



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 15076.16—2008

## 钽铌化学分析方法 钠量和钾量的测定

Methods for chemical analysis of tantalum and niobium—  
Determination of sodium and potassium contents

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 铌中钽量的测定
- GB/T 15076.2 钽铌化学分析方法 钽中铌量的测定
- GB/T 15076.3 钽铌化学分析方法 铜量的测定
- 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 铌中磷量的测定
- 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、铝、铜、锡、铅和锆量的测定
- GB/T 15076.10 钽铌化学分析方法 铌中铁、镍、铬、钛、锆、铝和锰量的测定
- GB/T 15076.11 钽铌化学分析方法 铌中砷、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 钠量和钾量的测定

本部分为第 16 部分。

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。

本部分方法 1 由宁夏东方钽业股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分方法 1 由九江有色金属冶炼厂和从化钽铌冶炼厂参加起草。

本部分方法 1 主要起草人：郝红梅、刘刚、张俊峰、张江峰、黄双。

本部分方法 1 主要验证人：邓延安、房群。

本部分方法 2 由九江有色金属冶炼厂负责起草。

本部分方法 2 由北京有色金属研究总院和从化钽铌冶炼厂参加起草。

本部分方法 2 主要起草人：王静、刘世毅、刘英、黄双。

本部分方法 2 主要验证人：刘红。

测量范围重叠时以方法 1 作为仲裁方法。

# 钽铌化学分析方法

## 钠量和钾量的测定

### 方法 1 火焰原子吸收光谱法

#### 1 范围

本方法规定了钽中钠含量和钾含量的测定方法。

本方法适用于钽中钠含量和钾含量的测定。测量范围： $\geq 0.000 5\%$ ~ $0.020\%$ 。

#### 2 方法原理

试料以氢氟酸、硝酸溶解，在稀硝酸介质中，以三氯化铝掩蔽氟，于原子吸收光谱仪波长 766.5 nm、589.0 nm 处，使用空气-乙炔火焰，分别测量钾、钠的吸光度。

#### 3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

3.1 氢氟酸( $\rho 1.14$  g/mL), MOS 级。

3.2 硝酸( $\rho 1.42$  g/mL), MOS 级。

3.3 钽基体(钽含量不小于 99.99%，钾含量不大于 0.000 1%，钠含量不大于 0.000 1%)。

3.4 三氯化铝溶液(77 g/L):称取 14 g 结晶三氯化铝( $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )(钾含量不大于 0.000 1%，钠含量不大于 0.000 1%)于 200 mL 烧杯中，加 60 mL 纯水溶解后，用水稀释至 100 mL。

3.5 钠标准贮存溶液:准确称取 2.542 1 g 基准氯化钠(预先在 450 °C~500 °C 的马弗炉中灼烧到无爆裂声)置于 300 mL 聚乙烯烧杯中，加水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 1 mg 钠。

3.6 钠标准溶液:移取 20.00 mL 钠标准贮存溶液于 200 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀，贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  钠。

3.7 钾标准贮存溶液:准确称取 1.906 8 g 优级纯氯化钾(预先在 450 °C~500 °C 的马弗炉中灼烧到无爆裂声)于 300 mL 聚乙烯烧杯中，加水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 1 mg 钾。

3.8 钾标准溶液:移取 20.00 mL 钾标准贮存溶液于 200 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀，贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  钾。

3.9 钠、钾混合标准溶液:分别移取钠标准溶液(3.6)和钾标准溶液(3.8)各 10.00 mL 至 200 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀，贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 5  $\mu\text{g}$  钠和 5  $\mu\text{g}$  钾。

#### 4 仪器

原子吸收光谱仪，附钠、钾空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用。

——特征浓度:在与测量溶液基体相一致的溶液中，钠和钾的特征浓度分别不大于 0.018 6  $\mu\text{g}/\text{mL}$  和 0.035 5  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.5%；用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过最高

浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线的线性:将工作曲线按浓度等分成 5 段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.7。

5 试样

试样可以是块状、碎屑或粉末状,其中块状、碎屑颗粒大小要均匀,并且颗粒要尽量小。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

钠、钾质量分数/%	试料/g	钠、钾混合标准溶液(3.9)加入量/mL
0.000 5~0.004 0	0.200	0.00,0.25,0.50,1.00,2.00
>0.004 0~0.020	0.100	0.00,0.50,1.50,2.50,4.00

