

J.E.N. 187-DQ/I 63

# Análisis espectrográfico de aleaciones uranio-molibdeno

autor  
Miguel Roca

MADRID, 196

Toda correspondencia en relación con este trabajo debe dirigirse al Servicio de Documentación Biblioteca y Publicaciones, Junta de Energía Nuclear, Ciudad Universitaria, Madrid - 3, ESPAÑA.

Las solicitudes de ejemplares deben dirigirse a este mismo Servicio.

Las publicaciones señaladas con la signatura /I pertenecen a la categoría a, "Memorias Científicas Originales"; las señaladas con la signatura /N pertenecen a la categoría b, "Publicaciones Provisionales o Notas Iniciales"; y los señalados con las signaturas /C, /CM, /B, /Conf. pertenecen a la categoría c, "Estudios Recapitulativos" de acuerdo con la recomendación GC/VII/RES/150 del OIEA, y la UNESCO/NS/177

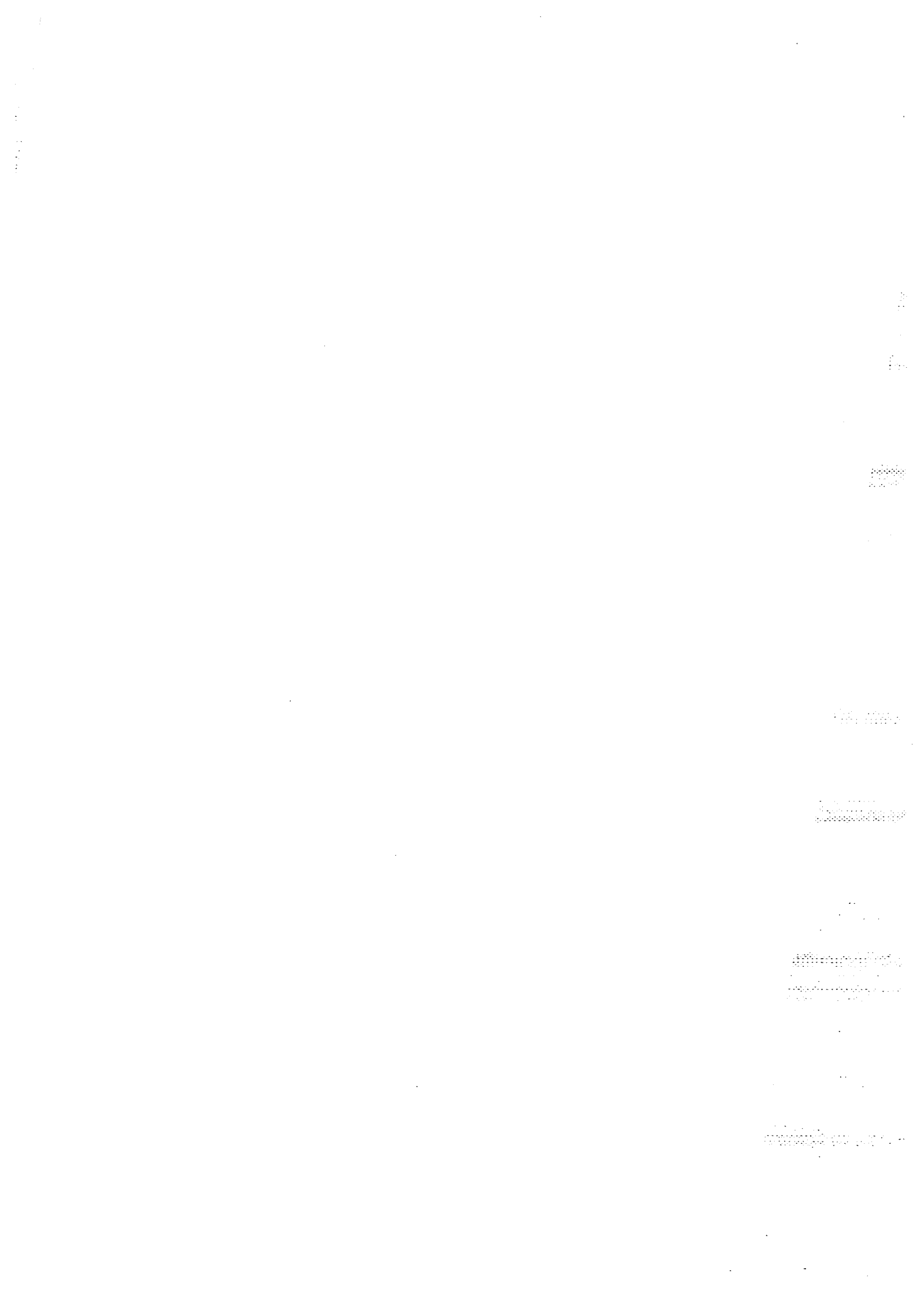
Se autoriza la reproducción de los resúmenes analíticos que aparecen en esta publicación.

