

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

编制说明

一、工作简况

1 任务来源

2022 年 11 月 22 日工业和信息化部办公厅发布《关于印发 2022 年第三批行业标准制修订和外文版计划的通知》工信厅科函（2022）312 号文件，其中 YS/T358.1《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》的修订由赣州有色冶金研究所有限公司（现独立为赣州冶研所检测技术服务有限公司）负责，项目计划编号 2022-1724T-YS 项目周期为 18 个月。

2 目的和意义

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 纸上色层重量法》自实施以来已有十几年的时间，在这期间分析检测技术有了发展和进步，X 射线荧光等仪器法得到了广泛应用，YS/T 358.1-2011 中钽铁、铌铁精矿化学分析方法的钽、铌量的测定采用纸上色层重量法，此方法为经典方法，但操作流程较长，不能够完全满足检测效率的要求。

X 射线荧光光谱法适合于常量分析的优点，可用于钽铁、铌铁精矿中钽、铌含量的测定。采用熔融法制样，选择钽铌矿国家标准物质或自制与待分析试样在基体和化学组成上接近且具有含量梯度的系列钽铌精矿样品作为校准样品，制备熔片，X 射线荧光光谱法测定钽铁、铌铁精矿中钽、铌的含量，获得满意的结果。该法具有样品前处理简单、准确度高且绿色环保等优点，完全能满足钽铁、铌铁精矿中钽、铌含量的测定。

鉴于此，本项目申请对《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》进行修订，在完善方法一重量法的同时，新增方法二 X 射线荧光光谱法（波长色散型）以供测定选择。在修订过程中，主要的修订内容包括：

- 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）；
- 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%。

通过修订 YS/T 358.1-2011，使分析方法实用性更强，检测效率得到提升，更好的满足产品的测定需求。

3 主要参加单位和工作组成员及其所做的工作

3.1 主要参加单位情况

2023年4月24~27日全国有色金属标准化技术委员会在武汉召开了有色金属标准项目论证会暨标准制修订工作会议，对标准YS/T358.1《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》的修订进行了任务落实，确定了方法一重量法的验证单位：宜春钽铌矿有限公司、九江有色金属冶炼有限公司为一验单位，宁夏东方钽业股份有限公司分析检测中心，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，浙江创欣新材料有限公司，中国有色桂林矿产地质研究院有限公司为二验单位；方法二X射线荧光光谱法的验证单位：中国有色桂林矿产地质研究院有限公司为一验单位，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，昆明冶金研究院为二验单位。

宜春钽铌矿有限公司、九江有色金属冶炼有限公司和宁夏东方钽业股份有限公司分析检测中心为本项目提供钽铁、铌铁精矿样品。

赣州有色冶金研究所有限公司作为标准主编单位，赣研所公司是从事钨、稀土及钽铌等产品检验分析、咨询服务等业务的综合性科技型企业。现隶属于江西钨业控股集团有限公司，赣研所公司先后完成各类科研课题、主持和参与制（修）订钨、稀土、钽铌等有色金属矿及其制品和分析检测方法国家标准107项，行业标准40项，团体标准5项，研制国家标准物质/标准样品6个。

3.2 主要工作成员所负责的工作情况

本标准主要起草人及工作职责，见表1

表1 主要起草及工作职责

起草人	工作职责
刘名红、王长基、刘鸿	负责方法的起草，各阶段标准文本、编制说明的编写
刘名红、邱强、蔡朝娟	完成方法一和方法二的相关实验
刘名红、熊定途	与验证单位联系及数据统计
汪光鑫	组织协调
王贺、邓延安、左美媛、宣宏建	负责方法一重量法一验工作，对方法一重量法的条件试验进行验证，并完成精密度数据
于红燕、黄双、林枝兰、田松、李明华	负责方法一重量法二验工作，提供精密度数据
何金洋、黄治榕	负责方法二X射线荧光光谱法一验工作，对方法二的条件试验进行验证，并完成精密度数据
周明俊、于小磊、杨海岸	负责方法二X射线荧光光谱法二验工作，完成精密度数据

4 主要工作过程

4.1 预研阶段

2021年8月牵头单位对本项目组织了调研，广泛征集了用户企业与科研院所等单位意见，确定了修订的必要性以及修订方案，并通过初步试验形成了草案稿，证明了本项目修订方案的可行性，同时完成了立项论证报告及项目建议书的编写。

4.2 立项阶段

2022年赣州有色冶金研究所有限公司向全国有色金属标准化技术委员会递交了本项目的标准项目建议书、立项论证报告、草案稿等材料。有色标委会对本项目立项进行了意见征

集并组织了全体委员进行投票，最终通过了本项目的立项请求。项目计划编号 2022-1724T-YS，项目周期为 18 个月。

4.3 起草阶段

4.3.1 任务落实

2023 年 4 月 24~27 日全国有色金属标准化技术委员会在武汉召开了有色金属标准项目论证会暨标准制修订工作会议，对标准 YS/T358.1《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》的修订进行了任务落实，会议确定了标准修订的验证单位，落实了标准计划项目的进度安排和分工。

4.3.2 样品收集及试验阶段

2023 年 5 月~6 月，赣州有色冶金研究所有限公司接收任务后，组建《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》研发小组（主要由本单位技术人员组成），初步形成试验方案，完成样品的收集工作。

2023 年 8 月 21 日~24 日，有色标委会在贵州省贵阳市召开标准工作会议。来自宜春钽铌矿有限公司、稀美资源（广东）有限公司，昆明冶金研究院等单位 20 多位专家进行了讨论，并提出宝贵意见。

2023 年 7 月~11 月，赣州有色冶金研究所有限公司进行了大量的试验研究工作，方法一重量法包括试料消解方式比对试验研究、残渣试验研究、方法比对试验研究、精密度试验；方法二 X 射线荧光光谱法包括人工配置标准样品元素及含量设计、标准片待测元素标准点设计、仪器工作条件试验研究、熔剂选择试验研究、熔剂、试料稀释比试验研究、氧化剂选择及用量试验研究、熔融温度试验研究、熔融时间试验研究、脱模剂选择试验研究、试料中钽含量试验研究、内标元素的选择试验研究、精密度试验和准确度试验研究，形成《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》讨论稿和试验报告。

4.3.3 验证单位验证

2023 年 11 月，起草单位将试验样品和试验报告发送给各验证单位进行验证工作，2024 年 1 月，各验证单位陆续完成验证工作并返回验证报告。验证单位提出的意见及处理意见见表 2。

表 2 验证单位意见及建议

编号	意见内容	处理意见	备注
1	增加自动熔片机程序溶样的方法，先称 3.5g 熔剂，依次加入 0.25g 样品，0.125g 氧化铅，用细玻璃棒混匀，均匀滴加硝酸锂溶液，加入 3.5g	部分采纳	“增加熔片机程序溶样方法”为“不采纳”，目前有些熔样机并无设置程序功能
2	从试验报告 3.9.11 的数据来看，加入内标和不加内标并没有区别。建议不加内标。	不采纳	试验过程表明钽未加入内标校正时线性较差，内标试验结果表明钽加入内标后与重量法结果更为吻合

3	脱模剂，建议增加溴化锂条件试验。	不采纳	溴化铵与溴化锂均为常用脱模剂，两者脱模效果无明显区别，且溴化铵在加入过程中均未引入其它元素，
4	如需加氧化铅，建议混入熔剂，单个称量不易操作。	不采纳	氧化铅与熔剂混合均匀性无法控制

