



# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 358.1—202X

代替 YS/T 358.1—2011

## 钽铁、铌铁精矿化学分析方法 第1部分：钽、铌含量的测定 重量法和X射线荧光光谱法

Methods for chemical analysis of tantalite, columbite concentrates—

Part 1: Determination of tantalum and niobium content—

Gravimetry method and X-ray fluorescence spectrometry method

(送审稿)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布



## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是YS/T358《钽铁、铌铁精矿化学分析方法》的第1部分。YS/T358已经发布了以下部分：

- 第1部分：钽、铌含量的测定 重量法和X射线荧光光谱法；
- 第2部分：二氧化钛量的测定 双安替吡啉甲烷分光光度法；
- 第3部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法；
- 第4部分：三氧化钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第5部分：铀量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第6部分：氧化钪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第7部分：铁量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第8部分：亚铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第9部分：铈量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第10部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第11部分：锰量的测定 原子吸收光谱法；
- 第12部分：湿存水量的测定 重量法。

本文件代替YS/T 358.1-2011《钽铁、铌铁精矿化学分析方法第1部分：钽、铌量的测定 纸上色层重量法》，本文件包含两个方法，方法一为重量法，方法二为X射线荧光光谱法。

本文件与YS/T 358.1-2011相比，除结构调整和编辑性修改外主要技术变化如下：

- a) 更改了“测定范围为5.00% ~60.00%”为“测定范围（质量分数）：五氧化二钽 5.00% ~40.00%、五氧化二铌5.00% ~60.00%”（见第1章，2011版第1章）；
- b) 增加了仪器设备（见4.3，2011年版第4章）；
- c) 增加了“规范性引用文件”（见第2章）；
- d) 增加了“术语和定义”（见第3章）；
- e) 增加了“试验报告”（见第6章）；
- f) 删除了质量保证和控制（见2011年版第9章）；
- g) 更改了“允许差”为“再现性”（见4.8.2，2011年版8.2）；
- h) 增加了方法二X射线荧光光谱法，测定范围（质量分数）：五氧化二钽 5.00% ~40.00%、五氧化二铌5.00% ~60.00%。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：赣州有色冶金研究所有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、宜春钽铌矿有限公司、九江有色金属冶炼有限公司、宁夏东方钽业股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、浙江创欣新材料有限公司、稀美资源（广东）有限公司、广东广晟稀有金属光电新材料有限公司、昆明冶金研究院有限公司。

本文件主要起草人：刘名红、王长基、文小强、罗燕生、何金洋、王贺、邓延安、邱强、黄治榕、于红燕、于磊、周明俊、黄双、李明华、林枚兰、XX、田松、蔡朝娟、左美媛、宣宏建。

本文件所代替文件的历次版本发布情况为：

- 首次发布为YS/T 358-1994；
- 第一次修订为YS/T 358-2011。
- 本次为第二次修订。

## 引 言

钽和铌是稀有金属中的重要品种，在钢铁工业、超导材料、电子工业、医疗领域及铸造行业等领域有较广泛的应用，是国家战略资源中极为重要的部分，钽铁、铌铁精矿是现代钽铌湿法冶炼过程中重要的原材料矿种之一，因此，钽铁、铌铁精矿的开发越来越受到重视。YS/T 358旨在通过实验研究建立一套完整、切实可行、且适用于钽铁、铌铁精矿产品生产和贸易需求的检测方法。限于文件篇幅、使用需求、适用范围以及各分析方法之间的技术独立性等方面原因，YS/T 358拟由12个部分组成：

——第1部分：钽、铌含量的测定 重量法和x射线荧光光谱法。目的在于确立钽、铌含量的测定方法。

——第2部分：二氧化钛量的测定 双安替吡啉甲烷分光光度法。目的在于确立二氧化钛含量的测定方法。

——第3部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法。目的在于确立二氧化硅含量的测定方法。

——第4部分：三氧化钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法。目的在于确立三氧化钨含量的测定方法。