Este trabajo se ha recibido para su publicación en Enero de 1.967.

Depósito legal nº M. 20060 - 1.967.

I N D I C E

	Págs.
1. INTRODUCCION	1
2. APARATOS	2
3. PARTE EXPERIMENTAL	2
BIBLIOGRAFIA	7



## ANALISIS ESPECTROGRAFICO DE ALEACIONES URANIO-MOLIBDENO

Por

MIGUEL ROCA<sup>⊗</sup>

## 1. INTRODUCCION

En buen número de reactores nucleares de potencia van adquiriendo gran popularidad como elementos combustibles diferentes aleaciones de uranio, y entre ellas tienen especial interés las aleaciones uranio-molibdeno. La División de Metalurgia de la Junta de Energía Nuclear tiene en estudio este tipo de aleaciones, y ello lleva consigo la necesidad de disponer de métodos de análisis que permitan la determinación de impurezas y del elemento aleado. Los elementos que interesa determinar como impurezas son los siguientes: Al, Ca, Cr, Fe, Ni y Si, en concentraciones inferiores a 1.000 ppm, bastando la exactitud alcanzada con el empleo de métodos semicuantitativos. En cambio, para la determinación del molibdeno, en concentraciones comprendidas en los intervalos 0,1-1 y 3-10 por ciento, es necesario disponer de métodos rigurosamente cuantitativos.

Barker y colaboradores describen un método espectrográfico de determinación de impurezas en este tipo de aleaciones con un contenido de 7,5 por ciento de molibdeno (1): hacen uso para ello de la técnica de destilación fraccionada con portador (2), empleada para la determinación de impurezas en uranio, pero utilizando como portador, en lugar de óxido de galio, una mezcla de grafito y de dicho compuesto. De esa forma se obtienen los espectros de las impurezas prácticamente libres de los espectros del uranio y del molibdeno. Las muestras se convierten previamente en óxidos en lugar de mediante calcinación directa, que frecuentemente resulta incompleta, mediante disolución en ácido nítrico, seguida de evaporación y calcinación a 850 °C. Hemos utilizado esta técnica, pero, dado el intervalo grande de concentraciones de molibdeno en las muestras a analizar, se ha estudiado la influencia del contenido de dicho elemento aleado sobre los resultados de las determinaciones de las diferentes impurezas. Como consecuencia de este estudio, hemos preparado los patrones con una base única de  $U_3O_8$  y  $MoO_3$  conteniendo 0,6 por ciento de este último compuesto, que sirve para la determinación semicuantitativa de Al, Cr, Fe, Ni y Si en muestras con un contenido desde 0 hasta 10 por

<sup>⊗</sup> División de Química

ciento de molibdeno. Para la determinación del calcio, elemento que por su pequeña volatilidad no es determinable mediante destilación fraccionada, hemos utilizado una técnica de combustión total, siendo necesaria la utilización de dos lotes de patrones con un contenido de  $\text{MoO}_3$  de 0,6 y 7,5 por ciento respectivamente.

En cuanto a la determinación cuantitativa del elemento aleado molibdeno, solamente hemos encontrado en la bibliografía un método espectrográfico (3), que utiliza patrones metálicos analizados por vía colorimétrica, una técnica de punto a plano y uranio como patrón interno. Este método, aparte de que requiere disponer de muestras patrón metálicas no asequibles en nuestro caso, presenta el inconveniente, indicado por el propio autor, de la posible falta de homogeneidad de las muestras debida a segregaciones. En vista de ello hemos optado por la conversión de las aleaciones en óxidos, que, diluidos con polvo de grafito en la relación 1:9, se excitan mediante arco de corriente continua de 10 amperios colocados en un ánodo de grafito; como patrón interno se emplea el cobalto. Dada la posibilidad de pérdidas de molibdeno durante el proceso de transformación de las muestras, hemos estudiado cuidadosamente la normalización de dicho proceso, de forma que el uranio pase cuantitativamente a  $\text{U}_3\text{O}_8$  sin que tengan lugar pérdidas de molibdeno.

## 2. APARATOS

Espectrógrafo Hilger automático de cuarzo, de gran dispersión, tipo Littrow.

Unidad generadora "Varisource", de la firma Jarrell Ash Co.

Microfotómetro comparador Hilger, modelo JACO, tipo L. 90.

Equipo revelador Jarrell Ash "Photoprocessor", con regulación automática de temperatura.

Homogeneizadores vibradores "Wig-L-Bug".