起草单位综合各验证单位反馈意见对讨论稿进行修改完善，形成 YS/T 358.1《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》（征求意见稿 1）。

4.4 征求意见阶段

(1) 标准在线征求意见

标准编制组通过发函、会议等形式对《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》进行征求意见，针对各单位的反馈意见情况，经编制组讨论研究，提出具体修改意见及采纳情况，编写了《标准征求意见稿意见汇总处理表》1，于 2024 年 1 月 10 日形成标准征求意见稿 2 及编制说明

(2) 标准征求意见会议

2024 年 1 月 16 日~19 日，全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分标委在海南琼海召开《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》标准预审会。来自有色金属技术研究院有限责任公司、宁夏东方钽业股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司等 40 余名代表参会。主编单位对《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》的试验过程及研究结果等情况进行了汇报，与会专家代表对本标准文件进行了认真研究和讨论。

在征求意见阶段，起草单位将征求意见稿发送至 13 家单位。其中收到征求意见稿后，回函的单位为 13 家，回函并有建议或意见的单位数为 1 个，没有回函的单位数为 0 个。根据征求意见稿的回函情况和与会专家及企业代表的审阅意见，主编单位汇总形成编制组依据各家单位的意见对标准文本进行修改，最后形成《标准征求意见稿意见汇总处理表》2，并完善了《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》。形成标准送审稿和编制说明。

二、标准化文件编制原则

本标准起草过程中遵循以下原则

1 规范性

本标准根据 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》和 GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分 试验方法标准》的要求进行编写，并按照 GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度 第 2 部分 确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》进行数据统计分析。

2 先进性

标准修订后方法选择性增加，方法二 X 射线荧光光谱法的增加使检测效率更高，满足市场检测的要求。

3 适用性

本标准以满足我国钽铁、铌铁精矿实际检测需求为原则,宜于应用,能够满足客户需求,对生产企业的技术进步产生积极的促进作用。

4 合规性

充分考虑国家法律、安全、卫生、环保法规的要求。

三、标准主要内容的确定依据及主要试验和验证情况

本标准是对 YS/T358.1-2011《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》的修订,本次修订的内容在保留经典方法纸上色层重量法的基础上,新增方法二 α 射线荧光光谱法(波长色散型),方法一重量法是较为经典成熟的方法,仅针对在研究时发现消解液中有少量未溶解残渣的现象和前期调研时发现不同企业使用不同试料消解方式分别进行了残渣试验、试样消解方式试验、精密度试验。方法二是本次修订新增的方法,主编单位主要对测定范围、人工配置标准样品元素及含量设计、标准片待测元素标准点设计、仪器工作条件试验、熔剂选择试验、熔剂和试料稀释比试验、氧化剂选择及用量试验、熔融温度试验、熔融时间试验、脱模剂选择试验、试料中钨含量试验、内标元素的选择试验、精密度试验、准确度试验等内容进行了研究。

1 方法一重量法

1.1 钽、铌含量测定范围的确定

现行版本 YS/T358.1-2011《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》中钽、铌的测定范围为 5%~60%,在向有色标委会提出立项建议书前,我单位充分调研了各钽铌生产厂家、检测单位,结合目前国内市场钽铁、铌铁含量的现状和试验情况确定了方法一重量法五氧化二钽的测定范围为 5%~40%,五氧化二铌的测定范围为 5%~60%。

1.2 残渣试验

按方法一对试样消解后,发现试样中有少许未溶解的残渣,为测定残渣中钽、铌含量,本试验对钽铁、铌铁试样按方法一消解,未溶解残渣用双层慢速定量滤纸过滤、洗净后残渣置于铁坩锅中,于马弗炉灰化,加入过氧化钠于马弗炉中熔融至樱红色取出,浸取、酸化后于 ICP-MS 测定残渣中钽、铌含量,实验结果表明残渣中钽、铌占比均小于 2%,补正过程较为复杂,不予以补正。

1.3 微波消解-反应釜消解方式比对试验

基于前期对多家钽铌生产企业调研发现,在采用 YS/T358.1-2011《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》测定钽、铌时,部分企业使用反应釜消解试料的方式,原因在于反应釜操作简便,成本低,在矿山等生产检测企业易于普及。针对两种试样消解方式,研究钽铁、铌铁试样按方法一重量法试验步骤对试样进行消解方式试验,通过改变试样消解方式,对钽、铌结果进行比对,

表 3 试样消解方式比对试验

	采用微波消解仪在 170 °C分解 40 min	采用反应釜在 170 °C分解 4.5 h
--	--------------------------	-----------------------

试样编号	五氧化二钽/%		五氧化二铌/%		五氧化二钽/%		五氧化二铌/%	
2#	13.60	13.69	11.71	11.75	13.53	13.67	11.64	11.72
4#	20.64	20.69	14.97	15.00	20.66	20.60	14.85	14.90

试验结果表明采用微波消解和反应釜消解两种消解方式钽、铌结果基本一致，两种试样消解方式均可。

一验单位与主编单位试验结果一致。

1.4 方法一重量法精密度试验

由于钽、铌测定范围跨度较大，五氧化二钽有 5 个水平、五氧化二铌有 7 个水平共计 8 个钽铁、铌铁样品的测定数据计算重复性限和再现性限。方法一重量法精密度数据由 8 家实验室共同试验确定的，每个实验室对每个水平的钽、铌含量均独立测定 11 次，实验室代码见表 4，测定结果原始数据见附录 A。

表 4 实验室代码

代码	实验室名称	代码	实验室名称
1	赣州有色冶金研究所有限公司	5	稀美资源（广东）有限公司
2	宜春钽铌矿有限公司	6	广东广晟稀有金属光电新材料有限公司
3	九江有色金属冶炼有限公司	7	浙江创欣新材料有限公司
4	宁夏东方钽业股份有限公司	8	中国有色桂林矿产地质研究院有限公司

为了评价方法一重量法的重复性与再现性，8 个实验室对不同钽、铌含量水平的钽铁、铌铁试料进行协同试验。根据国家标准 GB/T 6379.2-2004《确定标准测量方法重复性和再现性的基本方法》的规定，对收到的数据进行了统计分析，统计结果见表 5。

表 5 方法一（重量法）数据统计

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 _r) /%	重复性限 r %	再现性标准差 (S _R) /%	再现性限 %
Ta ₂ O ₅	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 ₂ O ₅	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

2 方法二 X 射线荧光光谱法

2.1 钽、铌含量测定范围的确定

现行版本 YS/T358.1-2011《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》中钽铌的测定范围为 5%~60%，在向有色标委会提出立项建议书前，我单位充分调研了各钽、铌生产厂家、检测单位，结合目前国内市场钽铁、铌铁含量的现状和试验情况确定了方法二 X 射线荧光光谱法五氧化二钽的测定范围为 5%~40%，五氧化二铌的测

定范围为 5%~60%。

2.2 人工配置标准样品元素及含量设计

考虑到目前市场上没有钽铁、铌铁标准物质/标准样品，采用人工配置标准样品，参考现行的钽铁、铌铁精矿化学分析方法系列标准、产品标准，结合前期从多家钽铌生产企业收集到的钽铁、铌铁样品进行 X 荧光定性分析结果，确定人工配置标准片元素及含量范围见表 6。