——第5部分：铀量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。目的在于确立铀含量的测定方法。

——第6部分：氧化钪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。目的在于确立钪含量的测定方法。

——第7部分：铁量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。目的在于确立铁含量的测定方法。

——第8部分：亚铁量的测定 重铬酸钾滴定法。目的在于确立亚铁含量的测定方法。

——第9部分：锑量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。目的在于确立锑含量的测定方法。

——第10部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法。目的在于确立锡含量的测定方法。

——第11部分：锰量的测定 原子吸收光谱法。目的在于确立锰含量的测定方法。

——第12部分：湿存水量的测定 重量法。目的在于确立湿存水含量的测定方法。

本文件充分调研国内各钽、铌生产厂家、检测单位，结合目前国内市场钽铁、铌铁产品的现状和试验情况，在原有纸上色层重量法的基础上增加了方法二 x射线荧光光谱法，方法二的增加缩短了钽铁、铌铁精矿中钽、铌的检测时长，满足当前市场快速检测的需求，助推了钽铁、铌铁产业技术进步和产品的质量提升。

# 钽铁、铌铁精矿化学分析方法

## 第1部分：钽、铌含量的测定

### 重量法和 X 射线荧光光谱法

#### 1 范围

本文件规定了钽铁、铌铁精矿中钽、铌含量的测定方法。

本文件适用于钽铁、铌铁精矿中钽、铌含量的测定，共包含两个方法（方法一重量法，方法二 X 射线荧光光谱法）。测定范围（质量分数）：五氧化二钽 5.00% ~ 40.00%、五氧化二铌 5.00% ~ 60.00%。以方法一为仲裁方法。

本文件方法二不适用于钨含量大于 0.1% 的物料中钽含量的测定。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 数值修约规则与极限数值的表示和判定  
GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语  
JJG 810 波长色散 X 射线荧光光谱仪

#### 3 术语和定义

GB/T 17433 确立的术语和定义适用于本文件。

#### 4 方法一：重量法

##### 4.1 原理

试料以氢氟酸、硝酸进行消解，以甲基异丁基甲酮-丁酮-氢氟酸-硝酸做展开剂进行色层分离，然后分别剪下钽、铌色带，灰化灼烧称重，计算五氧化二钽、五氧化二铌的含量。

##### 4.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

- 4.2.1 水，GB/T 6682，三级水。
- 4.2.2 氢氟酸（ $\rho=1.13$  g/mL）。
- 4.2.3 硝酸（ $\rho=1.42$  g/mL）。
- 4.2.4 丁酮（ $\rho=0.92$  g/mL）。
- 4.2.5 甲基异丁基甲酮（ $\rho=0.80$  g/mL）。
- 4.2.6 氨水（ $\rho=0.88$  g/mL）。
- 4.2.7 硝酸铵溶液（100 g/L）：称取 100 g 硝酸铵于 500 mL 烧杯中，加入 500 mL 水搅拌溶解，转移至 1000 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。

YS/T 358.1—202X

4.2.8 单宁溶液 (50 g/L)：称取50 g 单宁于500 mL 烧杯中，加入500 mL 水搅拌溶解，转移至1000 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。