## 3. PARTE EXPERIMENTAL

### 3.1 DETERMINACION DE IMPUREZAS

#### 3.1.1. Ensayos previos.

Con el fin de conocer la influencia del molibdeno sobre la determinación semicuantitativa de las diferentes impurezas, se han preparado seis muestras conteniendo todas ellas 100 ppm de Al, Cr, Fe, Ni, y Si, y respectivamente 0, 0,6, 1,2, 3, 7,5 y 12 por ciento de  $\text{MoO}_3$  en una base de  $\text{U}_3\text{O}_8$ . Realizando la excitación de las mismas diez veces, en las condiciones indicadas más adelante (apartado 3.1.2), y fotometrando las líneas analíticas correspondientes, se han obtenido los valores medios de las intensidades de línea más fondo que se indican en la Tabla I.

## T A B L A I

Variación de las intensidades de línea más fondo al variar la concentración de trióxido de molibdeno

Elemento	% MoO <sub>3</sub>					
	0	0,6	1,2	3	7,5	12
Al	0,91	1,12	1,26	1,22	1,25	1,23
Cr	3,70	5,04	5,27	5,09	4,08	3,52
Fe	1,26	1,75	2,04	1,78	1,35	1,17
Ni	7,21	10,58	12,70	10,08	8,02	7,11
Si	18,4	18,3	22,4	21,4	18,9	15,2

En la figura 1 se representan los logaritmos de dichas intensidades frente a las concentraciones de MoO<sub>3</sub>. Se observa que las diferentes curvas presentan un máximo correspondientes a 1,2 por ciento de MoO<sub>3</sub>. Hemos comprobado que estas variaciones no son atribuibles a variaciones en las intensidades del fondo; por tanto, para dicha concentración de MoO<sub>3</sub> tiene lugar una intensificación de los espectros de las impurezas en las condiciones de trabajo.

De la Tabla I se deduce que, si utilizamos para la realización de los análisis patrones conteniendo 0,6 por ciento de MoO<sub>3</sub>, las variaciones en el intervalo de 0 a 12 por ciento de MoO<sub>3</sub> son inferiores al 33,3 por ciento (1/3) para todos los elementos considerados, perfectamente de acuerdo con la exactitud requerida.

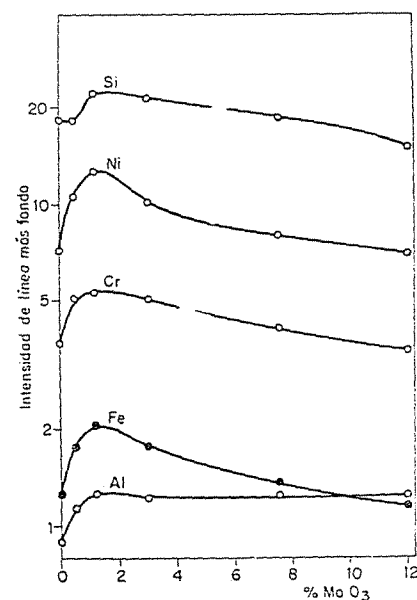


Fig. 1.—Variación de las intensidades de línea más fondo al variar la concentración de MoO<sub>3</sub>.

Para la determinación del calcio, elemento que no puede determinarse mediante destilación fraccionada, se ha utilizado una técnica de combustión total. Un estudio semejante al anterior, realizado en estas condiciones,

ha mostrado la necesidad de emplear dos series de patrones conteniendo 0,6 y 7,5 por ciento de  $\text{MoO}_3$  para los intervalos 0-1,2 y 3-12 por ciento de  $\text{MoO}_3$  respectivamente.

### 3.1.2. Obtención de las placas patrón

Mezclando convenientemente  $\text{MoO}_3$  y  $\text{U}_3\text{O}_8$  se han preparado dos bases conteniendo 0,6 y 7,5 por ciento de  $\text{MoO}_3$ . Mediante adición a la primera de ellas de soluciones valoradas en medio nítrico de las impurezas (excepto el  $\text{SiO}_2$  que añade sólido), y por diluciones sucesivas, se ha preparado una serie de patrones que contienen 1.000, 300, 100, 30, 10, 3, 0 ppm de Al, Ca, Cr, Fe, Ni y Si. Añadiendo a la segunda base una solución valorada de calcio en medio nítrico, se ha preparado de modo semejante una serie de patrones conteniendo concentraciones de calcio iguales a las de la serie primera.

Los diferentes patrones se han mezclado con 10 por ciento de polvo de grafito y 5 por ciento de óxido de galio. Todos los productos empleados son de pureza espectral: grafito Ultra Carbon,  $\text{U}_3\text{O}_8$  preparado a partir de nitrato de uranilo de pureza nuclear y productos Johnson Matthey los restantes.

