ICS 77.120.10

H 12



**中华人民共和国国家标准**

GB/T 20975.37—201x

铝及铝合金化学分析方法

第37部分：铌含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—

Part 37：Determination of niobium content

（审定稿）

201X-XX-XX 发布 201X-XX-XX 实施

 发 布

**国家市场监督管理总局**

**中国国家标准化管理委员会**

1. 前 言

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为37部分：

——第1部分：汞含量的测定

——第2部分：砷含量的测定

——第3部分：铜含量的测定

——第4部分：铁含量的测定

——第5部分：硅含量的测定

——第6部分：镉含量的测定

——第7部分：锰含量的测定

——第8部分：锌含量的测定

——第9部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第10部分：锡含量的测定

——第11部分：铅含量的测定

——第12部分：钛含量的测定

——第13部分：钒含量的测定

——第14部分：镍含量的测定

——第15部分：硼含量的测定

——第16部分：镁含量的测定

——第17部分：锶含量的测定

——第18部分：铬含量的测定

——第19部分：锆含量的测定

——第20部分：镓含量的测定 丁基罗丹明B分光光度法

——第21部分: 钙含量的测定

——第22部分：铍含量的测定

——第23部分：锑含量的测定

——第24部分：稀土总含量的测定

——第25部分：电感耦合等离子体原子发射光谱法

——第26部分：碳含量的测定 红外吸收法

——第27部分：铈、镧、钪含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

——第28部分：钴含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第29部分：鉬含量的测定 硫氰酸盐分光光度法

——第30部分：氢含量的测定 加热提取热导法

——第31部分: 磷含量的测定 钼蓝分光光度法

——第32部分：铋含量的测定

——第33部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第34部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第35部分：钨含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第36部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第37部分：铌含量的测定

本部分为GB/T 20975的第37部分。

本部分按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

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/TC243）归口。

本部分起草单位：国标（北京）检验认证有限公司，有色金属技术经济研究院，东北轻合金有限责任公司。

本部分主要起草人：XXX。

铝及铝合金化学分析方法

第37部分：铌含量的测定

警告—使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 20975的本部分规定了采用纸上色层分离重量法和电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铝及铝合金中铌含量的方法。

本部分适用于铝及铝合金中铌含量的测定。纸上色层分离重量法测定范围：15.00% ～90.00%；电感耦合等离子体原子发射光谱法测定范围：0.050% ～15.00%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 8005.2-2011 铝及铝合金术语 第2部分：化学分析

3 术语和定义

GB/T 20000.1-2015、GB/T 8005.2-2011界定的术语和定于适用于本文件。

4 纸上色层分离重量法

4.1 方法提要

试料用氢氟酸溶解，将溶液涂在色层纸上，以4-甲基-2-戊酮—丁酮—氢氟酸—硝酸做展开剂时，铌和钽会随展开剂移动至色层纸中上部，而其他杂质停在原处不动或移动很小以达到分离，用单宁酸溶液喷在色层纸上显色。剪下铌、钽色带，灰化、灼烧、称量，用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钽量，从而求得铌量。

4.2 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符合GB/T 6682规定的二级水。

4.2.1 氢氟酸（*ρ=*1.14g/L）。

4.2.2 硝酸（*ρ=*1.42g/L）。

4.2.3 氢氟酸(1+1)。

4.2.4 单宁酸溶液（2%）：称取2 g单宁溶解于100mL去离子水中。

4.2.5 展开剂：4-甲基-2-戊酮+丁酮+氢氟酸+硝酸（4-甲基-2-戊酮：丁酮：氢氟酸：硝酸=60：20：15：5）。

4.2.6 钽标准贮存溶液：称取0.1000g纯钽（*w*Ta≥99.9%），置于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入5mL硝酸（4.2.2）和5mL氢氟酸（4.2.1），盖上表皿，低温加热至钽完全溶解，取下，冷却至室温，移入100mL塑料容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1.0mg钽。

4.2.7 钽标准溶液：移取10.00mL钽标准贮存溶液（4.2.6）于100mL容量瓶中，加入5mL硝酸（4.2.2）和5mL氢氟酸（4.2.1），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100μg钽。

4.2.8 色层纸：层析定性滤纸，切成20cm\*26cm的长方形。

4.2.9 色层箱：直径约30cm，高约35cm的圆柱形塑料桶，附盖。

4.2.10 中和器：大干燥器筛板下盛深度1~2cm的氨水。

4.3 试样

 将试样加工成厚度不大于1 mm的碎屑。

4.4 分析步骤

4.4.1 试料

 称取质量（*m*）为0.10 g的试样（4.3），精确至0.0001 g。

4.4.2 平行试验

平行做两份实验，取其平均值。

4.4.3 空白试验

随同试料（4.4.1）做空白试验。

4.4.4 测定

4.4.4.1 将试料（4.4.1）置于铂坩埚中，沿壁吹入少量水，加入2~3mL氢氟酸（4.2.1），剧烈反应停止后，滴加硝酸（4.2.2）至试料完全溶解，置于电热板上加热，体积蒸至1~2mL，取下，冷却至室温。