4.2.9 展开剂：将甲基异丁基甲酮 (4.2.5)、丁酮 (4.2.4)、氢氟酸 (4.2.2)、硝酸 (4.2.3) 以体积比44:44:8:4混合均匀。

4.2.10 氢氟酸 (1+1)。

4.2.11 色层纸：3号色层纸切成长度为28 cm，宽度为22 cm，以硝酸铵溶液 (4.2.7) 浸湿整个长度的三分之二部分，晾干。

4.2.12 氨中和器：用一大干燥器，筛板下面贮有氨水 (4.2.6)。

### 4.3 仪器设备

微波消解仪或反应釜。

### 4.4 样品

4.4.1 试样粒度小于0.074 mm。

4.4.2 试样预先在105 ℃~110 ℃烘2 h，置于干燥器中冷却至室温。

### 4.5 试验步骤

#### 4.5.1 试料

称取0.10 g 样品 (4.4)，精确至0.000 1 g。

#### 4.5.2 平行试验

平行做两份试验。

#### 4.5.3 空白试验

随同试料 (4.5.1) 做空白试验。

### 4.6 测定

4.6.1 将试料 (4.5.1) 置于反应釜内衬 (或微波消解反应罐) 中，加入1 mL~2 mL 氢氟酸 (4.2.2)、0.5 mL 硝酸 (4.2.3)，反应釜于170 ℃烘箱分解4.5 h (或微波消解于170℃分解40 min)，取出冷却。

4.6.2 用塑料吸管将试液成条状涂于色层纸 (4.2.11) 上无硝酸铵的部分，先用氢氟酸 (4.2.10) 洗反应罐2次，再用丁酮 (4.2.4) 洗反应罐3次，每次用0.6 mL左右，均涂于色层纸 (4.2.11) 上，涂带距离色层纸下端约2 cm，涂带宽约2 cm，于50 ℃~70 ℃烘干，卷成圆筒状，用大头针固定。

注1：若色层纸已烘烤干，可用水蒸汽润湿。润湿的方法可根据本单位的习惯及条件自行选择。目的是润湿色层纸后，使钽、铋色带集中、清晰，钽、铋与杂质分离良好。

4.6.3 将色层纸直立于盛有液面高1 cm展开剂 (4.2.9) 的色层筒或色层箱中，加盖密封展开，待溶剂前沿上移动离顶端2 cm时，取出，于50℃~70℃烘干，置于氨中和器 (4.2.12) 中和10 min~15 min，取出烘干，喷以单宁溶液 (4.2.8) 显色，于50 ℃~70 ℃烘干。分别剪下钽、铋色带 (钽带紧沿橙红色带上端剪下，铋带紧沿着橙红色带下端剪下)，量取长度，置于已恒重的铂坩埚中，炭化，然后在850 ℃马弗炉内灼烧至恒重，分别称重。

注2：黄色钽带在上部，橙红色铋带居中间，杂质留在原点或附近，呈黄到灰黑色，谱带分离应清晰。

注3：剪铋带时最好按铋带宽度剪下。由于磷在色层纸上也向上移动一定的距离，剪铋带时下沿空间不要超过1 cm，否则会引起铋的结果偏高。

### 4.7 试验数据处理

待测氧化物的含量以质量分数  $w_i$  计，按公式 (1) 计算：

$$w_i = \frac{m_1 - B \cdot K}{m} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

式中：

$m_1$ —五氧化二钽或五氧化二铋沉淀质量，单位为克 (g)；

$B$ —钽带或铌带长度，单位为厘米（cm）；  
 $K$ —色层纸空白值，单位为克每厘米（g/cm）；  
 $m$ —试料的质量，单位为克（g）。

计算结果保留至小数点后两位有效数字，按 GB/T 8170 的规定修约。

#### 4.8 精密度

##### 4.8.1 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。在表1给出的平均值范围内，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。精密度数据统计结果见附录 C。

表1 重复性限（方法一）

$\bar{P}_{0.25}/\%$	5.72	13.57	20.58	25.90	37.41		
$r/\%$	0.25	0.28	0.31	0.34	0.38		
$\bar{P}_{0.50}/\%$	5.55	11.78	14.86	16.63	29.11	44.37	55.03
$r/\%$	0.25	0.28	0.29	0.29	0.34	0.39	0.43

##### 4.8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值。在表2给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（ $R$ ），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。精密度数据统计结果见附录 C。