表6 人工配置标准样品元素及含量范围

人工配置标准片元素及含量范围									
Ta ₂ O ₅	Nb ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SiO ₂	WO ₃	SnO ₂	ZrO ₂	TiO ₂	MnO ₂
5%~60%	5%~60%	1%~23%	0.5%~12%	0.5~25%	0%~5%	0%~20%	0%~6%	0%~8%	0%~10%

表 6 人工配置标准样品元素及含量范围的设计能够近似与实际钽铁、铌铁精矿样品基体匹配，且满足现行钽铁、铌铁精矿化学分析方法系列标准、产品标准要求。

2.3 标准片待测元素标准点设计

考虑到待测元素五氧化二钽、五氧化二铌的测定范围跨度较大（测定范围质量分数 5%~60%），设计 19 个钽、铌标准点来覆盖测定范围，标准点设计见表 7、表 8：

表7 标准片五氧化二钽标准点设计

五氧化二钽/%					
标准点	质量分数/%	标准点	质量分数/%	标准点	质量分数/%
1	40.00	2	10.00	3	5.00
4	20.00	5	34.00	6	16.00
7	52.00	8	60.00	9	8.00
10	13.00	11	25.00	12	46.00
13	30.00	14	6.00	15	56.00
16	37.00	17	22.50	18	18.00
19	4.60				

表8 标准片五氧化二铌标准点设计

五氧化二铌/%					
标准点	质量分数/%	标准点	质量分数/%	标准点	质量分数/%
1	10.00	2	40.00	3	20.00
4	5.00	5	16.00	6	34.00
7	8.00	8	13.00	9	60.00
10	51.00	11	25.00	12	30.00
13	45.00	14	55.00	15	6.00
16	37.00	17	48.00	18	53.00
19	57.50				

表 7、表 8 待测元素标准点的设计能够涵盖五氧化二钽、五氧化二铌的测定范围，满足测定要求。

2.4 仪器工作条件试验

用人工配制好的标准片进行扫描来检查角度、PHD, 计数率, 确定仪器最佳条件见表 9:

表 9 仪器工作条件

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

2.5 熔剂选择试验

据资料显示 $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 和 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 在高温时 (1100°C - 1200°C) 是很好的熔剂, 因此在比较这两种熔剂时, 很难得到一般性规律。但 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 熔剂的粘度高, 易润湿坩埚, 黏附在坩埚上, 必须经常清洗坩埚。另外, 用 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 制备的试料片吸水性很强, 不易保存, 显然不如用 $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$, 针对不同样品类型采用不同混合比的偏硼酸锂与四硼酸锂混合熔剂十分受欢迎。除了熔点方面的考虑, 主要是这两种熔剂的酸碱性不同。本试验分别称取 3 份 6#、8# 试料按方法二 X 射线荧光光谱法进行熔剂选择试验, 研究 3 种不同熔剂对试料片及结果的影响, 结果见表 10。

表 10 熔剂选择试验

熔剂	样品编号	$\text{Ta}_2\text{O}_5/\%$	$\text{Nb}_2\text{O}_5/\%$	备注
无水四硼酸锂 (3.1.17)	6#	26.22	16.59	流体流动性好, 试料体均匀, 试料片边缘有小气泡
	8#	4.30	55.48	流体流动性好, 试料体均匀, 试料片无小气泡
四硼酸锂: 偏硼酸锂 =67:33 (3.1.2)	6#	26.19	16.56	流体流动性好, 试料体均匀, 试料片无小气泡
	8#	4.29	55.38	流体流动性好, 试料体均匀, 试料片无小气泡
四硼酸锂: 偏硼酸锂 =12:22 (3.1.18)	6#	26.24	16.67	流体流动性好, 试料片均匀, 试料片边缘和中间有小气泡
	8#	4.30	55.54	流体流动性好, 试料片均匀, 无气泡

试验结果表明采用 3 中不同的熔剂钽、铌的结果接近, 但使用无水四硼酸锂 (3.1.17) 和四硼酸锂: 偏硼酸锂=12:22 (3.1.18) 制备的 6# 样品存在小气泡, 因此选择四硼酸锂: 偏硼酸锂=67:33 (3.1.2) 为熔剂。

一验单位与主编单位试验结果一致。

2.6 熔剂、试料稀释比试验

当熔剂、试料稀释比过小时, 会导致熔体粘稠, 不利于熔体的混合, 且不利于坩埚内的熔体倒入铸模, 当稀释比过大, 待测元素灵敏度降低, 本实验分别称取 4 份 2#、12# 试料按方法二进行试验, 在固定试样称样量为 0.2500g 的条件下, 通过改变四硼酸锂: 偏硼酸锂=67:33 的加入量以确定熔剂、试料最佳稀释比, 实验结果见表 11:

表 11 熔剂、试样稀释比试验

样品编号	四硼酸锂:偏硼酸锂=67:33 加入量/g	试验现象
2#	5	熔融后试料片薄,基本覆盖模具底部,但样品粘稠,不易倒入铸模
12#		熔融后试料片薄,基本覆盖模具底部,但样品粘稠,不易倒入铸模
2#	6	熔体摇动时流动性较好,较易倒入铸模,试料片厚度适中
12#		熔体摇动时流动性较好,较易倒入铸模,试料片厚度适中
2#	7	熔体摇动时流动性较好,易倒入铸模,试料片厚度适中
12#		熔体摇动时流动性较好,易倒入铸模,试料片厚度适中
2#	8	熔体摇动时流动性较好,易倒入铸模,试料片较厚易倒入铸模
12#		熔体摇动时流动性较好,易倒入铸模,试料片较厚易倒入铸模

试验结果表明使用 7g 熔剂熔体流动性较好,且易倒入铸模,试料片厚度适中,选择熔剂的量为 7g。

一验单位与主编单位试验结果一致。

2.7 氧化剂选择及用量试验

熔片法常用的预氧化剂有硝酸铵、硝酸锂、硝酸钾、硝酸钠等,试料片中不引入其它元素,选择硝酸铵和硝酸锂较为适宜,但硝酸铵的采购较为困难,因此本试验选择硝酸锂为氧化剂,由于这类试剂吸湿性高,事先配置成一定浓度的水溶液比较方便,且配置成溶液能与试样充分接触,便于试样的氧化,本试验称取 3 份 2#试料进行试验,分别加入 0.5ml、1ml、2ml 硝酸锂溶液进行试验,通过试验确定硝酸锂溶液的最佳用量。(资料显示硝酸锂温度超 600°C 时分解出具有氧化性物质二氧化氮和氧气,选择预氧化温度为 700°C 进行试验)试验结果见表 12:

表 12 氧化剂用量试验

试样编号	加入预氧化剂的量及测定值/%					
	0.5ml		1ml		2ml	
2#	部分试料没有滴加到硝酸锂溶液		试料能完全滴加到硝酸锂溶液,且制备的试料片均匀完整,坩埚未发现被腐蚀		试料能完全滴加到硝酸锂溶液,且制备的试料片均匀完整,坩埚未发现被腐蚀	
	Ta ₂ O ₅	Nb ₂ O ₅	Ta ₂ O ₅	Nb ₂ O ₅	Ta ₂ O ₅	Nb ₂ O ₅
	13.52	11.88	13.56	11.83	11.50	11.81

