



中华人民共和国国家标准

GB/T 15076.2—2019
代替 GB/T 15076.2—1994

钽铌化学分析方法 第 2 部分：钽中铌量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和 色层分离重量法

Methods for chemical analysis of tantalum and niobium—
Part 2: Determination of niobium content in tantalum—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry and
stratography gravimetry

2019-12-31 发布

2020-11-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 15076《钽铌化学分析方法》分为 16 个部分：

- 第 1 部分：钽中钼量的测定 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 电感耦合等离子体原子发射光谱法和色层分离重量法；
- 第 3 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 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：硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 7 部分：钽中磷量的测定 4-甲基-戊酮-[2]萃取分离磷钼蓝分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 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：钽中铁、镍、铬、钛、锆、铝和锰量的测定 直流电弧原子发射光谱法；
- 第 11 部分：钽中砷、锑、铅、锡和铋量的测定 直流电弧原子发射光谱法；
- 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：钠量和钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分为 GB/T 15076 的第 2 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 15076.2—1994《钽铌化学分析方法 钽中铌量的测定》。本部分与 GB/T 15076.2—1994 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 改变了测定方法，由“方法 1 萃取、色层分离-DSPCF 分光光度法”修改为“方法一 电感耦合等离子体原子发射光谱法”（见第 3 章，1994 年版的第 1 篇）；
- 扩大了测定范围，方法一的测定范围由“0.001 0%~1.50%”修改为“0.001 0%~2.00%”；方法二的测定范围由“>1.50%~6.00%”修改为“>2.00%~20.00%”（见第 1 章，1994 年版的第 1 章和第 9 章）；
- 删除了引用标准（见 1994 年版的第 2 章和第 10 章）；
- 增加了样品条款（见第 2 章）；
- 增加了精密度条款（见 3.6 和 4.6）；
- 将方法二展开剂中氢氟酸和硝酸的加入量分别由“8 mL 和 4 mL”修改为“6 mL 和 6 mL”（见 4.2.8，1994 年版的 12.4）；
- 将方法二试样量按照质量分数的不同由“0.1 g”修改为“0.10 g 和 0.05 g”（见 4.4.1，1994 年版的 14.2）；
- 增加了试验报告条款（见第 5 章）。

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、广东广晟稀有金属光电新材料有限公司、西北稀有

GB/T 15076.2—2019

金属材料研究院宁夏有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、九江有色金属冶炼有限公司、广东省工业分析检测中心。

本部分主要起草人：张俊峰、黄双、于红艳、陈红、杨军红、宣宏建、刘百利、张天姣、郝文婷、吴卓葵。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 15076.2—1994。

钽铌化学分析方法

第2部分:钽中铌量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法和色层分离重量法

1 范围

GB/T 15076 的本部分规定了电感耦合等离子体原子发射光谱法和色层分离重量法测定钽中铌含量。

本部分适用于钽及氢氧化钽、氧化钽、碳化钽和氟钽酸钾中铌含量的测定。方法一 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定范围:0.001 0%~2.00%;方法二 色层分离重量法测定范围:>2.00%~20.00%。

2 样品

2.1 钽粉粒度小于 700 μm ;碳化钽粒度小于 150 μm 。

2.2 钽粉应预先在 80 $^{\circ}\text{C}$ ~150 $^{\circ}\text{C}$ 真空烘干 4 h,冷却至室温,并用复合铝箔袋真空包装;氢氧化钽和氧化钽以及氟钽酸钾应预先在 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘 2 h,置于干燥器中冷却至室温,备用。

2.3 钽锭从铸锭顶部 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。

3 方法一 电感耦合等离子体原子发射光谱法

3.1 原理

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。

3.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

3.2.1 氢氟酸($\rho=1.14\text{ g/mL}$)。

3.2.2 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。

3.2.3 金属钽($w_{\text{Ta}}\geq 99.99\%$, $w_{\text{Nb}}\leq 0.0001\%$)。

3.2.4 铌标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铌($w_{\text{Nb}}\geq 99.99\%$)于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 氢氟酸(3.2.1),滴加 10 mL 硝酸(3.2.2),低温缓慢加热溶解至清亮,冷却至室温,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 铌。贮存于聚乙烯容量瓶中。

3.2.5 铌标准溶液:移取 10.00 mL 铌标准贮存溶液(3.2.4)于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 氢氟酸(3.2.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铌。贮存于聚乙烯容量瓶中。

3.2.6 氩气(体积分数不小于 99.99%)。

3.3 仪器设备

3.3.1 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 $<0.006\text{ nm}$ (200 nm 处)。