表2 再现性限（方法一）

$\bar{P}_{0.25}/\%$	5.72	13.57	20.58	25.90	37.41		
$R/\%$	0.45	0.47	0.49	0.51	0.54		
$\bar{P}_{0.50}/\%$	5.55	11.78	14.86	16.63	29.11	44.37	55.03
$R/\%$	0.44	0.46	0.46	0.47	0.50	0.53	0.56

## 5 方法二：X射线荧光光谱法

### 5.1 原理

试料、内标元素和熔剂按2:1:56稀释比进行配料，以硝酸锂为氧化剂，溴化铵为脱模剂，在1200℃下熔融制备试料片，在仪器最佳测量条件下测量试料片中待测元素特征谱线的X射线荧光强度，五氧化二铌直接测定，五氧化二钽以内标二氧化钪校准，并进行元素间干扰效应校正，从校正曲线上得出试料中五氧化二钽、五氧化二铌的含量。

### 5.2 试剂或材料

除另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

5.2.1 水，GB/T 6682，二级水。

5.2.2 混合熔剂：四硼酸锂：偏硼酸锂=67:33，优级纯。

5.2.3 三氧化二铁：光谱纯，105℃烘2 h，在干燥器中冷却至室温。

5.2.4 三氧化二铝：光谱纯，105℃烘2 h，在干燥器中冷却至室温。

5.2.5 二氧化硅：光谱纯，105℃烘2 h，在干燥器中冷却至室温。

5.2.6 三氧化钨：光谱纯，105℃烘2 h，在干燥器中冷却至室温。

5.2.7 二氧化锡：光谱纯，105℃烘2 h，在干燥器中冷却至室温。

## YS/T 358.1—202X

- 5.2.8 二氧化锆：光谱纯，105℃烘2 h，在干燥器中冷却至室温。
- 5.2.9 二氧化锰：光谱纯，105℃烘2 h，在干燥器中冷却至室温。
- 5.2.10 二氧化钛：光谱纯，105℃烘2 h，在干燥器中冷却至室温。
- 5.2.11 五氧化二钽：光谱纯，在800℃灼烧2 h，在干燥器中冷却至室温。
- 5.2.12 五氧化二铌：光谱纯，在800℃灼烧2 h，在干燥器中冷却至室温。
- 5.2.13 二氧化钪：光谱纯，在800℃灼烧2 h，在干燥器中冷却至室温。
- 5.2.14 溴化铵溶液(400 g/L)：称取40 g 溴化铵，加入50 mL 水搅拌溶解，转移至100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。
- 5.2.15 硝酸锂溶液(220 g/L)：称取22 g 硝酸锂，加入50 mL 水搅拌溶解，转移至100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。
- 5.2.16 氩气甲烷混合气体：体积分数为90%的氩气和体积分数为10%的甲烷。

### 5.3 仪器设备

- 5.3.1 波长色散X射线荧光光谱仪：符合JJG 810规定。
- 5.3.2 铂-黄坩埚(95%Pt+5%Au)：容积不小于30 mL。
- 5.3.3 铂-黄坩埚(95%Pt+5%Au)模具：与所用波长色散X射线荧光光谱仪钢杯尺寸匹配。
- 5.3.4 熔样机：温度可控制在1200℃，并具备自动摇摆功能。
- 5.3.5 马弗炉：温度可控制在700℃。

### 5.4 样品

- 5.4.1 试样粒度小于0.074 mm。
- 5.4.2 试样预先在105℃~110℃烘2 h，置于干燥器中冷却至室温。

### 5.5 试验步骤

#### 5.5.1 试料

称取0.2500 g 样品(5.4)，精确至0.000 1 g。

#### 5.5.2 平行试验

平行做两份试验。

### 5.6 试料片的制备

#### 5.6.1 配料

称取7.0000 g 混合熔剂(5.2.2)置于铂-黄坩埚中(5.3.2)，依次加入试料(5.5.1)、0.1250 g 二氧化钪(5.2.13)，用玻璃棒混匀，毛刷轻刷粘于玻璃棒上的试料，均匀滴加1 mL 硝酸锂溶液(5.2.15)。