由表 12 可看出,加入 0.5ml 的硝酸锂溶液,部分试料没有滴加到硝酸锂溶液,坩埚可能会被未氧化的试样腐蚀,加入 1ml 硝酸锂溶液,试料能完全滴加到硝酸锂溶液,且制备的试料片均匀。完整,坩埚未发现被腐蚀,因此选择氧化剂的用量为 1mL。

一验单位与主编单位试验结果一致。

2.8 熔融温度试验

据资料显示四硼酸锂熔点 930°C,偏硼酸锂熔点 845°C,本实验称取 5 份 6#试料进行试验,依次改变熔融温度分别为 1000°C、1050°C、1100°C、1150°C、1200°C 进行温度熔融试验,以确定最佳熔融温度,结果见表 13:

表 13 熔融温度试验

样品编号	熔融温度	不同温度熔融现象
6#	1000°C	熔体粘稠，不易倒入铸模，上层浮有一层黑色物质，脱模后试料片不均匀，有不熔物
	1050°C	熔体粘稠，不易倒入铸模，试料片均匀，无不熔物
	1100°C	熔体流动性好，试料片均匀，无不熔物
	1150°C	熔体流动性好，试料片均匀，无不熔物
	1200°C	熔体流动性好，试料片均匀，无不熔物

表 13 表明在 1100°C、1150°C、1200°C 下熔体流动性好，试料片均匀，无不熔物，但考虑到钽、铌铁试料的复杂性，因此选择 1200°C 为熔融温度。

一验单位与主编单位试验结果一致。

2.9 熔融时间试验

本实验称取 4 份 6# 试料进行试验，通过改变熔融时间 5min、10min、15min、20min 进行熔融时间试验，以确定最佳熔融时间，结果见表 14：

表 14 熔融时间试验

样品编号	熔融时间	不同温度熔融现象
6#	5min	熔体粘稠，不易倒入铸模
	10min	熔体流动性好，试料片均匀易倒入铸模，无不熔物
	15min	熔体流动性好，试料片均匀易倒入铸模，无不熔物
	20min	熔体流动性好，试料片均匀易倒入铸模，无不熔物

表 14 表明熔融时间为 10min、15min、20min 时熔体流动性好，试料片均匀，无不熔物，因此选择熔融时间 10min 为最佳熔融时间。

一验单位与主编单位试验结果一致。

2.10 脱模剂选择试验

在熔融制样的过程中最常用的脱模剂为碘化铵、溴化铵，碘化铵挥发快，脱模效果较差，因此选择溴化铵溶液为脱模剂。由于溴化铵吸湿性高，事先配置成一定浓度的水溶液比较方便，本试验分别称取 5 份 6#、8# 试料进行试验，通过改变溴化铵溶液加入量分别为 0ml、0.1ml、0.2ml、0.5ml，确定溴化铵的最佳用量，结果见表 15：

表 15 脱模剂用量试验

溴化铵溶液加入量/ml	样品编号	不同脱模剂脱模现象	Ta ₂ O ₅ /%	Nb ₂ O ₅ /%
0	6#	不易脱模，试料片均匀	26.11	16.61
	8#	不易脱模，试料片均匀	4.30	55.48
0.1	6#	易脱模，试料片均匀	26.14	16.67
	8#	易脱模，试料片均匀	4.29	55.50

0.2	6#	易脱模, 试料片均匀	26.09	16.50
	8#	易脱模, 试料片均匀	4.31	55.33
0.5	6#	易脱模, 试料片均匀	26.11	16.49
	8#	易脱模, 试料片均匀	4.29	55.24
1	6#	易脱模, 试料片均匀	26.10	16.48
	8#	易脱模, 试料片均匀	4.31	54.71

试验结果表明, 溴化铵溶液加入量为 0 mL 试料片不易脱模, 脱模剂溴化铵溶液加入量为 0 ml~0.5 ml 时对钽无明显影响, 加入量为 1ml 时, 8#试料的五氧化二钽含量偏低, 因此在满足脱模的情况下脱模剂的用量不宜过大, 因此脱模剂的量选择 0.1mL。

一验单位与主编单位试验结果一致。

2.11 试料中钪含量试验

分别称取 2 份 1#、2#、4#、6#、8#、9#、12#、13#试料按照方法 YS/T568.8-2008《氧化锆、氧化钪化学分析方法 氧化锆中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、钪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》对试料中钪的含量进行分析测定, 结果见表 16:

表 16 试样中钪含量结果

试样编号	1#	2#	4#	6#	8#	9#	12#	13#
钪/%	0.065	0.057	0.059	0.052	0.019	0.060	0.026	0.095
二氧化钪/%	0.077	0.067	0.070	0.061	0.022	0.071	0.031	0.11

试验表明试样中钪含量最高为 13#样品, 13#试样含 0.11%二氧化钪, 理论计算五氧化二钽最高测定值 60%会带来 0.15%的误差, 结合 13#样品重量法和 X 射线荧光光谱法五氧化二钽结果, 无明显差异, 因此试料中钪含量小于 0.1%对钽的测定结果无明显影响。

一验单位与主编单位试验结果一致。

2.12 内标元素的选择试验

为降低基体对待测元素钽钪带来的影响, 因此选择内标法来进行校正, 据资料显示内标元素的选择原则以原子序数与分析元素相邻(± 1)的元素为最佳内标, 钽邻近元素是铪和钪, 钪的邻近元素是锆和钼, 据前期调研钽铁、钪铁精矿样品中含铪和锆, 三氧化钼易升华(三氧化钼沸点 1155°C), 均不适合作为内标元素, 综合考虑五氧化二钽内标校正试验方案为: 方案 1 二氧化钪为内标校正, 方案 2 无内标直接测定。五氧化二钪内标校正试验方案为: 方案 1 三氧化钪为内标校正, 方案 2 二氧化钪为内标校正, 方案 3 无内标直接测定:

得到对应试验数据见表 17、表 18:

表 17 内标元素选择试验

样品名称	样品编号	五氧化二钽/%				
		重量法结果	HfO ₂ 为内标	差值(重量法-HfO ₂ 为内标)	无内标	差值(重量法-无内标)
钽、钪精矿	1#	5.59	5.81	-0.22	5.91	-0.32
	2#	13.63	13.64	-0.01	13.39	0.24
	4#	20.66	20.87	-0.21	20.32	0.34
	6#	26.05	26.27	-0.22	25.78	0.27

表 18 内标元素选择试验

样品名称	样品编号	五氧化二铌/%						
		重量法	Sc ₂ O ₃ 为内标	差值(重量法-Sc ₂ O ₃ 为内标)	HfO ₂ 为内标	差值(重量法-HfO ₂ 为内标)	无内标	差值(重量法-无内标)
钽、铌精矿	1#	5.70	5.1	0.60	5.03	0.67	5.52	0.18
	2#	11.70	11.32	0.38	11.33	0.37	11.82	-0.12
	4#	14.98	14.33	0.65	12.12	0.76	14.62	0.36
	6#	16.55	16.08	0.47	16.16	0.39	16.63	-0.08
	8#	55.06	54.59	0.47	55.56	-0.50	55.53	-0.47
	9#	29.09	27.91	1.18	29.61	-0.55	29.37	-0.28
	12#	44.49	43.08	1.41	44.86	-0.37	44.73	-0.24

试验结果表明钽用二氧化铪进行校正结果与重量法吻合,铌用三氧化二钪进行校正时效果并不理想,铌不用内标校正与重量法较为吻合,因此钽选择用二氧化铪校正,铌不使用内标直接进行测定。