La excitación se lleva a cabo mediante arco de corriente continua de 14 amperios para el grupo general y de 7 amperios para la determinación de calcio, siendo los correspondientes tiempos de exposición 43 y 30 segundos, con un tiempo de preexposición de 7 segundos en el primer caso; estos valores se han deducido de un estudio previo mediante la técnica de la placa móvil y teniendo en cuenta la tendencia a pasar uranio a la zona de descarga después de 50 segundos de iniciado el arco. Para el grupo general los electrodos y cantidad de muestra empleados son los indicados por Scribner y Mullin (2), empleándose para la determinación del calcio electrodos de grafito de 6,35 mm de diámetro con cráter de 5 mm de diámetro y 1,5 mm de profundidad, siendo la cantidad de muestra 3 mg.

Las placas utilizadas son Eastman Kodak S. A. nº 1, empleándose iluminación con formación de imagen sobre la lente colimadora del espectrógrafo y colocando frente a la rendija un filtro de dos escalones de transmisiones 10-100 por ciento.

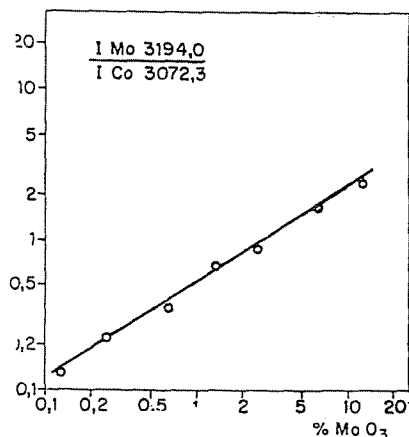


Fig. 2.—Curva de trabajo del molibdeno.

En la Tabla II se indican las líneas espectrales utilizadas, la porción del filtro empleada en cada caso y los límites de sensibilidad; en el caso de los elementos Ca y Si dicho límite viene determinado por impureza residual en el blanco.

Es conocido el hecho de que con destilación fraccionada y óxido de galio como



portador no se consiguen buenos resultados en la determinación de aluminio (4), lo que ha dado origen al desarrollo de un método con empleo de fluoruro sódico en pulgar de óxido de galio (5). Para conocer la bondad de la mezcla de óxido de galio más grafito como portador, hemos comparado los resultados obtenidos al analizar varias muestras mediante destilación fraccionada y mediante combustión total. La buena concordancia obtenida demuestra la idoneidad del empleo de dicha mezcla como portador para determinaciones de aluminio.

T A B L A II

Línea	Posición del filtro	Sensibilidad (ppm)
Al 3082, 2	10 %	3
Ca 3933, 7	10 %	30
Cr 2843, 3	10-100 %	3
Fe 2599, 4	10-100 %	3
Ni 3050, 8	10-100 %	3
Si 2881, 6	10 %	30

### 3.2. DETERMINACION DE MOLIBDENO

#### 3.2.1. Ensayos previos

Se han estudiado detenidamente las condiciones de transformación de las muestras metálicas en óxidos, de forma que no se produzcan pérdidas de molibdeno y la transformación del uranio en  $U_3O_8$  sea completa. Después de una serie de ensayos a diferentes temperaturas, llevados a cabo con muestras de molibdeno y uranio metálicos y con aleaciones uranio-molibdeno, se ha demostrado que, disolviendo las muestras en  $NO_3H$  1 : 1, evaporando a sequedad y calcinando en una mufla a  $550^\circ C$ , se consiguen ambos objetivos.

Se ha ensayado también la proporción de grafito más adecuada para la dilución de las muestras de óxidos, teniendo en cuenta la mayor sensibilidad conseguida cuanto menor es el factor de dilución y la menor interferencia del espectro del uranio que lleva consigo un factor mayor: se ha seleccionado como más conveniente un factor de dilución de 10.

Como patrón interno se ha escogido el cobalto, elemento cuyo potencial de ionización es muy parecido al del molibdeno y la volatilidad de cuyo óxido es semejante a la del molibdeno en el arco de grafito (formación de carburo de molibdeno refractario), no encontrándose presente además en las muestras a analizar; se ha fijado como concentración más conveniente la de 0,5 por ciento de  $\text{Co}_3\text{O}_4$  en el grafito añadido.

