



中华人民共和国国家标准

GB/T 15076.3—202×

代替GB/T 15076.3—2019、GB/T 15076.16—2008

钽铌化学分析方法 第3部分：铜、钠和钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Chemical Analysis Methods of Tantalum and Niobium—
Part 3: Determination of Copper, Sodium and Potassium Content— Flame atomic
absorption spectrometric method

（预审稿）

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

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 GB/T 15076《钽铌化学分析方法》的第3部分。GB/T 15076 已经发布了以下部分：

- 第1部分：钽中杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第2部分：钽中铌含量的测定 色层分离重量法；
- 第3部分：铜、钠和钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第4部分：铁含量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第5部分：钽中杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第6部分：钽中磷含量的测定 4-甲基-戊酮-[2]萃取分离磷钼蓝分光光度法；
- 第7部分：碳和硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第8部分：钽中铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锡、铅和锆量的测定 直流电弧原子发射光谱法；
- 第9部分：钽中多元素含量的测定 直流电弧原子发射光谱法；
- 第10部分：钽中磷量的测定 乙酸乙酯萃取分离磷钼蓝分光光度法；
- 第11部分：氧和氮含量的测定 脉冲加热红外吸收法和热导法；
- 第12部分：氢含量的测定 脉冲加热红外吸收法。

本文件代替 GB/T 15076.3-2019《钽铌化学分析方法 第3部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法》、GB/T 15076.16-2008《钽铌化学分析方法 钠量和钾量的测定》，与 GB/T 15076.3-2019、GB/T 15076.16-2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 删除了 GB/T 15076.16-2008 方法2（见第1章，2008年版的第10章）；
- 修改了测定样品种类，将“钽铌”扩充至“钽、铌、氧化物及其氢氧化物”（见第1章，2008年版的第1章和2019年版的第1章）；
- 修改了钠和钾的测定范围，由“0.0005%~0.020%”调整为“0.0003%~0.020%”（见第1章，2008年版的第1章）；
- 增加了“规范性引用文件”（见第2章）；
- 增加了“术语和定义”（见第3章）；
- 修改了“原理”的表述，将两个标准进行整合，需要对原理进行更改表述（见第4章）；
- 修改“试样”为“样品”，并修改了粒度要求（见第7章）；
- 修改了钠、钾的称样量和定容体积（见8.1）；
- 修改了“测定”为分析试液的制备、标准系列溶液的制备、测定三个小节（见8.4、8.5、8.6）；
- 修改了“分析结果的计算”为“试验数据处理”，增加了有效位数的保留方法以及数值修约按 GB/T 8170 的规定执行（见第9章）；

——修改了“试验报告”的条款内容（见第11章）。

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。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：西安汉唐分析检测有限公司、宁夏东方钽业股份有限公司、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、九江有色金属冶炼有限公司、广东省科学院工业分

GB/T 15076.3—202×

析检测中心、国标（北京）检验认证有限公司、金堆城钼业股份有限公司、承德天大钒业股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司。

本文件主要起草人：

本文件所代替标准的历次版本发布情况为：

- 1994年首次发布为GB/T 15076.3-1994；
- 2008年首次发布为GB/T 15076.16-2008；
- 2019年第一次修订为GB/T 15076.3-2019；
- 本次为第二次修订。

引 言

钽、铌及其氧化物、氢氧化物是支撑电子信息、新能源、航空航天等领域发展的关键战略材料。为落实“国家标准化发展纲要”，深化标准化改革创新，优化存量标准结构，以着力提升标准质量效益，并统筹标准制定与实施，将 GB/T 15076.3—2019《钽铌化学分析方法 第3部分：铜量的测定火焰原子吸收光谱法》和 GB/T 15076.16—2008《钽铌化学分析方法 钠量和钾量的测定》进行整合修订。

GB/T 15076《钽铌化学分析方法》由12部分构成。本文件为第3部分：

- 第1部分：铌中杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第2部分：钽中铌含量的测定 色层分离重量法；
- 第3部分：铜、钠和钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第4部分：铁含量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第5部分：钽中杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第6部分：铌中磷含量的测定 4-甲基-戊酮-[2]萃取分离磷钼蓝分光光度法；
- 第7部分：碳和硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第8部分：钽中铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锡、铅和锆量的测定 直流电弧原子发射光谱法；
- 第9部分：铌中多元素含量的测定 直流电弧原子发射光谱法；
- 第10部分：钽中磷量的测定 乙酸乙酯萃取分离磷钼蓝分光光度法；
- 第11部分：氧和氮含量的测定 脉冲加热红外吸收法和热导法；
- 第12部分：氢含量的测定 脉冲加热红外吸收法。

