

中华人民共和国国家标准

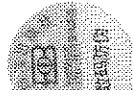
GB/T 15076.14—2008
代替 GB/T 15076.14—1994

钽铌化学分析方法 氧量的测定

Methods for chemical analysis of tantalum and niobium—Determination
of oxygen content

2008-03-31 发布

2008-09-01 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

前 言

GB/T 15076《钽铌化学分析方法》分为 16 个部分：

- GB/T 15076.1 钽铌化学分析方法 钽中钼量的测定
- GB/T 15076.2 钽铌化学分析方法 钽中铋量的测定
- GB/T 15076.3 钽铌化学分析方法 钽量的测定
- GB/T 15076.4 钽铌化学分析方法 铁量的测定
- GB/T 15076.5 钽铌化学分析方法 钼量和钨量的测定
- GB/T 15076.6 钽铌化学分析方法 钽中硅量的测定
- GB/T 15076.7 钽铌化学分析方法 钽中磷量的测定
- GB/T 15076.8 钽铌化学分析方法 碳量和硫量的测定
- GB/T 15076.9 钽铌化学分析方法 钽中铁、铬、镍、锰、钛、铜、锡、锆和铪量的测定
- GB/T 15076.10 钽铌化学分析方法 钽中铁、镍、铬、钛、锆、铝和铋量的测定
- GB/T 15076.11 钽铌化学分析方法 钽中砷、锑、铅、锡和铋量的测定
- GB/T 15076.12 钽铌化学分析方法 钽中磷量的测定
- GB/T 15076.13 钽铌化学分析方法 钽中氮量的测定
- GB/T 15076.14 钽铌化学分析方法 氧量的测定
- GB/T 15076.15 钽铌化学分析方法 氢量的测定
- GB/T 15076.16 钽铌化学分析方法 钽量和钾量的测定

本部分为第 14 部分。

本部分代替 GB/T 15076.14—1994《钽铌化学分析方法 氧量的测定》。

本部分与 GB/T 15076.14—1994 相比,主要有如下变动:

- 扩大了测定范围,测定范围由 0.005%~0.05%修改为 0.005%~1.2%;
- 补充了精密度与质量保证和控制条款;
- 对文本格式进行了重新编辑。

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归口。

本部分由宁夏东方铝业股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由宝钛集团有限公司、西部金属材料股份有限公司参加起草。

本部分主要起草人:张俊峰、路淑娟、李小莉、张卫杰、马春红。

本部分主要验证人:李剑、林颖、陈爱丽、石新层。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 15076.14—1994。

钽铌化学分析方法 氧量的测定

1 范围

本部分规定了钽、铌中氧含量的测定方法。

本部分适用于钽、铌中氧含量的测定，测定范围：0.005%~1.2%。

2 方法原理

试样在净化的氩/氦气氛下，置于高纯石墨坩埚中，以低电压大电流高温熔融，氧的化合物被还原分解。样品中释放的氧气与石墨坩埚中的碳结合形成一氧化碳和二氧化碳的混合气，经稀土氧化铜把一氧化碳转化成二氧化碳，测定的二氧化碳在红外池中进行检测。

3 材料

3.1 氦气：纯度大于99.99%。

3.2 氩气：纯度大于99.99%。

3.3 高纯镍箔或镍球：含氧量不大于0.002%。

3.4 高纯石墨。

3.5 标准物质：所用标准物质，原则上标准物质与分析样品的化学组成类似。

4 仪器

脉冲红外定量仪：仪器灵敏度不小于0.01 μg/g。

5 试样

5.1 试样规格

试样可以是块状、棒状或粉末状，其中块状、棒状颗粒大小要均匀。

5.2 制样要求

加工过程要避免样品污染，是为了防止试样表面氧化。加工好的试样不允许用手接触，防止污染。

6 分析步骤

6.1 仪器预热

仪器分析前要充分预热，使仪器的各项指标达到设定值。

6.2 仪器检漏

利用仪器检漏程序或其他辅助设备确定仪器无漏气现象。

6.3 仪器校准

用标准物质(3.5)进行校准，使分析值在标准值的允许波动范围内。

6.4 空白分析

仪器的空白值应稳定并且空白值不大于0.002%。

6.5 试样分析

6.5.1 试料

称取试样0.08 g~0.11 g，精确至0.000 1 g。

6.5.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

GB/T 15076.14—2008

6.5.3 测定

选择优化的分析条件,将称好的试料(6.5.1),用镍箱或镍囊(3.3)包好置入进样器中,由仪器自动显示出测定结果。

7 精密度

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,在以下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1数据采用线性内插法求得:

表 1

氧质量分数/%	0.048	0.199	1.17
r /%	0.005 3	0.025	0.088

注:重复性(r)为 $2.8 \times S_r$, S_r 为重复性标准差。

7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

氧质量分数/%	允许差/%
0.005~0.010	0.002
>0.010~0.025	0.003
>0.020~0.050	0.010
>0.050~0.10	0.015
>0.10~0.40	0.03
>0.40~0.70	0.06
>0.70~1.00	0.10
>1.00~1.20	0.20

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

中华人民共和国
国家标准
钽铌化学分析方法 氧量的测定

GB/T 15076.14—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

网址:www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1290 1/16 印张 0.5 字数 5 千字
2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷

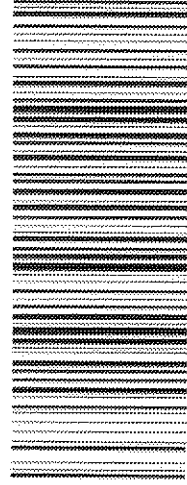
*

书号:155056·1-31461 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 15076.14-2008