### 3.2.2. Obtención de la curva de trabajo.

Los patrones se han preparado mezclando en proporciones adecuadas  $\text{MoO}_3$  y  $\text{U}_3\text{O}_8$ . Sus concentraciones equivalen a 10, 5, 2, 1, 0,5, 0,2, 0,1 y 0 por ciento de molibdeno en las muestras originales. Cada patrón se ha mezclado en la relación 1:9 con polvo de grafito "Ultra Carbon" conteniendo 0,5 por ciento de  $\text{Co}_3\text{O}_4$ . Las operaciones de mezcla se han realizado en mortero de ágata y en homogeneizador "Wig-o-Bug" y se han empleado productos de pureza espectral Johnson Matthey, excepto el  $\text{U}_3\text{O}_8$  de gran pureza preparado a partir de nitrato de uranilo.

La excitación se ha llevado a cabo mediante arco de corriente continua de 10 amperios, con un tiempo de exposición, deducido de un estudio previo de variación de intensidad de las líneas con el tiempo, de 45 segundos. La cantidad de muestra es de 5 mg, colocados en el cráter, de 5 mm de diámetro y 1,5 mm de profundidad, de un electrodo de grafito de 6,35 mm de diámetro, con soporte y contraelectrodo de grafito de 3,18 mm de diámetro. La distancia entre electrodos es de 4 mm y la polaridad de la muestra positiva. Todo el material de grafito empleado es de pureza espectral, de la firma "Ultra Carbon".

Las dimensiones de la rendija del espectrógrafo han sido las siguientes: 2 mm de longitud y 18 micras de anchura. La iluminación se realiza con formación de imagen sobre la lente colimadora y las exposiciones tienen lugar interponiendo un filtro neutro de 10 por ciento de transmisión.

Las placas usadas son Eastman Kodak, S. A., nº 1.

Las líneas fotometradas son las siguientes: Mo 3194,0 y Co 3072,3. Se calibra la emulsión mediante el empleo de un sector rotatoria de siete escalones, utilizando la función de Seidel y haciendo corrección de fondo. En la figura 2 aparece la curva de trabajo obtenida representando los logaritmos de las relaciones de intensidades entre línea analítica y línea patrón interno frente a los logaritmos de las concentraciones de  $\text{MoO}_3$ .

### 3.2.3 Precisión y exactitud.

Se ha estudiado la precisión de las determinaciones, excitando 20 veces una misma muestra conteniendo 2,5 por ciento de molibdeno. La desviación típica relativa obtenida es de  $\pm 8,0$  por ciento.

En cuanto a la exactitud del método, ha sido considerada comparando los resultados obtenidos al analizar diferentes muestras con los obtenidos por vía química. A título de ejemplo representativo, indicaremos que en una muestra cuyo análisis químico ha dado un contenido de 2,71 por ciento de molibdeno, hemos hallado una concentración de 2,68 por ciento.

#### B I B L I O G R A F I A

1. BARKER, E.R., PEPPER, C.E. y STUKENBROEKER, G.L.; U.S.A.E.C., Report TID-7568 (Pt. 1) (1958), págs. 253-7.
2. SCRIBNER, B.F. y MULLIN, H.R.; J. Research Natl. Bur. Standards, 37, 379-89 (1946).
3. PURCELL, D.H.; Appl. Spectroscopy, 15, 101-03 (1961).
4. DAY, R.A.; U.K.A.E.A., Report SCS-R-54 (1949).
5. BRIDGE, E.P., FRANKLIN, R. y MARSHALL, A.; U.K.A.E.A., Report CI-R-57 (1952).



J. E. N. 187-DQ/I 63

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.

"Análisis espectrográfico de aleaciones uranio-molibdeno".

ROCA, M. (1967) 7 pp. 2 figs. 2 Tabls. 5 refs.

Se ha desarrollado un método espectrográfico de análisis de aleaciones uranio molibdeno conteniendo hasta 10 por ciento de este último elemento.

Las impurezas Al, Cr, Fe, Ni, y Si se determinan semicuantitativamente mediante transformación de las muestras en óxidos, que se analizan mediante destilación fraccionada con óxido de galio y grafito como portadores. Como consecuencia del estudio de la influencia del molibdeno sobre las intensidades de las diferentes líneas, se utiliza una serie única de patrones que contienen 0,6 por ciento de óxido de molibdeno. Para la determinación de calcio se utiliza una técnica de combustión en ánodo con cráter poco profundo y se emplean dos series

J. E. N. 187-DQ/I 63

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.

"Análisis espectrográfico de aleaciones uranio-molibdeno".

ROCA, M. (1967) 7 pp. 2 figs. 2 tabls. 5 refs.

Se ha desarrollado un método espectrográfico de análisis de aleaciones uranio molibdeno conteniendo hasta 10 por ciento de este último elemento.