本文件完善了钽、铌及其氧化物、氢氧化物的生产产业链，对提钽及铌合金产品质量、扩大应用领域、开拓产品市场具有重要意义。

钽铌化学分析方法

第3部分：铜、钠和钾含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本文件描述了钽、铌、氧化物及其氢氧化物中铜含量、钠含量和钾含量的测定方法。

本文件适用于钽、铌、氧化物及其氢氧化物中铜含量、钠含量和钾含量的测定。测定范围：Cu：0.000 2%~0.060%、Na、K：0.0003%~0.020%。

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

3 术语和定义

GB/T 17433 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

试料以氢氟酸和硝酸溶解，测铜时需经硫酸冒烟后，加入适量硝酸，煮沸，使钽、铌充分水解并干过滤以除去钽、铌基体，取滤液于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处测量其吸光度并计算铜含量；测钽中钠、钾需在稀硝酸介质中，以三氯化铝掩蔽氟，加氯化铯消除电离，于原子吸收光谱仪波长 K766.5 nm、Na589.0 nm 处，使用空气-乙炔火焰，分别测量钾、钠的吸光度并计算其含量。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，二级。

5.2 氢氟酸（ $\rho=1.14$ g/mL）。

5.3 硝酸（ $\rho=1.42$ g/mL）。

5.4 硫酸（ $\rho=1.84$ g/mL）。

5.5 硫酸（1+1）。

5.6 铜标准贮存溶液：称取 1.0000 g 金属铜（ $w_{\text{Cu}}\geq 99.99\%$ ）置于 300 mL 烧杯中，加入 40 mL 硝酸

(5.3)微热溶解。煮沸,驱除氮的氧化物,取下冷却,移入 1000 mL 容量瓶中,加入 50 mL 硝酸(5.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。

5.7 铜标准溶液:移取 10.00 mL 铜标准贮存溶液(5.6)于 1000 mL 容量瓶中、补加 10 mL 硝酸(5.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铜。

5.8 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 0.0001%,钠含量不大于 0.0001%)于 200 mL 烧杯中,加 60 mL 水溶解后,用水稀释至 100 mL。

5.9 钠标准贮存溶液:准确称取 2.5421 g 基准氯化钠(预先在 450 $^{\circ}\text{C}$ ~500 $^{\circ}\text{C}$ 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 1000 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。

5.10 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 μg 钠。

5.11 钾标准贮存溶液:准确称取 1.9068 g 优级纯氯化钾(预先在 450 $^{\circ}\text{C}$ ~500 $^{\circ}\text{C}$ 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 1000 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。

5.12 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 μg 钾。

5.13 钠、钾混合标准溶液:分别移取钠标准溶液(5.10)和钾标准溶液(5.12)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 μg 钠和 5 μg 钾。

5.14 氯化铯溶液(20 g/L):称取 2 g 结晶氯化铯($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (钾含量不大于 0.0001%,钠含量不大于 0.0001%)于 100 mL 烧杯中,加 50 mL 水溶解后,用水稀释至 100 mL。

5.15 金属钽、铌(主含量不小于 99.99%,钾含量不大于 0.0001%,钠含量不大于 0.0001%)。

6 仪器设备

原子吸收光谱仪,附铜、钠和钾空心阴极灯。

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:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,铜的特征浓度应不大于 0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、钠的特征浓度应不大于 0.0186 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、钾的特征浓度应不大于 0.0355 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——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 1.0%;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%。

——工作曲线线性:将标准曲线按浓度等分成五段,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 0.70。

7 样品

7.1 试样可以是块状、碎屑或粉末状,需从铸锭顶部 10 cm 处至中部任一部位,用刨床去除表皮后刨屑取样,所取块状、碎屑颗粒大小要均匀,并且颗粒要尽量小。

7.2 钽、铌的氧化物、氢氧化物应预先在 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

8 试验步骤

8.1 试料

按表 1 称取试料（7），精确至 0.0001 g。

表 1 称样量

铜的质量分数	试料量（7） g	补加硝酸（5.3） mL	定容体积 mL
0.0002~0.0030	1.00	5	50
>0.0030~0.020	0.20	5	50
>0.020~0.060	0.10	10	100
钠、钾的质量分数 %	试料量（7） g	补加硝酸（5.3） mL	定容体积 mL
0.0003~0.0040	0.50	5	50
>0.0040~0.020	0.20	5	50