一验单位与主编单位试验结果一致。

2.13 准确度试验

2.13.1 方法比对试验

分别使用重量法(方法一)、X射线荧光光谱法(方法二)对1#、2#、4#、6#、8#、9#、12#、13#试料进行方法比对试验,试验结果见表19、表20:

表19 方法比对试验(五氧化二钽)

试样编号	五氧化二钽/%							
	1#	2#	4#	6#	8#	9#	12#	13#
重量法(方法一)	5.59	13.63	20.66	26.05	4.50	3.78	3.69	37.15
X射线荧光光谱法(方法二)	5.81	13.46	20.87	26.27	4.29	3.79	3.77	37.47
差值	-0.22	0.17	-0.21	-0.22	-0.21	-0.01	-0.08	-0.30

表20 方法比对试验(五氧化二铌)

试样编号	五氧化二铌/%							
	1#	2#	4#	6#	8#	9#	12#	13#
重量法(方法一)	5.70	11.70	14.98	16.55	55.06	29.09	44.49	21.71
X射线荧光光谱法(方法二)	5.52	11.82	14.62	16.63	55.53	29.37	44.73	21.87
差值	0.18	-0.12	0.36	-0.08	-0.47	-0.28	-0.24	-0.16

试验结果表明,两种方法测定结果基本一致。

一验单位与主编单位试验结果一致。

2.13.2 加标回收率试验

按方法二 X 射线荧光光谱法对 2#、6#、13#试料(保持试料和加标量总称样量为 0.25g)进行加标回收率试验,结果见表 21:

表 21 五氧化二钽、五氧化二铌回收率试验

样品编号	称样量/g	五氧化二钽平均值/%	五氧化二铌平均值/%	加入五氧化二钽/g	加入五氧化二铌/g	五氧化二钽测定值/%	五氧化二铌测定值/%	五氧化二钽回收率/%	五氧化二铌回收率/%
2#	0.2000	13.46	11.82	0.0250	0.0250	20.683	19.495	99.15	100.39
	0.1800			0.0350	0.0350	23.733	22.44	100.30	99.50
6#	0.2000	26.27	/	0.0500	/	40.855	/	99.20	/
	0.1800			0.0700	/	46.605	/	98.90	/
13#	0.2000	/	21.87	/	0.0500	/	37.365	/	99.35
	0.1800			/	0.0700	/	43.44	/	98.91

试验结果表明方法二测定钽铁、铌铁精矿中五氧化二钽的回收率为 98.90%~100.30%，五氧化二铌的回收率为 98.91%~100.39%，满足测定要求。

一验单位验证结果钽铁、铌铁精矿中五氧化二钽的回收率为 99.01%~100.14%，五氧化二铌的回收率为 98.89%~100.30%，满足测定要求。

2.14 方法二 X 射线荧光光谱法精密度试验

由于钽、铌测定范围跨度较大，五氧化二钽有 5 个水平、五氧化二铌有 7 个水平共计 8 个钽铁、铌铁样品的测定数据计算重复性限和再现性限。方法二 X 射线荧光光谱法精密度数据由 5 家实验室共同试验确定的，每个实验室对每个水平的钽、铌含量均独立测定 11 次，实验室代码见表 22，测定结果原始数据见附录 B。

表 22 实验室代码

代码	实验室名称	代码	实验室名称
1	赣州有色冶金研究所有限公司	4	广东省科学院工业分析检测中心
2	中国有色桂林矿产地质研究院有限公司	5	昆明冶金研究院
3	国标(北京)检验认证有限公司		

为了评价方法二 X 射线荧光光谱法的重复性与再现性，5 个实验室对不同钽、铌含量水平的钽铁、铌铁试料进行协同试验。根据国家标准 GB/T 6379.2-2004《确定标准测量方法重复性和再现性的基本方法》的规定，对收到的数据进行了统计分析，统计结果见表 23。

表 23 方法二数据统计

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 _r) /%	重复性限 (r) %	再现性标准差 (S _R) /%	再现性限 (R) %
Ta ₂ O ₅	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 ₂ O ₅	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

四、标准中涉及的专利

本标准起草过程中,如果涉及到专利和知识产权时请使用单位与专利和知识产权方协商,本标准的发布机构不承担识别专利的责任。

五、标准预期达到的社会效益

1 项目的必要性

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 纸上层重量法》自实施以来已有十几年的时间,在这期间分析检测技术有了发展和进步,X射线荧光等仪器法得到了广泛应用,YS/T 358.1-2011中钽铁、铌铁精矿化学分析方法的钽、铌量的测定采用纸上层重量法,此方法为经典方法,但操作流程较长,不能够完全满足检测效率的要求。

X射线荧光光谱法适合于常量分析的优点,可用于钽铁、铌铁精矿中钽、铌含量的测定。采用熔融法制样,选择钽、铌矿国家标准物质或自制与待分析试样在基体和化学组成上接近且具有含量梯度的系列钽铌精矿样品作为校准样品,制备熔片,X射线荧光光谱法测定钽铁、铌铁精矿中钽、铌的含量,获得满意的结果。该法具有样品前处理简单、准确度高、效率高且绿色环保等优点,完全能满足钽铁、铌铁精矿中钽、铌含量的测定,经查询,目前国内外没有关于中X射线荧光光谱仪测定钽铁、铌铁精矿中钽、铌标准,因此修订YS/T 358.1-2011已迫在眉睫。

2 项目的可行性

随着X射线荧光等仪器法得到了广泛应用,X射线荧光光谱仪在分析检测行业已占有一定分量,采用X射线荧光光谱仪的标准也逐渐增多,X射线荧光光谱仪在确保准确度的前提下可多元素同时检测,大大缩短检测时间,节省人力物力。

YS/T 358.1-2011版本在颁布实施以后运用于钽、铌的检测,广泛受到企业和第三方检测机构肯定,标准的修订具备良好的工作基础。按照修订意见,本方法一重量法包括试料消解方式比对试验研究、残渣试验研究、方法比对试验研究、精密度试验;方法二X射线荧光光谱法包括人工配置标准样品元素及含量设计、标准片待测元素标准点设计、仪器工作条件试验研究、熔剂选择试验研究、熔剂、试料稀释比试验研究、氧化剂选择及用量试验研究、熔融温度试验研究、熔融时间试验研究、脱模剂选择试验研究、试料中钪含量试验研究、内标元素的选择试验研究、精密度试验和准确度试验研究,并通过国内多家单位进行验证,确认方法的准确性。

因此,结合市场现状,在2011版标准内容的基础上,通过多家单位的协作,广泛征求意见,修订完善YS/T 358.1-2011在技术上是完全可行的。

3 项目预期的作用和效益

对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》修订,使用企业或事业单位根据自身需求选择合适的检测方法,方法二的增加有效缩短了钽铁、铌铁精矿的检测时长,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。

六、采用国际标准和国外先进标准

本文件为修订，修订内容在原有纸上色层重量法的基础上增加方法二 X 射线荧光光谱法。经查询，本文件与国内外现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。