#### 5.6.2 预氧化和熔融

将装有配料的铂-黄坩埚(5.3.2)置于预先加热至700℃马弗炉(5.3.5)中，保温15 min后取出，冷却至室温，加入0.1 mL 溴化铵溶液(5.2.14)，将铂-黄坩埚转移至预先加热至1200℃熔样机(5.3.4)中，在摇摆下熔融10 min。

#### 5.6.3 浇铸

需要浇铸的将熔融物浇铸到预先加热至1200℃的铂-黄坩埚模具(5.3.3)中，不需浇铸的直接将熔融坩埚取出，在空气中冷却至脱模。

#### 5.6.4 检查



试料片应无不熔物、结晶或气泡，表面应平整、光洁。否则应重新制备。

## 5.7 系列标准片的制作

称取7.0000 g 混合熔剂（5.2.2）置于铂-黄坩埚中（5.3.2），按附录 B 表 B.1 加入各元素氧化物（5.2.3~5.2.12）、加入0.1250 g 二氧化钨（5.2.13）、用玻璃棒混匀，毛刷轻刷粘于玻璃棒上的试料，均匀滴加1 mL 硝酸锂溶液（5.2.15），按5.6.2~5.6.4制备标准片，系列标准片五氧化二钽、五氧化二铌质量分数见附录 B 表 B.2，亦可选择能覆盖被测元素含量范围的至少10个水平的同类型的有证标准物质/标准样品及其混配物制作系列标准片。

## 5.8 测定

### 5.8.1 测定条件

调节仪器（见附录 A），使其处于最佳测量条件。

### 5.8.2 校准曲线的绘制

将系列标准片各待测氧化物的质量分数输入计算机，在选定的仪器测定参数（5.8.1）条件下，测定系列标准片（5.7），五氧化二铌直接测定，五氧化二钽以内标二氧化钨（3.1.13）校正测定，以标准试料片中待测氧化物的含量为横坐标，x 射线荧光强度为纵坐标，绘制校准曲线。

可选择理论 $\alpha$ 系数法、基本参数法、经验 $\alpha$ 系数法和谱线重叠对校准曲线进行校正。

### 5.8.3 校准曲线准确度的确认

校准曲线建立完成后，应用系列标准片以外的化学成分相近纯物质混配物或同类型的有证标准物质/标准样品对校准曲线的准确度进行确认。

### 5.8.4 仪器的漂移校正

定期对仪器进行标准化确认，通常以固定标准片检查待测元素的 x 射线强度是否有显著变化来确认，若发生显著变化说明仪器发生漂移。当仪器发生漂移时，通过测量标准片的 x 射线强度对仪器进行漂移校正，可采用单点校正或两点校正。

### 5.8.5 试料片测量

在仪器最佳测量条件下，测量试料片（5.6）中待测氧化物的 x 射线荧光强度，通过校准曲线得出试料片中各待测氧化物的含量。

## 5.9 试验数据处理

试料中待测氧化物的含量以质量分数 $w_i$ 计，结果保留至小数点后两位，按 GB/T 8170 的规定修约。

## 5.10 精密度

### 5.10.1 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。在表3给出的平均值范围内，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3数据采用线性内插法或外延法求得。精密度数据统计结果见附录 C。

表3 重复性限（方法二）

$\bar{w}_{(x,y)}/\%$	5.83	13.48	20.86	26.42	37.47		
$r/\%$	0.15	0.17	0.18	0.19	0.21		
$\bar{w}_{(x,y)}/\%$	5.57	11.83	14.70	16.55	29.36	44.80	55.36

r/%	0.15	0.18	0.19	0.20	0.25	0.31	0.35
-----	------	------	------	------	------	------	------

### 5.10.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值。在表4给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（ $R$ ），超过再现性限（ $R$ ）的情况不超过5%，再现性限（ $R$ ）按表4数据采用线性内插法或外延法求得。精密度数据统计结果见附录C。