Las impurezas Al, Cr, Fe, Ni, y Si se determinan semicuantitativamente mediante transformación de las muestras en óxidos, que se analizan mediante destilación fraccionada con óxido de galio y grafito como portadores. Como consecuencia del estudio de la influencia del molibdeno sobre las intensidades de las diferentes líneas, se utiliza una serie única de patrones que contienen 0,6 por ciento de óxido de molibdeno. Para la determinación de calcio se utiliza una técnica de combustión en ánodo con cráter poco profundo y se emplean dos series

J. E. N. 187-DQ/I 63

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.

"Análisis espectrográfico de aleaciones uranio-molibdeno".

ROCA, M. (1967) 7 pp. 2 figs. 2 tabls. 5 refs.

Se ha desarrollado un método espectrográfico de análisis de aleaciones uranio molibdeno conteniendo hasta 10 por ciento de este último elemento.

Las impurezas Al, Cr, Fe, Ni, y Si se determinan semicuantitativamente mediante transformación de las muestras en óxidos, que se analizan mediante destilación fraccionada con óxido de galio y grafito como portadores. Como consecuencia del estudio de la influencia del molibdeno sobre las intensidades de las diferentes líneas, se utiliza una serie única de patrones que contiene 0,6 por ciento de óxido de molibdeno. Para la determinación de calcio se utiliza una técnica de combustión en ánodo con cráter poco profundo y se emplean dos series

J. E. N. 187-DQ/I 63

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.

"Análisis espectrográfico de aleaciones uranio-molibdeno".

ROCA, M. (1967) 7 pp. 2 figs. 2 tabls. 5 refs.

Se ha desarrollado un método espectrográfico de análisis de aleaciones uranio molibdeno conteniendo hasta 10 por ciento de este último elemento.

Las impurezas Al, Cr, Fe, Ni, y Si se determinan semicuantitativamente mediante transformación de las muestras en óxidos, que se analizan mediante destilación fraccionada con óxido de galio y grafito como portadores. Como consecuencia del estudio de la influencia del molibdeno sobre las intensidades de las diferentes líneas, se utiliza una serie única de patrones que contienen 0,6 por ciento de óxido de molibdeno. Para la determinación de calcio se utiliza una técnica de combustión en ánodo con cráter poco profundo y se emplean dos series

de patrones, que contienen respectivamente 0,6 y 7,5 por ciento de óxido de molibdeno.

El elemento aleado, molibdeno, se determina cuantitativamente transformando también las muestras en óxidos, controlando cuidadosamente la temperatura de calcinación, 550 °C, para que no se produzcan pérdidas de molibdeno y la transformación del uranio en  $U_3O_8$  sea completa: se utiliza una técnica de combustión total en arco, diluyendo las muestras con polvo de grafito en la relación 1:9, empleando el cobalto como patrón interno. La precisión es de  $\pm 8$  por ciento y los resultados obtenidos concuerdan con los hallados por vía química.

de patrones, que contienen respectivamente 0,6 y 7,5 por ciento de óxido de molibdeno.

El elemento aleado, molibdeno, se determina cuantitativamente transformando también las muestras en óxidos, controlando cuidadosamente la temperatura de calcinación, 550 °C, para que no se produzcan pérdidas de molibdeno y la transformación del uranio en  $U_3O_8$  sea completa: se utiliza una técnica de combustión total en arco, diluyendo las muestras con polvo de grafito en la relación 1:9, empleando el cobalto como patrón interno. La precisión es de  $\pm 8$  por ciento y los resultados obtenidos concuerdan con los hallados por vía química.

de patrones, que contienen respectivamente 0,6 y 7,5 por ciento de óxido de molibdeno.

El elemento aleado, molibdeno, se determina cuantitativamente transformando también las muestras en óxidos, controlando cuidadosamente la temperatura de calcinación, 550 °C, para que no se produzcan pérdidas de molibdeno y la transformación del uranio en  $U_3O_8$  sea completa: se utiliza una técnica de combustión total en arco, diluyendo las muestras con polvo de grafito en la relación 1:9, empleando el cobalto como patrón interno. La precisión es de  $\pm 8$  por ciento y los resultados obtenidos concuerdan con los hallados por vía química.

de patrones, que contienen respectivamente 0,6 y 7,5 por ciento de óxido de molibdeno.

El elemento aleado, molibdeno, se determina cuantitativamente transformando también las muestras en óxidos, controlando cuidadosamente la temperatura de calcinación, 550 °C, para que no se produzcan pérdidas de molibdeno y la transformación del uranio en  $U_3O_8$  sea completa: se utiliza una técnica de combustión total en arco, diluyendo las muestras con polvo de grafito en la relación 1:9, empleando el cobalto como patrón interno. La precisión es de  $\pm 8$  por ciento y los resultados obtenidos concuerdan con los hallados por vía química.

