

²Northwest Rare Metal Special Materials State Key Laboratory, Shizuishan Ningxia

³National Tantalum and Niobium Special Metal Materials Engineering Technology Research Center, Shizuishan Ningxia

Email: *lbl20080730@163.com

Received: Apr. 25th, 2020; accepted: May 15th, 2020; published: May 22nd, 2020

Abstract

The pure tantalum and pure tantalum products are converted into oxides completely, and it was mixed with the carrier material in a certain proportion, and stimulated by the DC anode arc. The split light is developed by using the ladder grating and the prism dispersion system. The selected spectral line is received by the detector, and the data are converted and processed by a computer. The DC arc spectroscopy was used to determine the molybdenum element in tantalum, and the linear range of the method was 5 - 440 µg/g, and an operation instruction was established, this method can fully meet the needs of speed and accuracy during the production process analysis.

Keywords

DV-5, DC Arc Spectrometer, Ta, Mo

DV-5直流电弧光谱仪测定钽中钼分析应用

刘百利^{1,2,3*}, 张仁惠^{1,2,3}, 张佳迪^{1,2,3}

¹宁夏东方钽业股份有限公司, 宁夏 石嘴山

²西北稀有金属特种材料国家重点实验室, 宁夏 石嘴山

³国家钽铌特种金属材料工程技术研究中心, 宁夏 石嘴山

Email: *lbl20080730@163.com

收稿日期: 2020年4月25日; 录用日期: 2020年5月15日; 发布日期: 2020年5月22日

*通讯作者。

摘要

将纯钽及纯钽制品完全转化成氧化物，按一定比例与载体混合，直流电弧阳极激发，梯光栅和棱镜色散系统进行分光，选择特征谱线由检测器进行信号接收，由计算机进行数据转换和处理。用直流电弧光谱法测定钽中钼元素，方法线性范围5~440 $\mu\text{g/g}$ ，并建立了作业指导流程，该法可完全满足生产过程分析工作的快速和准确度需求。

关键词

DV-5, 直流电弧光谱仪, 钽, 钼

Copyright © 2020 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

直流电弧光谱法应用于金属元素钽(Ta)等元素的分析测量已有广泛报道[1] [2] [3]，虽然原子吸收或ICP 原子发射光谱仪能够很好的满足液体样品的分析要求，但是对于某些复杂的样品，很难将其消解成溶液状态，例如陶瓷和其它一些类似石墨的材料，还有一些样品，例如高纯铜和一些贵金属，消解后分析元素的含量将被稀释到检出限以下，这使得溶液状态下的检测非常困难，另外，消解过程还可能带入一些来自于化学试剂和消解过程中的污染[4]。直流电弧光谱仪可直接对粉末状、线状和屑状样品进行分析，无须消解和稀释，因此可以实现很高的灵敏度，通常对于固体材料的检出限小于1个 ppm，可快速提供定量和半定量分析，为某些固体材料和高纯金属如氧化钨、碳化硅、陶瓷等复杂样品的分析提供了最佳解决方案[4]。本研究采用固体粉末进样，先将纯钽及纯钽制品完全转化成氧化物，然后按一定比例与载体混合，再进行分析测定，克服了传统分析方法中存在的样品分解不完全、空白高、元素易挥发、稀释效应等缺点，本方法仪器操作简单，工作效率高，分析结果准确，精密度好，是具有实用性的分析方法。

2. 实验部分

2.1. 主要仪器及操作

BAIRD: 美国贝尔德公司 DV-5 直流电弧光谱仪。

电极: 光谱纯, 上电极(上顶 $\Phi 6$ mm, 下顶 $\Phi 2$ mm); 下电极($\Phi 3 \times h 4$) mm 杯型。

2.2. 主要试剂材料及要求

五氧化二钽: 大于 99.99%, 由钽粉在 $850^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$ 下灼烧制得基体。

氧化钼: 大于 99.99%。

碳粉(或石墨粉): 光谱纯。

钽内标溶液配制: 称取 0.25 g 金属钽置于小烧杯中, 加入 40 ml 王水, 钽完全溶解后移入 100 ml 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀, 此溶液 1 ml 含 2.5 g 钽。

2.3. 测定条件

摄谱仪: BAIRD DV-5 型光电直读光谱仪。

光源: Zeebac 电源电压 220 V。

电流: 18 A, 直流电弧阳极激发, 电极距离 3 mm (上 1 mm, 下 2 mm)。

曝光时间: 35 s; 相对湿度: 20%~75%; 温度: 20°C~28°C。

钼元素分析线波长 281.6 nm, 内标线 Ta271.4。

2.4. 标样制备

在五氧化二钽中加入计算好的氧化钼的量, 制备成主标样, 用基体逐步稀释成所需标样系列, 标样系列按样品与载体 3:1 比例配制。把此标样放入研钵中磨制, 磨匀后装入下电极中, 以备摄谱[5]。