七、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

本文件与有关现行法律、法规和相关标准相协调、无冲突。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

无

九、标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议

建议本标准为推荐性行业标准

十、贯彻标准的要求和措施建议

本标准是对 YS/T 358.1-2011 的修订，其中包含两个方法，方法一重量法和方法二 X 射线荧光光谱法。两个方法钽、铌测定范围均为 5.00%~60.00%，方法二的增加使各企事业单位，科研院所的方法选择性增多。建议钽、铌的生产企业和各检测机构积极组织本标准的学习与宣贯，并向企业、科研院所、客户推荐本标准。标准使用单位需对标准变更内容进行确认，标准使用过程中出现疑问，标准起草单位有义务进行必要的解释，同时，标准要与时俱进，实施后定期进行复审，必要时启动修订程序。

十一、废止现行有关标准的建议

本标准是对 YS/T 358.1-2011 的修订，新版标准颁布实施后 YS/T 358.1-2011 即废止。

十一、其他应予说明的事项

无

附录 A
(资料性)
方法一 (重量法) 实验室间试验结果统计数据

表 A.1 五氧化二钽精密度数据

水平	实验室	质量分数/%										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	5.60	5.51	5.51	5.64	5.58	5.49	5.67	5.61	5.63	5.65	5.63
	2	5.83	5.68	5.66	5.88	5.61	5.62	5.75	5.67	5.82	5.91	5.63
	3	5.61	5.63	5.58	5.71	5.59	5.72	5.63	5.74	5.56	5.61	5.70
	4	5.59	5.65	5.82	5.76	5.61	5.74	5.62	5.83	5.60	5.95	5.72
	5	5.86	5.94	5.88	5.89	5.95	5.84	5.97	5.88	5.86	5.90	5.94
	6	6.06	6.08	5.93	5.94	5.91	6.14	5.80	5.90	6.04	5.90	5.95
	7	5.64	5.56	5.61	5.50	5.57	5.43	5.53	5.49	5.62	5.55	5.63
	8	5.63	5.7	5.63	5.49	5.68	5.71	5.57	5.61	5.72	5.63	5.58
2	1	13.78	13.71	13.77	13.42	13.43	13.50	13.77	13.60	13.72	13.59	13.67
	2	12.96**	12.86**	13.02**	13.12**	13.22**	13.15**	13.16**	13.22**	13.20**	13.18**	13.24**
	3	13.72	13.84	13.85	13.81	13.56	13.54	13.72	13.61	13.70	13.59	13.77
	4	13.21	12.97	13.12	13.35	13.43	13.26	13.32	13.15	13.29	13.08	13.41
	5	13.45	13.56	13.59	13.58	13.46	13.52	13.60	13.42	13.58	13.58	13.60
	6	13.65	13.56	13.62	13.69	13.20**	13.58	13.52	13.56	13.57	13.59	13.60
	7	13.85	13.75	13.82	13.59	13.74	13.66	13.48	13.59	13.47	13.81	13.70
	8	13.52	13.68	13.44	13.59	13.76	13.51	13.62	13.46	13.52	13.72	13.51
3	1	20.57	20.79	20.76	20.45	20.65	20.55	20.68	20.54	20.72	20.70	20.81
	2	20.55	20.69	20.38	20.7	20.75	20.49	20.66	20.68	20.64	20.53	20.62
	3	20.81	20.61	20.69	20.57	20.64	20.46	20.75	20.58	20.66	20.47	20.59
	4	20.41	20.60	20.86	20.62	20.55	20.74	20.79	20.48	20.63	20.46	20.65
	5	20.36	20.48	20.48	20.44	20.38	20.38	20.37	20.49	20.40	20.43	20.50
	6	20.56	20.37	20.42	20.47	20.49	20.59	20.44	20.42	20.35	20.61	20.91**
	7	20.76	20.47	20.62	20.67	20.69	20.79	20.64	20.62	20.55	20.81	21.11**
	8	20.58	20.79	20.52	20.68	20.49	20.57	20.57	20.61	20.78	20.43	20.57
4	1	26.01	25.91	26.08	26.14	25.94	25.82	25.88	26.18	26.23	26.20	26.17
	2	25.70	25.82	25.56	25.59	25.71	25.82	25.75	25.90	25.85	25.78	25.66
	3	26.02	25.72	25.81	25.79	25.83	25.67	26.11	26.09	25.76	25.84	25.90
	4	25.62	25.59	25.57	25.78	25.66	25.80	25.63	25.73	25.94**	25.67	25.56
	5	26.00	26.12	26.07	26.03	25.98	26.03	26.12	26.15	25.95	26.05	26.00
	6	26.14	25.89	25.91	26.09	26.00	25.71	25.73	25.84	26.05	25.97	25.86
	7	25.89	25.94	25.93	26.14	26.05	25.66	25.78	25.89	26.10	26.02	25.91
	8	25.86	26.02	25.91	25.76	26.11	25.87	25.96	25.78	26.02	25.88	26.19
5	1	37.40	37.34	37.26	37.42	37.24	37.37	37.21	37.33	37.24	37.22	37.20
	2	37.34	37.52	37.27	37.55	37.16	37.25	37.28	37.2	37.18	37.22	37.27
	3	37.27	37.63	37.22	37.31	37.60	37.41	37.28	37.45	37.51	37.53	37.46
	4	37.44	37.81	37.45	37.59	37.60	37.55	37.62	37.40	37.69	37.75	37.28

	5	37.76	37.59	37.77	37.71	37.77	37.56	37.79	37.71	37.75	37.62	37.65
	6	37.32	37.29	37.61	37.42	37.55	37.42	37.66	37.64	37.65	37.51	37.56
	7	37.42	37.19	36.94	37.42	37.55	37.26	37.39	37.14	37.05	37.51	37.25
	8	37.19	37.31	37.08	36.99	37.19	37.41	37.22	37.29	37.17	37.35	37.19