表4 再现性限（方法二）

$\bar{r}_{(x,y)}/\%$	5.83	13.48	20.86	26.42	37.47		
R/%	0.42	0.49	0.55	0.60	0.70		
$\bar{r}_{(x,y)}/\%$	5.57	11.83	14.70	16.55	29.36	44.80	55.36
R/%	0.30	0.36	0.38	0.40	0.51	0.65	0.74

## 6 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附录 A  
(资料性)

X 射线荧光光谱仪的测量条件

表 A 给出了 X 射线荧光光谱仪的推荐测量条件。

表 A.1 X 射线荧光光谱仪的测量条件

元素	分析谱线	晶体	$2\theta / ^\circ$	测量时间/s	准直器/ $\mu\text{m}$	电压/Kv	电流/mA
Ta	$L_{\alpha}$	LiF200	44.3868	30	300	60	55
Nb	$L_{\alpha}$	Ge111	122.4966	30	700	30	110
Hf	$L_{\alpha}$	LiF200	45.8746	30	300	60	55

附录 B  
(资料性)

系列标准片的制备

表 B.1 给出了系列标准片各氧化物推荐称样量。

表 B.1 系列标准片各氧化物称样量

单位为克

标准片 编号	五氧化二钽 (5.2.11)	五氧化二铌 (5.2.12)	三氧化二铁 (5.2.3)	三氧化二铝 (5.2.4)	二氧化硅 (5.2.5)	三氧化钨 (5.2.6)	二氧化锡 (5.2.7)	二氧化锆 (5.2.8)	二氧化锰 (5.2.9)	二氧化钛 (5.2.10)
1	0.1000	0.0250	0.0500	0.0125	0.0125	0.0063	0.0170	0.0135	0.0093	0.0040
2	0.0250	0.1000	0.0208	0.0313	0.0313	0.0104	0.0180	0.0050	0.0063	0.0020
3	0.0125	0.0500	0.0575	0.0150	0.0444	0.0125	0.0491	0.0006	0.0031	0.0053
4	0.0500	0.0125	0.0313	0.0250	0.0625	0.0025	0.0325	0.0075	0.0088	0.0175
5	0.0850	0.0400	0.0440	0.0025	0.0342	0.0075	0.0258	0.0000	0.0023	0.0088
6	0.0400	0.0850	0.0258	0.0188	0.0388	0.0000	0.0067	0.0000	0.0225	0.0125
7	0.1300	0.0200	0.0050	0.0100	0.0250	0.0083	0.0367	0.0025	0.0125	0.0000
8	0.1500	0.0325	0.0156	0.0000	0.0235	0.0000	0.0125	0.0100	0.0059	0.0000
9	0.0200	0.1500	0.0356	0.0060	0.0000	0.0078	0.0119	0.0037	0.0000	0.0150
10	0.0325	0.1275	0.0562	0.0000	0.0100	0.0058	0.0085	0.0020	0.0075	0.0000
11	0.0625	0.0625	0.0479	0.0090	0.0500	0.0020	0.0013	0.0113	0.0036	0.0000
12	0.1150	0.0750	0.0375	0.0000	0.0088	0.0000	0.0075	0.0000	0.0000	0.0063
13	0.0750	0.1125	0.0270	0.0135	0.0108	0.0000	0.0000	0.0038	0.0000	0.0025
14	0.0150	0.1375	0.0325	0.0063	0.0175	0.0000	0.0050	0.0163	0.0200	0.0000
15	0.1400	0.0150	0.0175	0.0225	0.0000	0.0113	0.0230	0.0008	0.0100	0.0100
16	0.0925	0.0925	0.0063	0.0000	0.0105	0.0050	0.0163	0.0095	0.0175	0.0000
17	0.0563	0.1200	0.0086	0.0000	0.0195	0.0042	0.0106	0.0005	0.0212	0.0092
18	0.0450	0.1325	0.0039	0.0000	0.0262	0.0095	0.0099	0.0047	0.0133	0.0050
19	0.0115	0.1438	0.0050	0.0146	0.0125	0.0072	0.0212	0.0006	0.0247	0.0091