J. E. N. 187-DQ/I 63

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.

"Spectrographic analysis of uranium-molybdenum alloys".

ROCA, M. (1967) 7 pp. 2 figs. 2 tabs. 5 refs.

A spectrographic method of analysis has been developed for uranium-molybdenum alloys containing up to 10 % Mo.

The carrier distillation technique, with gallium oxide and graphite as carriers, is used for the semiquantitative determination of Al, Cr, Fe, Ni and Si, involving the conversion of the samples into oxides. As a consequence of the study of the influence of the molybdenum on the line intensities, it is useful to prepare only one set of standards with 0,6 % MoO<sub>3</sub>. Total burning excitation is used for calcium, employing two sets of standards with 0,6 and 7,5 % MoO<sub>3</sub>.

J. E. N. 187-DQ/I 63

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.

"Spectrographic analysis of uranium-molibdenum alloys".

ROCA, M. (1967) 7 pp. 2 figs. 2 tabs. 5 refs.

A spectrographic method of analysis has been developed for uranium-molybdenum alloys containing up to 10% Mo.

The carrier distillation technique, with gallium oxide and graphite as carriers, is used for the semiquantitative determination of Al, Cr, Fe, Ni and Si, involving the conversion of the samples into oxides. As a consequence of the study of the influence of the molybdenum on the line intensities, it is useful to prepare only one set of standards with 0,6 % MoO<sub>3</sub>. Total burning excitation is used for calcium, employing two sets of standards with 0,6 and 7,5 % MoO<sub>3</sub>.

J. E. N. 187-DQ/I 63

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.

"Spectrographic analysis of uranium-molybdenum alloys".

ROCA, M. (1967) 7 pp. 2 figs. 2 tabs. 5 refs.

A spectrographic method of analysis has been developed for uranium-molybdenum alloys containing up to 10 % Mo.

The carrier distillation technique, with gallium oxide and graphite as carriers, is used for the semiquantitative determination of Al, Cr, Fe, Ni and Si, involving the conversion of the samples into oxides. As a consequence of the study of the influence of the molybdenum on the line intensities, it is useful to prepare only one set of standards with 0,6 % MoO<sub>3</sub>. Total burning excitation is used for calcium, employing two sets of standards with 0,6 and 7,5 MoO<sub>3</sub>.

J. E. N. 187-DQ/I 63

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.

"Spectrographic analysis of uranium-molibdenum alloys".

ROCA, M. (1967) 7 pp. 2 figs. 2 tabs. 5 refs.

A spectrographic method of analysis has been developed for uranium-molybdenum alloys containing up to 10 % Mo.

The carrier distillation technique, with gallium oxide and graphite as carriers, is used for the semiquantitative determination of Al, Cr, Fe, Ni and Si, involving the conversion of the samples into oxides. As a consequence of the study of the influence of the molybdenum on the line intensities, it is useful to prepare only one set of standards with 0,6 % MoO<sub>3</sub>. Total burning excitation is used for calcium, employing two sets of standards with 0,6 and 7,5 MoO<sub>3</sub>.

A carefully controlled conversion of the samples into oxides, at 550 °C, is necessary for the quantitative determination of molybdenum, to avoid losses of Mo and to get the total conversion of the uranium into  $U_3O_8$ . The samples are diluted with graphite (1:9), using cobalt as internal standard, and d.c. arc total burning excitation. The standard deviation is  $\pm 8\%$  and the results are in good agreement with those obtained by chemical methods.

A carefully controlled conversion of the samples into oxides, at 550 °C, is necessary for the quantitative determination of molybdenum, to avoid losses of Mo and to get the total conversion of the uranium into  $U_3O_8$ . The samples are diluted with graphite (1:9), using cobalt as internal standard, and d.c. arc total burning excitation. The standard deviation is  $\pm 8\%$  and the results are in good agreement with those obtained by chemical methods.

A carefully controlled conversion of the samples into oxides, at 550 °C, is necessary for the quantitative determination of molybdenum, to avoid losses of Mo and to get the total conversion of the uranium into  $U_3O_8$ . The samples are diluted with graphite (1:9), using cobalt as internal standard, and d.c. arc total burning excitation. The standard deviation is  $\pm 8\%$  and the results are in good agreement with those obtained by chemical methods.

A carefully controlled conversion of the samples into oxides, at 550 °C, is necessary for the quantitative determination of molybdenum, to avoid losses of Mo and to get the total conversion of the uranium into  $U_3O_8$ . The samples are diluted with graphite (1:9), using cobalt as internal standard, and d.c. arc total burning excitation. The standard deviation is  $\pm 8\%$  and the results are in good agreement with those obtained by chemical methods.