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 30 mL 铂坩埚中,以少许水湿润,加入 1 mL 氢氟酸(3.1),待剧烈反应停止后,滴加 3~9 滴硝酸(3.2),于低温电炉上加热至溶解完全,并蒸发浓缩体积至 0.2 mL~0.4 mL,取下冷却。

6.4.2 加入 0.5 mL 硝酸(3.2)和 2 mL 三氯化铝溶液(3.4)。

6.4.3 将试液移入 25 mL 塑料容量瓶中,用少量水洗涂铂坩埚 3~4 次,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.4 使用空气-乙炔化学计量火焰,于原子吸收光谱仪相应波长处,以水调零,与系列标准溶液平行,分别测量钠、钾的吸光度,减去随同试料空白试验的吸光度。从工作曲线上分别查出相应的钠和钾的浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 按表 1 称取 5 份钽基体(3.3)分别置于 30 mL 铂坩埚中,按表 1 分别加入不同量的钠、钾混合标准溶液(3.9),以下步骤按 6.4.1 至 6.4.3 操作。

6.5.2 在与测量试液(6.4.4)相同条件下,以水调零,测量系列标准溶液的吸光度,减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度,分别以钾和钠浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

钾、钠含量以钠(Na)、钾(K)的质量分数  $w_x$  计,数值以%计,按式(1)计算:

$$w_x = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V \times 10^{-5}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$\rho_1$ ——从工作曲线上查得测量溶液中元素的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$\rho_0$ ——从工作曲线上查得空白溶液中元素的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V$ ——试液体积,单位为毫升(mL);

$m_0$ ——试料质量,单位为克(g)。

## 8 精密度

### 8.1 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2数据采用线性内插法求得:

表 2

钠质量分数/%	0.000 50	0.005 04	0.016 1
$r$ /%	0.000 10	0.000 43	0.001 1
钾质量分数/%	0.000 54	0.004 79	0.017 0
$r$ /%	0.000 10	0.000 47	0.001 0
注:重复性限( $r$ )为 $2.8 \times S_r$ , $S_r$ 为重复性标准差。			

### 8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表3所列允许差。

表 3

钠、钾质量分数/%	允许差/%
0.000 5~0.001 0	0.000 3
>0.001 0~0.003 0	0.000 4
>0.003 0~0.008 0	0.001
>0.008~0.02	0.002

## 9 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。

### 方法 2 电感耦合等离子体质谱法

## 10 范围

本方法规定了钽、铌中钠含量和钾含量的测定方法。

本方法适用于钽、铌中钠含量和钾含量的测定。测定范围:0.000 1%~0.002 0%。

## 11 方法原理

试料用硝酸、氢氟酸溶解,在稀酸介质中,以氩等离子体光源离子化,进行质谱测定。元素质量数为 23,钾为 39。

## 12 试剂和材料

12.1 氢氟酸( $\rho$ 1.14 g/mL)BV Ⅲ级。

12.2 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)BV Ⅲ级。

12.3 超纯水(电阻率为 18.3 M $\Omega$ ·cm)。

12.4 钠标准贮存溶液:称取 2.542 1 g 优级纯氯化钠(预先在 450℃~500℃的马弗炉中灼烧至无爆裂声)于 200 mL 烧杯中,用适量超纯水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用超纯水稀释至刻度,混匀。此溶

液含钠 1 mg/mL。

12.5 钾标准贮存溶液:称取 1.906 8 g 优级纯氯化钾(预先在 450℃~500℃的马弗炉中灼烧至无爆裂声)于 200 mL 烧杯中,用适量超纯水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用超纯水稀释至刻度,混匀。此溶液含钾 1 mg/mL。

12.6 钠、钾混合标准溶液:

12.6.1 分别移取 12.4 和 12.5 所述标准贮存溶液各 1 mL 至 100 mL 容量瓶内,以超纯水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 钠、10 μg 钾。

12.6.2 移取 12.6.1 所述混合标准溶液 1 mL 至 100 mL 容量瓶内,以超纯水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 ng 钠、100 ng 钾。