表 A.2 五氧化二铌精密度数据

水平	实验室	质量分数/%										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	5.74	5.75	5.74	5.63	5.87	5.65	5.76	5.58	5.66	5.69	5.66
	2	5.32	5.23	5.48	5.43	5.31	5.46	5.45	5.46	5.26	5.59	5.45
	3	5.58	5.47	5.60	5.63	5.57	5.49	5.62	5.52	5.68	5.59	5.63
	4	5.44	5.50	5.73	5.53	5.46	5.67	5.41	5.70	5.53	5.61	5.72
	5	5.40	5.48	5.47	5.45	5.48	5.48	5.39	5.37	5.37	5.48	5.49
	6	5.31**	5.56	5.52	5.53	5.62	5.68	5.70	5.64	5.62	5.63	5.70
	7	5.53	5.56	5.52	5.43	5.48	5.33	5.50	5.47	5.34	5.42	5.61
	8	5.51	5.72	5.54	5.61	5.72	5.57	5.73	5.64	5.71	5.56	5.77
2	1	11.81	11.74	11.78	11.63	11.64	11.74	11.72	11.61	11.60	11.64	11.78
	2	11.47	11.25	11.32	11.25	11.26	11.46	11.52	11.45	11.36	11.48	11.47
	3	11.90	11.83	11.77	11.88	11.68	11.91	11.73	11.82	11.86	11.76	11.94
	4	11.58	11.42	11.88	11.90	11.65	11.69	11.75	11.48	11.55	11.63	11.80
	5	12.04	12.15	12.03	12.09	12.10	12.05	12.11	12.13	12.15	12.06	12.11
	6	12.09	12.02	11.95	11.86	12.08	12.06	11.80	12.10	11.90	12.09	11.97
	7	11.79	11.92	11.65	11.98	11.61	11.74	11.85	11.82	11.68	11.76	11.73
	8	11.91	11.82	11.72	11.69	11.79	11.84	11.71	11.81	11.69	11.87	11.79
3	1	14.87	14.95	14.84	14.86	14.84	14.80	14.91	14.96	14.94	14.94	15.06
	2	14.83	14.75	14.85	14.93	14.69	14.74	14.63	14.78	14.65	14.77	14.72
	3	14.77	14.90	14.83	14.81	14.93	14.73	14.80	14.83	14.95	14.79	14.98
	4	14.58	14.66	15.05*	14.85	14.65	14.79	14.60	14.71	14.59	14.90	14.68
	5	14.75	14.61	14.83	14.82	14.75	14.82	14.82	14.77	14.80	14.69	14.69
	6	15.01	14.73	14.74	15.08	14.87	14.95	15.17	14.84	15.11	14.83	15.10
	7	14.90	14.86	14.75	14.92	14.87	14.95	15.08	14.74	14.91	14.83	14.94
	8	15.14	15.04	14.86	15.06	15.13	15.05	14.99	15.04	15.09	15.14	14.79
4	1	16.45	16.54	16.39	16.62	16.40	16.67	16.47	16.74	16.56	16.57	16.66
	2	16.44	16.55	16.34	16.32	16.57	16.48	16.54	16.54	16.35	16.36	16.48
	3	16.74	16.87	16.49	16.81	16.59	16.79	16.51	16.81	16.71	16.88	16.53
	4	16.61	16.58	16.55	16.41	16.80	16.62	16.40	16.69	16.53	16.52	16.65
	5	16.59	16.72*	16.61	16.64	16.64	16.66	16.59	16.58	16.62	16.60	16.66
	6	17.00	16.95	16.75	16.96	16.64	16.79	16.94	16.54	16.80	16.72	16.90
	7	16.62	16.55	16.63	16.48	16.74	16.59	16.70	16.66	16.75	16.62	16.81
	8	16.59	16.72	16.6	16.58	16.73	16.77	16.69	16.77	16.78	16.56	16.55
5	1	28.90	29.10	29.21	29.07	29.07	29.10	29.24	29.27	29.05	29.10	28.85
	2	28.91	29.10	29.21	29.11	28.9	29.13	29.05	28.89	28.98	29.1	29.15
	3	28.96	29.28	29.01	29.34	29.22	29.17	29.10	29.37	29.06	29.37	29.14

	4	29.08	29.17	28.88	28.93	29.16	29.07	28.96	29.12	29.18	29.06	29.27
	5	29.14	29.09	28.94	29.05	29.09	28.88	29.02	29.00	29.05	29.10	29.16
	6	29.45	29.35	29.22	29.26	29.43	29.35	29.35	29.42	29.00	29.05	29.41
	7	29.37	29.25	29.12	29.16	29.33	29.29	29.25	29.34	29.00	28.95	29.29
	8	28.94	29.06	28.91	28.87	28.83	29.16	28.8	28.84	28.9	28.8	29.05
6	1	44.33	44.47	44.50	44.58	44.48	44.30	44.64	44.40	44.58	44.59	44.52
	2	44.33	44.19	44.48**	44.18	44.25	44.25	44.36	44.27	44.21	44.23	44.24
	3	44.37	44.59	44.60	44.42	44.50	44.39	44.51	44.46	44.57	44.38	44.31
	4	44.38	44.57	44.36	44.41	44.52	44.44	44.39	44.51	44.37	44.71*	44.49
	5	44.17	44.15	44.08	44.17	44.20	44.16	44.17	44.09	44.09	44.15	44.10
	6	44.14	44.24	44.12	44.31	44.43	44.22	43.93	44.43	44.12	44.29	44.24
	7	44.68	44.43	44.52	44.55	44.61	44.49	44.34	44.69	44.48	44.69	44.44
	8	44.44	44.34	44.54	44.48	44.39	44.22	44.21	44.42	44.51	44.42	44.29
7	1	55.10	55.15	55.31	54.91	54.99	54.98	54.87	55.11	55.31	55.00	54.90
	2	54.71	54.54	54.62	54.8	54.74	54.84	55.01	54.87	54.89	54.78	54.62
	3	55.07	54.88	54.93	55.11	55.02	54.91	55.06	54.86	54.92	54.97	55.05
	4	54.99	54.82	55.15	55.06	54.95	55.26	55.01	55.09	54.93	54.98	55.07
	5	55.08	55.16	55.07	55.10	55.04	55.16	55.08	55.07	55.07	55.10	55.05
	6	55.51**	55.29**	56.16**	55.52**	55.45**	55.61**	55.42**	54.95**	55.45**	55.00**	55.21**
	7	55.33	55.02	55.16	55.04	55.15	55.34	55.19	55.07	55.18	55.25	55.19
	8	54.97	55.19	55.21	55.2	55.00	55.01	55.23	54.97	55.16	55.09	54.91

附录 B
(资料性)

方法二 (X 射线荧光光谱法) 实验室间试验结果统计数据

表 B.1 五氧化二钨精密度数据

水平	实验室	质量分数/%										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1 (1#)	1	5.82	5.79	5.79	5.79	5.82	5.79	5.8	5.83	5.79	5.81	5.88**
	2	5.96	5.99	5.95	5.95	5.99	5.95	5.96	5.99	5.95	5.96	5.98
	3	5.67	5.67	5.68	5.58	5.69	5.68	5.66	5.62	5.65	5.59	5.67
	4	5.44	5.43	5.44	5.43	5.43	5.43	5.43	5.43	5.43	5.43	5.43
	5	6.17**	6.03**	5.92**	5.82**	5.93**	6.00**	5.84**	5.87**	5.76**	5.75**	5.83**
2 (2#)	1	13.48	13.47	13.43	13.48	13.41	13.48	13.44	13.5	13.43	13.45	13.49
	2	13.48	13.39	13.48	13.38	13.48	13.40	13.49	13.39	13.45	13.45	13.46
	3	13.57	13.58	13.59	13.50	13.69	13.49	13.72	13.73	13.56	13.64	13.59
	4	13.29	13.28	13.28	13.28	13.28	13.28	13.28	13.28	13.28	13.28	13.28
	5	13.76	13.83**	13.66	13.62	13.29**	13.53	13.62	13.58	13.77	13.60	13.54
3 (4#)	1	20.87	20.96	20.84	20.87	20.89	20.81	20.82	20.84	20.85	20.94	20.93
	2	20.87	20.72	20.81	20.86	20.73	20.80	20.87	20.72	20.81	20.84	20.72
	3	21.24	21.24	21.27	21.22	21.25	21.28	21.17	21.19	21.17	21.22	21.21
	4	20.52	20.55	20.54	20.54	20.54	20.55	20.53	20.52	20.52	20.54	20.53
	5	20.92	20.95	21.04	21.01	20.97	20.97	20.96	20.76	20.66	20.82	20.74
4 (6#)	1	26.29	26.28	26.26	26.26	26.25	26.31	26.29	26.32	26.29	26.30	26.14**
	2	26.12	26.30	26.08	26.29	26.07	26.27	26.35	26.29	26.23	26.17	26.22
	3	26.73	26.65	26.62	26.70	26.75	26.72	26.73	26.68	26.59	26.77	26.71
	4	25.79**	25.86**	26.15**	25.96**	26.08**	25.70**	25.82**	25.96**	25.96**	25.89**	25.83**
	5	26.36	26.43	26.53	26.49	26.49	26.35	26.71**	26.50	26.49	26.51	26.52
5 (13#)	1	37.48	37.38	37.46	37.48	37.41	37.49	37.51	37.48	37.56	37.47	37.46
	2	37.73	37.68	37.75	37.7	37.73	37.70	37.75	37.66	37.60	37.71	37.64
	3	37.48	37.38	37.46	37.48	37.41	37.49	37.51	37.48	37.56	37.47	37.46
	4	37.08	37.09	37.09	37.09	37.08	37.08	37.08	37.08	37.08	37.09	37.08
	5	37.49	37.53	37.63	37.55	37.59	37.68	37.74	37.65	37.70	37.70	37.68