J. E. N. 187-DQ/I 63

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.  
"Spectrographic analysis of uranium-molybdenum alloys".

ROCA, M. (1967) 7 pp. 2 figs. 2 tabs. 5 refs.

A spectrographic method of analysis has been developed for uranium-molybdenum alloys containing up to 10 % Mo.

The carrier distillation technique, with gallium oxide and graphite as carriers, is used for the semiquantitative determination of Al, Cr, Fe, Ni and Si, involving the conversion of the samples into oxides. As a consequence of the study of the influence of the molybdenum on the line intensities, it is useful to prepare only one set of standards with 0,6 % MoO<sub>3</sub>. Total burning excitation is used for calcium, employing two sets of standards with 0,6 and 7,5 % MoO<sub>3</sub>.

J. E. N. 187-DQ/I 63

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.  
"Spectrographic analysis of uranium-molibdenum alloys".

ROCA, M. (1967) 7 pp. 2 figs. 2 tabs. 5 refs.

A spectrographic method of analysis has been developed for uranium-molybdenum alloys containing up to 10% Mo.

The carrier distillation technique, with gallium oxide and graphite as carriers, is used for the semiquantitative determination of Al, Cr, Fe, Ni and Si, involving the conversion of the samples into oxides. As a consequence of the study of the influence of the molybdenum on the line intensities, it is useful to prepare only one set of standards with 0,6 % MoO<sub>3</sub>. Total burning excitation is used for calcium, employing two sets of standards with 0,6 and 7,5 % MoO<sub>3</sub>.

J. E. N. 187-DQ/I 63

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.  
"Spectrographic analysis of uranium-molybdenum alloys".

ROCA, M. (1967) 7 pp. 2 figs. 2 tabs. 5 refs.

A spectrographic method of analysis has been developed for uranium-molybdenum alloys containing up to 10 % Mo.

The carrier distillation technique, with gallium oxide and graphite as carriers, is used for the semiquantitative determination of Al, Cr, Fe, Ni and Si, involving the conversion of the samples into oxides. As a consequence of the study of the influence of the molybdenum on the line intensities, it is useful to prepare only one set of standards with 0,6 % MoO<sub>3</sub>. Total burning excitation is used for calcium, employing two sets of standards with 0,6 and 7,5 MoO<sub>3</sub>.

J. E. N. 187-DQ/I 63

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.  
"Spectrographic analysis of uranium-molibdenum alloys".

ROCA, M. (1967) 7 pp. 2 figs. 2 tabs. 5 refs.

A spectrographic method of analysis has been developed for uranium-molybdenum alloys containing up to 10 % Mo.

The carrier distillation technique, with gallium oxide and graphite as carriers, is used for the semiquantitative determination of Al, Cr, Fe, Ni and Si, involving the conversion of the samples into oxides. As a consequence of the study of the influence of the molybdenum on the line intensities, it is useful to prepare only one set of standards with 0,6 % MoO<sub>3</sub>. Total burning excitation is used for calcium, employing two sets of standards with 0,6 and 7,5 MoO<sub>3</sub>.

A carefully controlled conversion of the samples into oxides, at 550 °C, is necessary for the quantitative determination of molybdenum, to avoid losses of Mo and to get the total conversion of the uranium into  $U_3O_8$ . The samples are diluted with graphite (1:9), using cobalt as internal standard, and d.c. arc total burning excitation. The standard deviation is  $\pm 8\%$  and the results are in good agreement with those obtained by chemical methods.

A carefully controlled conversion of the samples into oxides, at 550 °C, is necessary for the quantitative determination of molybdenum, to avoid losses of Mo and to get the total conversion of the uranium into  $U_3O_8$ . The samples are diluted with graphite (1:9), using cobalt as internal standard, and d.c. arc total burning excitation. The standard deviation is  $\pm 8\%$  and the results are in good agreement with those obtained by chemical methods.

A carefully controlled conversion of the samples into oxides, at 550 °C, is necessary for the quantitative determination of molybdenum, to avoid losses of Mo and to get the total conversion of the uranium into  $U_3O_8$ . The samples are diluted with graphite (1:9), using cobalt as internal standard, and d.c. arc total burning excitation. The standard deviation is  $\pm 8\%$  and the results are in good agreement with those obtained by chemical methods.

A carefully controlled conversion of the samples into oxides, at 550 °C, is necessary for the quantitative determination of molybdenum, to avoid losses of Mo and to get the total conversion of the uranium into  $U_3O_8$ . The samples are diluted with graphite (1:9), using cobalt as internal standard, and d.c. arc total burning excitation. The standard deviation is  $\pm 8\%$  and the results are in good agreement with those obtained by chemical methods.