2.5. 工作曲线绘制

依次激发标样, 计算机依据光强 - 浓度关系绘制工作曲线。绘制的工作曲线见图 1。

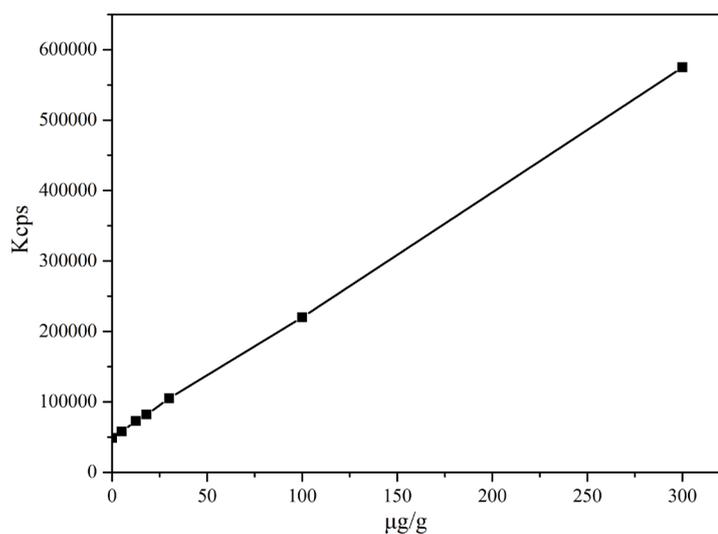


Figure 1. Working curve of molybdenum in tantalum
图 1. 钽中钼工作曲线

3. 实验结果与讨论

3.1. 结果对照(见表 1)

Table 1. Comparison of two test methods

表 1. 两种方法对照试验(μg/g)

样品编号	JY 仪器	DV-5 光电直读光谱仪
W500-SM1189	5.0	5.0
W230-DP190506	4.0	4.0
W80-XY190507	3.0	3.0
W150-XY19014	4.0	4.0
W100K-SM190520	3.0	3.0

由以上数据看出两种方法测定数据吻合度较好, 表明该法的准确度较高。

3.2. 精密度实验

对 5 $\mu\text{g/g}$ 的标准样品连续测定 11 次, 测定结果见表 2。

Table 2. Precision test

表 2. 精密度试验

元素	样品名称	测定结果/ $\mu\text{g/g}$	均值	S	RSD%
Mo	5 $\mu\text{g/g}$	4.8, 4.6, 4.8, 5.0, 4.7, 4.8, 5.0, 5.1, 4.6, 4.7, 4.9	4.8	0.16	3.33

从数据看出, 钼中 Mo 元素的测定结果精密度可以满足要求。

3.3. 加标回收实验

称取几份钼中钼样品, 在样品中加入一定量的钼标, 进行样品的处理和分析, 其回收率如表 3 所示。

Table 3. Statistics of the results of the spike recovery experiment

表 3. 加标回收实验结果统计

元素	加标量 ($\mu\text{g/g}$)	测得量($\mu\text{g/g}$)		回收率(%)	加标量 (μg)	测得量($\mu\text{g/g}$)		回收率 (%)
		样-1	样-1 + 标			样-2	样-2 + 标	
Mo	5.0	9.8	15.1	106	10.0	14.7	24.3	96

从上表看出, Mo 元素的加标回收率在 96%~106%之间, 准确度好。

3.4. 方法的检出限及测定下限确定

多次测定基体空白, 并根据仪器的性能、基体空白、实验干扰情况综合考虑, 决定实际的测定下限, 结果见表 4。

Table 4. Limit of detection and limit of determination

表 4. 检出限及测定下限

设备	元素	基体空白($\mu\text{g/g}$)	方法检出限($\mu\text{g/g}$)	测定下限($\mu\text{g/g}$)
DV-5 直流电弧光谱仪	Mo	1.8 2.2 1.7 1.5 2.0 2.3 1.6 1.4 2.0 1.5 1.4	1.0	3.20

4. 结论

通过探索基体匹配以及实验不同设备在测定钼中钼元素测定下限的方式方法研究, 建立了 DV-5 型光电直读光谱仪测定钼中钼元素测定下限的方法。经过对样品分析表明, 杂质元素的加标回收率在 96%~106%, $\text{RSD} < 4.18\%$, 准确度和精密度好, 能够满足分析需求, 可达到分析目标。

参考文献

- [1] 张仁惠. 直流电弧发射光谱法测定铌及钨合金中钼含量[J]. 材料开发与应用, 2017, 32(6):17-21.
- [2] 伏军胜, 张仁惠, 李继宏. 直流电弧光谱法测定纯铌及铌制品中砷铋铅锑锡[J]. 冶金分析, 2015, 35(8): 66-70.
- [3] 张永龙, 李亚琴, 王小平. 直流电弧原子发射光谱法测定铌及钨合金中钨含量[J]. 材料开发与应用, 2018, 33(4): 39-42.

-
- [4] 王飞. Prodigy DC ARC 直流电弧光谱仪——固体材料及高纯金属分析的最佳选择[C]//北京理化分析测试技术学会 2010 年北京光谱学术年会. 北京: 北京理化分析测试技术学会, 2010: 20-21.
- [5] 李继宏, 张俊峰, 张国军. Prodigy DC Arc 直流电弧光谱仪在铌中钨元素分析中的应用[J]. 材料开发与应用, 2015, 30(3): 81-83.