



中华人民共和国国家标准

GB/T 15076.1—2017
代替 GB/T 15076.1—1994

钽铌化学分析方法 第 1 部分：铌中钽量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of tantalum and niobium—
Part 1: Determination of tantalum content in niobium—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2017-10-14 发布

2018-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钽铌化学分析方法
第 1 部分：铌中钽量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
GB/T 15076.1—2017

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址：www.spc.org.cn

服务热线：400-168-0010

2017 年 10 月第一版

*

书号：155066·1-55313

版权专有 侵权必究

前 言

GB/T 15076《钽铌化学分析方法》分为 16 个部分：

- 第 1 部分：铌中钽量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 2 部分：钽中铌量的测定 萃取、色层分离-DSPCF 分光光度法和色层分离重量法；
- 第 3 部分：铜量的测定 四氯化碳萃取分离二乙基二硫代氨基甲酸钠分光光度法；
- 第 4 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 5 部分：钼量和钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 6 部分：钽中硅量的测定 阴离子交换分离硅钼蓝分光光度法和 4-甲基-戊酮-[2]萃取分离硅钼蓝分光光度法；
- 第 7 部分：铌中磷量的测定 4-甲基-戊酮-[2]萃取分离磷钼蓝分光光度法；
- 第 8 部分：碳量和硫量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 9 部分：钽中铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锡、铅和锆量的测定 直流电弧原子发射光谱法；
- 第 10 部分：铌中铁、镍、铬、钛、锆、铝和锰量的测定 直流电弧载体分馏原子发射光谱法；
- 第 11 部分：铌中砷、锑、铅、锡和铋量的测定 直流电弧载体分馏原子发射光谱法；
- 第 12 部分：钽中磷量的测定 乙酸乙酯萃取分离磷钼蓝分光光度法；
- 第 13 部分：氮量的测定 惰气熔融热导法；
- 第 14 部分：氧量的测定 惰气熔融红外吸收法；
- 第 15 部分：氢量的测定 惰气熔融热导法；
- 第 16 部分：钠量和钾量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分为 GB/T 15076 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 15076.1—1994《钽铌化学分析方法 铌中钽量的测定》。

本部分与 GB/T 15076.1—1994 相比，主要技术内容变化如下：

- 改变了测定方法，由分光光度法改为电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 扩大了测定范围，测定范围由 0.015%~3.0% 修改为 0.005 0%~3.00%；
- 补充了精密度与试验报告条款。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：宁夏东方钽业股份有限公司、西北稀有金属材料研究院、西部金属材料股份有限公司。

本部分主要起草人：许宁辉、杨军红、张众、王志萍、李佗、李亚琴、杨娟、郝红梅。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15076.1—1994。

钽铌化学分析方法

第 1 部分: 铌中钽量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

GB/T 15076 的本部分规定了铌中钽量的测定方法。

本部分适用于铌及氢氧化铌、氧化铌中钽量的测定。测定范围: 0.005 0%~3.00%。

2 方法提要

试料用硝酸和氢氟酸溶解,在稀酸介质中,以氩等离子体为离子化源,直接进行电感耦合等离子体原子发射光谱测定。

3 试剂和材料

除非另有说明,本部分所用试剂均为符合国家标准或行业标准的优级纯试剂,所用水为二级水。

3.1 氢氟酸($\rho=1.14$ g/mL)。

3.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.3 铌基体: $w_{\text{Nb}}\geq 99.99\%$, $w_{\text{Ta}}\leq 0.000 1\%$ 。

3.4 钽标准贮存溶液:准确称取 1.000 0 g 纯钽($w_{\text{Ta}}>99.99\%$)置于 250 mL 聚乙烯烧杯中,盖上聚乙烯盖,加入 10 mL 氢氟酸(3.1),逐滴加入 10 mL 硝酸(3.2),于 80 °C 水浴上溶解,待溶解完全后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钽。贮存于聚乙烯容量瓶中。

3.5 钽标准溶液:移取 10.00 mL 钽标准贮存溶液(3.4)于 100 mL 容量瓶中,加 2 mL 氢氟酸(3.1),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 钽。贮存于聚乙烯容量瓶中。

3.6 氩气:体积分数不小于 99.99%。

4 仪器

4.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪,配耐氢氟酸进样系统,分辨率 <0.006 nm(200 nm 处)。

4.2 推荐钽分析线为 240.063 nm。

5 试样

5.1 铌粉粒度小于 180 μm 。

5.2 氢氧化铌、氧化铌应预先在 105 °C~110 °C 烘 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

5.3 从铸锭顶部 10 cm 处至中部任一部位,用刨床去除表皮后刨屑取样,其中碎屑颗粒大小要均匀,并且颗粒要尽量小。