4.4.4.2 用塑料移液管移取试液，平行涂于距色层纸底部2~3cm处，尽量保持均匀细直。试液涂完后，将铂坩埚用氢氟酸（4.2.3）洗两次，去离子水洗一次，每次均各用0.5mL左右，洗液也均匀涂于色层纸上。低温烘干后，卷成圆筒形，以曲别针固定。

4.4.4.3 将涂有试液的色层纸放入盛有展开剂（4.2.5）、液层厚度约1cm的色层箱中，密闭展开约6h。取出，烘干，置于中和器内，放置15min，取出，烘干。

4.4.4.4 喷单宁酸溶液（4.2.4）于色层纸上，烘干。中上部呈橙红色色带为铌钽，剪下铌钽色带并置于已恒重的铂坩埚（*m*2）中，放在电热板上灰化后，移入900℃马弗炉中灼烧60min，取出，置于干燥器中冷却至室温，称量（*m*1）。

4.4.4.5 补差

4.4.4.5.1 向恒重后的沉淀中吹入少量水，加入5mL氢氟酸（4.2.3），放在电热板上加热至溶解清亮，取下，冷却至室温。移入100mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度（*V*），混匀。

4.4.4.5.2 工作曲线的配制：移取0mL、1.00mL、2.00mL、5.00mL，10.00mL钽标准溶液（4.2.7），于一系列100mL塑料容量瓶中，依次加入5mL氢氟酸（4.2.3），用水稀释至刻度，混匀。

4.4.4.5.3于电感耦合等离子体原子发射光谱仪，在选定的波长处，测定工作曲线溶液（4.4.4.5.2），当工作曲线线性r≥0.999时，进行试液（4.4.4.5.2）的测定，检查元素谱线的背景并在适当的位置进行校正，由计算机自动给出钽元素的质量浓度（*ρ*）。

4.5 试验数据处理

4.5.1样品中不含钽时，铌量以铌的质量分数*w*Nb计，按式（1）计算：

$w\_{Nb}=\frac{\left（m\_{1}-m\_{2}\right）-（m\_{3}-m\_{4}）}{m}$×0.6991…………………………………（1）



式中：

*m*1——铂坩埚和Nb2O5的质量，单位为克（g）；

*m*2——铂坩埚的质量，单位为克（g）；

*m*3——铂坩埚和随同试样空白的质量，单位为克（g）；

*m*4——随同试样空白的铂坩埚质量，单位为克（g）；

——试料的质量，单位为克（g）。

0.6991——Nb2O5算为Nb的换算因数。

4.5.2样品中含钽时，铌量以铌的质量分数*w*Nb计，按式（2）计算：

$w\_{Nb}=\frac{\left（m\_{1}-m\_{2}\right）-\left（m\_{3}-m\_{4}\right）-ρV×1.1326×10^{-6}}{m}$×0.6991……………………（2）



 式中：

*m*1——铂坩埚和Nb2O5的质量，单位为克（g）；

*m*2——铂坩埚的质量，单位为克（g）；

*m*3——铂坩埚和随同试样空白的质量，单位为克（g）；

*m*4——随同试样空白的铂坩埚质量，单位为克（g）；

*ρ*——自工作曲线上查得分析试液中钽元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V* ——试液的体积，单位为毫升（mL）；

——试料的质量，单位为克（g）。

1.1326——Ta换算为Ta2O5的换算因数。

0.6991——Nb2O5算为Nb的换算因数。

4.5.3 计算结果保留小数点后两位，数值修约执行GB/T 8170-2008。

4.6 精密度

4.6.1 重复性

在重复性条件下获得的两个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或外延法求得。

表1

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ωNb*/% | 15.03 | 30.04 | 50.17 | 58.00 | 74.01 | 83.97 |
| *r*/% | 0.32 | 0.36 | 0.42 | 0.45 | 0.54 | 0.57 |

4.6.2 再现性

在再现性条件下获得的两个独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不大于再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%。再现性限（*R*）按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

表2

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ωNb*/% | 15.03 | 30.04 | 50.17 | 58.00 | 74.01 | 83.97 |
| *R* /% | 0.35 | 0.40 | 0.45 | 0.48 | 0.56 | 0.60 |

5 电感耦合等离子体原子发射光谱法

5.1 方法提要

试料用盐酸、硝酸和氢氟酸溶解，在稀酸介质中，采用工作曲线法，使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪，于所推荐的分析线波长处测定铌的发射强度，按工作曲线计算各元素的质量分数。

5.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。

5.2.1 金属铝（*w*Al≥99.99%，*w*Nb≤0.001%）。

5.2.2 氢氟酸（ρ=1.16g/mL）。

5.2.3 硝酸（ρ=1.42g/mL）。

5.2.4 盐酸（ρ=1.19g/mL）。

5.2.5 盐酸（1+1）。

5.2.6 铌标准贮存溶液：准确称取0.1000g金属铌（质量分数≥99.99%），置于200mL聚四氟乙烯烧杯中，缓慢加入5mL氢氟酸、3mL硝酸，低温加热至溶解完全，冷却，移入100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1000μg铌。