12.7 氩气(纯度≥99.999%)。

### 13 仪器设备

具有冷焰或反应碰撞池的电感耦合等离子体质谱仪。

### 14 试样

氧化物试样或钽粉试样,经烘干后,冷却至室温,取样后立即称量。

钽片或钽丝等试样,用四氯化碳清洗后,再用纯水洗净、烘干,冷却至室温,取样后立即称量。

### 15 分析步骤

#### 15.1 试料

称取处理的试样 0.250 g,精确至 0.000 1 g。

#### 15.2 测定次数

称取两份试料,进行平行测定,取其平均值。

#### 15.3 空白试验

随同试料做空白试验。

#### 15.4 分析试液的制备

15.4.1 将试料(15.1)置于聚四氟乙烯坩埚内,加 2 mL 氢氟酸(12.1)、1 mL 硝酸(12.2),低温加热至完全溶解,或通过微波消解设备完全溶解。冷却后移入 50 mL 洁净的 PET 瓶中,用超纯水(12.3)稀释至刻度,混匀。

15.4.2 移取 2.50 mL 试液(15.4.1)于 50 mL 洁净的 PET 瓶中,用超纯水(12.3)稀释至刻度,混匀。

#### 15.5 标准溶液的配制

称取钠、钾含量较低的试样 0.250 g,加 2 mL 氢氟酸(12.1)、1 mL 硝酸(12.2),低温加热至完全溶解,或通过微波消解设备完全溶解。冷却后移入 50 mL 洁净的 PET 瓶中,用超纯水(12.3)稀释至刻度,混匀。再分取 2.5 mL 该试液四份于四个 50 mL 洁净的 PET 瓶中,分别加入 0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL 钠、钾混合标准溶液(12.6.2),用超纯水(12.3)稀释至刻度,混匀,使其成为 0.0 ng/mL、2.0 ng/mL、4.0 ng/mL、6.0 ng/mL 的钠、钾系列标准溶液,待用。

#### 15.6 测定

将空白试验(15.3)溶液、分析试液(15.4.2)与钠、钾系列标准溶液(15.5)引入仪器,进行氩等离子体质谱测定。其中测量元素同位素质量数如下:

钠:同位素质量数 Na 23。

钾:同位素质量数 K 39。

### 16 分析结果的计算

把钠、钾系列标准溶液的浓度按顺序输入计算机,用标准加入法进行校正、转换、计算,并输出空白

试验(15.3)溶液、分析试液(15.4.2)中待测元素的浓度。

钾、钠含量以钾(K)、钠(Na)的质量分数  $w_x$  计,数值以%计,按式(2)计算:

$$w_x = \frac{(\rho - \rho_0) \times V_2 \times V_0 \times 10^{-9}}{m \times V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$\rho$ ——计算机输出的分析试液(15.4.2)中钠、钾元素的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL)。

$\rho_0$ ——计算机输出的空白试验(15.3)溶液中钠、钾元素的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL)。

$V_0$ ——试液总体积,单位为毫升(mL)。

$V_1$ ——分取试液(15.4.1)的体积,单位为毫升(mL)。

$V_2$ ——分析试液(15.4.2)的体积,单位为毫升(mL)。

$m$ ——试料的质量,单位为克(g)。

17 精密度

17.1 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4数据采用线性内插法求得。

表 4

元 素	质量分数/%	$r$ /%
钠	0.000 242	0.000 002 23
	0.000 853	0.000 032 7
	0.001 48	0.000 046 6
钾	0.000 668	0.000 023 4
	0.001 081	0.000 034 8
	0.001 947	0.000 079 0

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

17.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表5所列允许差。

表 5

钠、钾质量分数/%	允许差/%
0.000 1~0.000 3	0.000 1
>0.000 3~0.000 5	0.000 2
>0.000 5~0.001 0	0.000 3
>0.001 0~0.002 0	0.000 4

18 质量保证和控制

每次测试前应该使用调谐溶液(采购),对仪器进行校核,以检验分析方法的有效性。当过程失控时,应该找出失控原因,纠正错误,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  
钠量和钾量的测定  
GB/T 15076.16—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](http://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

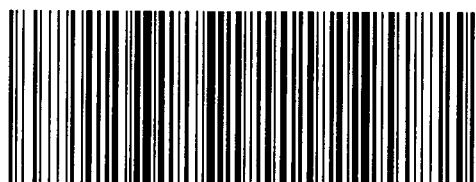
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字  
2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-31463 定价 14.00 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 15076.16-2008