表 B.2 五氧化二钨精密度数据

水平	实验室	质量分数/%										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1 (1#)	1	5.53	5.52	5.49	5.53	5.52	5.52	5.48	5.54	5.5	5.52	5.62
	2	5.69	5.68	5.53	5.67	5.68	5.52	5.67	5.67	5.55	5.68	5.67
	3	5.54	5.55	5.54	5.56	5.56	5.57	5.56	5.55	5.58	5.54	5.56
	4	5.44	5.43	5.44	5.44	5.44	5.44	5.44	5.44	5.44	5.44	5.43
	5	5.58	5.68	5.70	5.63	5.71	5.80	5.78	5.69	5.70	5.75	5.74
2 (2#)	1	11.80	11.84	11.82	11.85	11.82	11.83	11.81	11.84	11.82	11.77	11.81
	2	11.60	11.75	11.60	11.76	11.59	11.76	11.60	11.77	11.72	11.68	11.71

	3	11.87	11.85	11.86	11.9	11.89	11.87	11.89	11.86	11.89	11.84	11.85
	4	11.74	11.75	11.75	11.75	11.75	11.75	11.75	11.74	11.75	11.75	11.75
	5	11.85	11.93	12.05	12.13	12.10	12.25**	12.08	12.03	12.04	11.93	11.94
3 (4#)	1	14.66	14.74	14.62	14.6	14.69	14.55	14.54	14.64	14.52	14.65	14.66
	2	14.41	14.69	14.46	14.40	14.67	14.45	14.42	14.68	14.49	14.42	14.68
	3	14.69	14.75	14.76	14.73	14.72	14.68	14.61	14.52	14.73	14.65	14.74
	4	14.86	14.66	14.89	14.68	15.11	14.88	15.00	14.68	14.84	15.04	14.89
	5	14.58	14.66	14.82	14.90	14.83	14.93	14.76	14.80	14.82	14.79	14.93
4 (6#)	1	16.67	16.64	16.64	16.65	16.62	16.63	16.59	16.59	16.67	16.56	16.64
	2	16.47	16.47	16.47	16.44	16.47	16.52	16.49	16.48	16.43	16.50	16.46
	3	16.68	16.64	16.67	16.66	16.62	16.65	16.73	16.65	16.69	16.66	16.57
	4	16.55	16.56	16.56	16.56	16.56	16.56	16.55	16.56	16.56	16.56	16.55
	5	16.32	16.26	16.44	16.53	16.55	16.50	16.39	16.46	16.38	16.33	16.37
5 (9#)	1	29.45	29.29	29.29	29.46	29.36	29.39	29.43	29.48	29.3	29.25	29.38
	2	29.31	29.20	29.17	29.27	29.16	29.39	29.25	29.17	29.40	29.23	29.20
	3	29.24	29.31	29.38	29.42	29.37	29.44	29.26	29.29	29.32	29.41	29.32
	4	29.28	29.27	29.28	29.28	29.28	29.27	29.27	29.27	29.28	29.28	29.28
	5	29.78**	29.57	29.63	29.65	29.52	29.50	29.40	29.57	29.64	29.47	29.42
6 (12#)	1	44.58	44.73	44.67	44.8	44.76	44.81	44.58	44.60	44.84	44.8	44.85
	2	44.52	45.82**	44.78	44.86	44.54	45.18	44.63	45.01	44.68	44.82	44.72
	3	45.09	45.16	45.02	44.95	45.13	45.06	45.21	44.99	44.89	45.07	44.77
	4	44.44	44.42	44.43	44.31	44.58	44.61	44.30	44.16	44.16	44.55	44.50
	5	44.95	44.83	45.13	45.08	45.22	45.00	44.87	44.97	44.97	44.83	44.65
7 (8#)	1	55.35	55.48	55.71	55.64	55.65	55.6	55.58	55.59	55.32	55.38	55.5
	2	56.01**	56.23**	55.91**	56.01**	56.23**	54.95**	56.03**	56.26**	54.96**	56.05**	56.16**
	3	55.66	55.53	55.54	55.55	55.67	55.49	55.58	55.66	55.39	55.45	55.27
	4	55.04	55.07	55.05	55.05	55.05	55.04	55.06	55.04	55.05	55.07	55.06
	5	55.27	55.36	55.30	55.35	55.41	55.39	55.50	55.28	55.20	55.20	55.25

标准征求意见稿意见汇总处理表

标准项目名称：钽铁、铌铁精矿化学分析方法第 1 部分 钽、铌量的测定 重量法和 X 射线荧光光谱法

标准项目负责起草单位：赣州有色冶金研究所有限公司

承办人：刘名红

电话：18879160916

2023 年 12 月 28 日填写

序号	标准章条标号	意见内容	提出单位	处理意见	备注
1	草案 4.2.10	“色层纸：3 号色层纸切成 22 cm×28 cm,以硝酸铵溶液（4.2.7）浸湿整个长度的三分之二部分”。建议注明具体的长度为 XX cm、宽度为 XX cm。以便“浸湿整个长度的三分之二部分”的操作。	福建紫金矿冶测试技术有限公司	采纳	
2	草案 4.5.1	测定范围为 5%-60%，跨度较大，称样量均为 0.1g。建议增加称样量条件试验。	福建紫金矿冶测试技术有限公司	不采纳	调研钽铌企业反馈增加称样量会导致样品分解难度增加，同时钽铌色带在分离时效果变差
3	草案 4.6.3	色层纸需烘干三层，建议明确具体的烘干温度范围。	福建紫金矿冶测试技术有限公司	采纳	
4	草案 4.6.3	建议明确“量取长度”精确度的要求。	福建紫金矿冶测试技术有限公司	采纳	
5	草案 5.2.3~5.2.13	建议各金属元素氧化物烘干后，增加置于干燥器中冷却的描述。	福建紫金矿冶测试技术有限公司	采纳	
6	草案 5.8.2	建议“校准曲线的绘制”部分增加钽铌矿国家标准物质建线的相关描述。	福建紫金矿冶测试技术有限公司	采纳	
7	试验报告 2.1.18~2.1.21	移去标液的体积描述为“1.00mL”、“10.00mL”等。如稀释倍数较大，建议逐级稀释。如用量不多，建议配置为 100mL。	福建紫金矿冶测试技术有限公司	采纳	
8	试验报告中 2.6.4、3.9.1	建议增加五氧化二钽 50%-60%梯度的精密度试验。	福建紫金矿冶测试技术有限公司	采纳	

- 注
- (1) 发送《征求意见稿》的单位数：13个
 - (2) 收到《征求意见稿》后，回函的单位数：13个
 - (3) 收到《征求意见稿》后，回函并有建议或意见的单位数：1个。