5.2.7 铌标准溶液：分别移取10.00mL标准贮存溶液（5.2.6）于100mL容量瓶中，加入10mL盐酸，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100μg铌。

5.2.8 铝溶液A：称取1.00g金属铝（5.2.1）于150mL聚四氟烧杯中，加入20mL盐酸（5.2.4）、2mL硝酸（5.2.2）、1mL氢氟酸（5.2.1），摇匀，于电热板上低温加热至试料完全溶解，取下，冷却至室温。移入100mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.2.9 铝溶液B：称取0.10g金属铝（5.2.1）于150mL聚四氟烧杯中，加入20mL盐酸（5.2.4）、2mL硝酸（5.2.2）、1mL氢氟酸（5.2.1），摇匀，于电热板上低温加热至试料完全溶解，取下，冷却至室温。移入100mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.3 仪器

5.3.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

——仪器的实际分辨率：200nm处光谱分辨率应小于0.01nm。

——仪器的短期稳定性：测量10次20μg/mL铌标准溶液的净光强，计算其标准偏差，其相对标准偏差应小于1％。

——配耐氢氟酸系统

5.3.2 铌元素的推荐分析线为295.0 nm。

5.4 试样

 将试样加工成厚度不大于1 mm的碎屑。

5.5 分析步骤

5.5.1 试料

 按表3称取质量（*m*）的试样，精确至0.0001g。

表3

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 铌的质量分数/% | 试料量/g | 分取试液体积/mL | 补加HF（5.2.1）量/mL | 稀释倍数（T） |
| 0.050~1.00 | 0.10 | — | — | 1 |
| ＞1.00~15.00 | 0.10 | 10.00 | 2.0 | 10 |

5.5.2 平行试验

平行做两份实验，取其平均值。

5.5.3 空白试验

按表3称取铝（5.2.5）代替试料（5.5.1），随同试料做空白试验。

5.5.4 试料处理

将称取的试料（5.5.1）置于150mL聚四氟乙烯烧杯中，分批加入20mL盐酸（5.2.4）、2mL硝酸（5.2.2）、2mL氢氟酸（5.2.1），摇匀，于电热板上低温加热至试料完全溶解，取下，冷却至室温。移入100mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。按表3分取部分溶液于100mL塑料容量瓶中，补加氢氟酸（5.2.1），用水稀释至刻度，混匀（*V*）。

5.5.6 工作曲线的绘制

5.5.6.1铌的质量分数≤1.00%：移取0mL、0.20mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL、5.00mL、10.00mL、15.00mL铌标准溶液（5.2.7），于一系列塑料容量瓶中，依次加入10.00mL铝溶液A（5.2.8），用水稀释至刻度，混匀。

5.5.6.2 铌的质量分数＞1.00%：移取0mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL、5.00mL、10.00mL、20.00mL铌标准溶液（5.2.7），于一系列塑料容量瓶中，依次加入10.00mL铝溶液B（5.2.9），用水稀释至刻度，混匀。

5.5.7 测量

于电感耦合等离子体原子发射光谱仪，在选定的波长处，测定工作曲线溶液（5.5.6），当工作曲线线性r≥0.999时，进行试液（5.5.4）的测定，检查元素谱线的背景并在适当的位置进行校正，由计算机自动给出铌元素的质量浓度（*ρ*）。

5.6 试验数据处理

5.6.1铌元素含量以质量分数*w*Nb计，按公式（3）计算：

$w\_{Nb}=\frac{\left（ρ-ρ\_{0}\right）VT}{m}×100$…………………………………………（3）

式中：

*ρ*—— 自工作曲线上查得分析试液中铌元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρ*0——自工作曲线上查得空白溶液中铌元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V*——试液定容体积，单位为毫升（mL）；

**——试料的质量，单位为克（g）。

*T*——稀释倍数；

5.6.2铌含量＜0.10％时，计算结果表示至小数点后三位；铌含量≥0.10%时，计算结果表示至小数点后二位。数值修约执行GB/T 8170-2008。

5.7 精密度

5.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两个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或外延法求得。

表4

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*Nb/% | 0.11 | 1.01 | 5.01 | 15.01 |
| *r*/% | 0.01 | 0.03 | 0.10 | 0.13 |

5.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两个独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不大于再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%。再现性限（*R*）按表5数据采用线性内插法或外延法求得。

表5

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*Nb /% | 0.11 | 1.01 | 5.01 | 15.01 |
| *R* /% | 0.01 | 0.04 | 0.12 | 0.20 |

6 质量保证与控制

 分析时，用标准样品或控制样品进行校核，或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时，应找出原因。纠正错误后，重新进行校核。

7 试验报告

试验报告应包括下列内容：

a）本部分编号及名称；

b）关于识别样品、实验室、分析日期、报告日期等所有的必要的信息；

c）以适当的形式表达试验结果；

d）试验过程中出现的异常现象；

e）在本部分中没有明确说明或可选择的、可能影响结果的任何操作；

f）试验、审核等相关责任人的签名。