表 B.2 给出了系列标准片各氧化物百分含量。

表 B.2 系列标准片各元素氧化物百分含量

单位为%

标准片 编号	五氧化二钽	五氧化二铌	标准片 编号	五氧化二钽	五氧化二铌	标准片 编号	五氧化二钽	五氧化二铌
1	40.00	10.00	8	60.00	13.00	14	6.00	55.00
2	10.00	40.00	9	8.00	60.00	15	56.00	6.00
3	5.00	20.00	10	13.00	51.00	16	37.00	37.00
4	20.00	5.00	11	25.00	25.00	17	22.50	48.00
5	34.00	16.00	12	46.00	30.00	18	18.00	53.00
6	16.00	34.00	13	30.00	45.00	19	4.60	57.50
7	52.00	8.00						

附录 C  
(资料性)

精密度试验数据统计

方法一（重量法）精密度数据是在2024年由8家实验室对五氧化二钽含量的5个不同水平样品、五氧化二铌含量7个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的五氧化二钽、五氧化二铌含量在重复性条件下独立测定11次，数据统计结果见表 C.1。

表 C.1 重量法精密度数据统计结果

元素	水平	可接受实验室个数	可接受数据个数	平均值 %	重复性标准差 (S <sub>r</sub> ) /%	重复性限 (r) %	再现性标准差 (S <sub>R</sub> ) /%	再现性限 (R) %
Ta	1	8	88	5.72	0.08	0.23	0.17	0.47
	2	7	76	13.57	0.11	0.31	0.19	0.53
	3	8	86	20.58	0.11	0.30	0.13	0.37
	4	8	87	25.90	0.12	0.35	0.18	0.50
	5	8	88	37.41	0.13	0.37	0.21	0.59
Nb	1	8	87	5.55	0.09	0.25	0.13	0.44
	2	8	88	11.78	0.10	0.28	0.23	0.46
	3	8	88	14.86	0.11	0.29	0.15	0.46
	4	8	88	16.63	0.11	0.29	0.15	0.47
	5	8	88	29.11	0.13	0.34	0.17	0.50
	6	8	87	44.37	0.10	0.39	0.17	0.53
	7	7	77	55.03	0.11	0.43	0.17	0.56

方法二（X射线荧光光谱法）精密度数据是在2024年由5家实验室对五氧化二钽含量的5个不同水平样品、五氧化二铌含量7个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的五氧化二钽、五氧化二铌含量在重复性条件下独立测定11次，数据统计结果见表 C.2。

表 C.2 X射线荧光光谱法精密度数据统计结果

元素	水平	可接受实验室个数	可接受数据个数	平均值 %	重复性标准差 (S <sub>r</sub> ) /%	重复性限 (r) %	再现性标准差 (S <sub>R</sub> ) /%	再现性限 (R) %
Ta	1	4	43	5.83	0.05	0.15	0.14	0.42
	2	5	53	13.48	0.06	0.17	0.15	0.49
	3	5	55	20.86	0.07	0.18	0.26	0.55
	4	4	42	26.42	0.07	0.19	0.23	0.60
	5	5	55	37.47	0.05	0.21	0.24	0.70
Nb	1	5	55	5.57	0.05	0.15	0.11	0.30
	2	5	54	11.83	0.05	0.18	0.13	0.36
	3	5	55	14.70	0.11	0.19	0.17	0.38
	4	5	55	16.55	0.05	0.20	0.11	0.40
	5	5	54	29.36	0.072	0.25	0.13	0.51
	6	5	54	44.80	0.15	0.31	0.29	0.65
	7	4	44	55.36	0.10	0.35	0.25	0.74