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 分析试液的制备

8.4.1 测试铜的分析试液

将试料（8.1）置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯（或铂金皿）中，加入 2 mL~4 mL 氢氟酸（5.2），然后逐滴加入 2 mL 硝酸（5.3），低温加热至溶解完全（氧化物需采用微波消解）。冷却后加入 2 mL~5 mL 硫酸（5.5），继续加热蒸发冒硫酸白烟，待烧杯中出现白色沉淀物时取下冷却，吹洗杯壁，按表 1 补加适量硝酸（5.3），煮沸，取下冷却至室温。按表 1 将溶液连同水解物一起移入容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀后干过滤，弃去沉淀，滤液用 100 mL 聚四氟乙烯烧杯承接；用温热 2% 稀硝酸洗涤沉淀 4~5 次，洗液全部并入滤液中；将滤液低温蒸发至 30 mL 左右，冷却至室温，转入表 1 对应体积的塑料容量瓶，以水定容至刻度，摇匀，待测。

8.4.2 测试钠、钾的分析试液

将试料（8.1）置于 30 mL 聚四氟乙烯烧杯（或铂金皿）中，以少许水湿润，加入 2 mL 氢氟酸（5.2），缓慢滴加 1.0 mL 硝酸（5.3），于低温电炉上加热至溶解完全，若样品溶解不完全，可适当补加氢氟酸（5.2）至完全溶解（氧化物需采用微波消解）。浓缩样品体积至近干但不应完全蒸干，取下稍冷后立即加入 5.0 mL 硝酸（5.3）复溶。加入 4 mL 三氯化铝溶液（5.8）和 2 mL 氯化铯溶液（5.14）。将试液移入 50 mL 塑料容量瓶中，用少量水洗涤聚四氟乙烯烧杯（或铂金皿）3~4 次，用水稀释至刻度，混匀。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 铜工作曲线的绘制

移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铜标准溶液(5.7) 于 7 个 100 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 硝酸(5.3), 以水稀释至刻度, 摇匀。

8.5.2 钠、钾工作曲线的绘制

8.5.2.1 标准曲线 I

钠、钾含量 0.0003%~0.0040%: 称取 0.5 g 的 5 份钽或铌基体 (5.15) 分别置于 30 mL 聚四氟乙烯烧杯 (或铂金皿) 中, 移取 0 mL、0.30 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL 钠、钾混合标准溶液 (5.13), 以下步骤按 8.4.2 操作。

8.5.2.2 标准曲线 II

钠、钾含量 0.0040%~0.020%: 称取 0.2 g 的 5 份钽或铌基体 (5.15) 分别置于 30 mL 聚四氟乙烯烧杯 (或铂金皿) 中, 移取 0 mL、0.50 mL、2.00 mL、5.00 mL、8.00 mL 钠、钾混合标准溶液 (5.13), 以下步骤按 8.4.2 操作。

8.6 测定

于原子吸收光谱仪被测元素波长 Cu324.7 nm 处、Na589.0 nm 处和 K766.5 nm 处, 使用空气-乙炔火焰, 用水调零, 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, 以被测元素的浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。在与测试标准曲线系列溶液相同的条件下, 测定试液 (8.4) 的吸光度, 减去随同试料的空白试液的吸光度, 从工作曲线查出相应元素的质量浓度。

9 试验数据处理

被测元素含量以铌的质量分数 w_x 计, 按式 (1) 计算:

$$w_x = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_1 ——从工作曲线上查得的测定溶液中被测元素的质量浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——从工作曲线上查得的空白溶液中被测元素的质量浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

V ——试液总体积, 单位为毫升 (mL);

m ——试料的质量, 单位为克 (g)。

计算结果小于 0.001% 时, 保留一位有效数字; 结果大于或等于 0.001% 时, 保留两位有效数字。数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

10 精密度

10.1 重复性

在重复性条件下获得的独立测试结果的测定值, 在以下给出的平均值范围内, 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或外延法求得。

表 2 重复性限

$w_{Cu}/\%$				
$r/\%$				
$w_{Na}/\%$				
$r/\%$				
$w_K/\%$				
$r/\%$				

10.2 再现性

10.2.1 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，在以下给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差不大于再现性限（ R ），超过再现性限（ R ）的情况不超过5%。再现性限（ R ）按表3数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3 再现性限

$w_{Cu}/\%$				
$R/\%$				
$w_{Na}/\%$				
$R/\%$				
$w_K/\%$				
$R/\%$				

11 试验报告

试验报告应至少包括以下内容：

- 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；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。