

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

编

制

说

明

（预审稿）

西安汉唐分析检测有限公司

2026 年 7 月

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

编制说明

一、工作简况

（一）任务来源

根据国家标准化管理委员会《国家标准委关于下达2026年第一批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》的要求，国家标准《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》的主编单位为西安汉唐分析检测有限公司，归口单位为全国有色金属标准化技术委员会，项目计划编号为20260478-T-610，项目周期为16个月，计划完成年限为2026年12月。

（二）修订背景

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。当前全球钽铌氧化物年总产量约1.8~2.0万吨，其中五氧化二钽7500~8000吨、五氧化二铌1.0~1.2万吨，叠加氢氧化铌等产品，整体市场规模达32~35亿美元，应用主要集中于电子陶瓷与MLCC、半导体及光学镀膜领域，同时在固态电池等新能源方向需求快速增长。我国作为全球最重要的生产与消费国，2025年钽铌及氧化物总产量已达1.09万吨，市场规模约75.6亿元，氢氧化铌年消费量约8000吨，国内应用中超六成集中于电子信息产业，新能源、高温合金、化工催化等领域占比持续提升，尽管产业规模领先，但4N及以上高纯钽铌化合物仍存在约38%的进口依赖。未来随着车规级电子元件、半导体材料国产化及新能源产业快速发展，全球及我国钽铌及其化合物市场将保持8%~11%的年均增速，高端化、精细化成为行业核心发展趋势。

而这些产品中铜、钠、钾等杂质元素的精准测定，对保障产品品质与应用性能具有关键意义。铜作为过渡金属杂质，易影响材料的介电性能、绝缘特性与高温稳定性，显著降低电子陶瓷、MLCC及半导体器件的可靠性与使用寿命；钠、钾等碱金属离子具有较强迁移性，在高温、电场环境下易引发漏电、击穿及结构劣化，严重制约高纯钽铌及其化合物在高端电子、光学镀膜及新能源领域的使用。因此，严格控制并准确测定铜、钠、钾含量，是实现钽铌材料高纯化、高端化的重要前提，直接关系到下游产品的稳定性、一致性及国产化替代进程，对提升材料整体品质与行业竞争力至关重要。

现行钽铌合金测定铜含量的方法标准为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》，测定钠、钾含量的方法标准为GB/T 15076.16—2008《钽铌化学分析方法 钠量和钾量的测定》。两种方法都是采用原子吸收光谱法进行测定，计算得到各元素的含量，自方法原理到方法步骤都具有高度的类似性与相关性。整合修订后的GB/T 15076.3《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》提高了现行标准的统一性和协调性，增强了标准的实用性和可操作性，方便标准使用者查询、理解并使用。

同时，随着我国科技发展，目前我国钽、铌及其氧化物、氢氧化物中，铜最低可控制至0.1ppm~2ppm、钠0.3ppm~5ppm、钾0.3ppm~10ppm；工业级产品按国标稳定控制在铜 ≥ 2 ppm、钠 ≥ 5 ppm、钾 ≥ 10 ppm，现行标准虽能够满足使用要求，但测定钠、钾元素时检测稳定性略差，因此本方法增加氯化铯电离抑制剂，以实现更高精度的检测。。

（三）主要参加单位和工作成员及其所作的工作

1.主要参加单位及其分工

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、承德天大钼业股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司。

西安汉唐分析检测有限公司作为标准主编单位，在工作前期，对钽、铌、氧化物及其氢氧化物中铜、钠和钾含量的检测需求和现阶段国内外检测方法现状进行了充分的调研和梳理。在标准制定过程中，完成了修订意见的征集与调研；撰写了标准文件、研究报告和编制说明。宁夏东方钽业股份有限公司为一验单位，主要负责对试验方案中的条件试验进行验证，提供精密度和准确度测试数据，并对标准文本提出修改意见和建议；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、承德天大钼业股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司为二验单位，主要负责提供精密度试验数据，并对标准文本提出修改意见和建议。

西安汉唐分析检测有限公司是西北有色金属研究院控股的国有检验检测机构。是我国最早开展稀有金属材料分析检测与评价研究的专业机构，先后承担了研制载人航天、大飞机等多种关键金属材料及制品的检测任务，是稀有金属材料检测领域的国家级平台和权威仲裁机构，是中国有色金属工业西北质量监督检验中心、国家新材料测试评价平台西安区域中心（筹）、工业(稀有金属)产品质量和技术评价实验室、国家标准样品定点研制单位、陕西省有色金属材料产业计量测试中心等 20 多个创新平台的依托单位。

其他公司的简介

2.主要参与人员及其分工

刘雷雷负责分析方法的研究与梳理，撰写标准文本、研究报告和编制说明；张小燕负责试验样品收集和分发、实验室征集、意见汇总与处理、统计数据等。其他一验，二验单位人员。

（四）主要工作过程

西安汉唐分析检测有限公司联合各参编单位成立了标准编制组，对标准编写工作进行了部署和分工，研究确定了技术路线和试验方案，积极开展标准验证工作和统计工作。主要工作过程经历了以下几个阶段。

1. 预研阶段

2025 年 8 月，西安汉唐分析检测有限公司调研标准使用单位、生产单位的修订意见与需求，整理完成《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》标准项目建议书、标准草案及标准项目申报书。

2. 立项阶段

2025 年 8 月，西安汉唐分析检测有限公司向全国有色金属标准化技术委员会提交了《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》标准项目建议书、标准草案及标准项目申报书等材料，全体委员会议论证为同意国家标准立项。由秘书处组织委员投票，投票通过后转报国家标准化管理委员会，并挂网向社会公开征求意见。

2025 年 12 月，国家标准化管理委员会下达《国家标准委关于下达 2026 年第一批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》文件通知，正式下达标准制定任务。项目计划编号为 20260478-T-610，项目周期为 16 个月，计划完成年限为 2026 年 12 月，归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

3.起草阶段

（1）任务落实

2025 年 11 月，在杭州举办的全国有色金属标准化技术委员会及各分技术委员会上，形成《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》标准任务落实会议纪要。会上确定了该标准由西安汉唐分析检测有限公司牵头制定，一验单位宁夏东方钽业股份有限公司，二验单位为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。

（2）样品收集及试验研究

2026 年 3 月，西安汉唐分析检测有限公司搜集合适的钽铌、氧化物及氢氧化物，完成分析方法样品的收集工作。2026 年 4 月，西安汉唐分析检测有限公司开展了大量的系统性试验研究，包括检出限的测定，稳定剂氯化铯用量的选择、加热生成沉淀时间的影响，形成《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》讨论稿和试验报告。

（3）试验验证

2026 年 6 月 28 日，西安汉唐分析检测有限公司将《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》讨论稿、研究报告和验证样品寄给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和中国有色桂林矿产地质研究院有限公司。一验单位开展方法系列条件试验、检出限、定量限、精密度的试验验证。二验单位进行精密度试验。

2026 年 7 月 12 日，西安汉唐分析检测有限公司陆续收到各验证单位的验证报告及反馈意见，将意见汇总处理，对精密度数据进行统计和分析，进一步优化和完善《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》试验步骤、讨论稿和编制说明。

（4）标准讨论会

2026 年 4 月 21 日～24 日，全国稀有金属标准化技术委员稀有金属分标委在重庆召开《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》标准讨论会。来自有色金属技术经济研究院有限责任公司、宁夏东方钽业股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、国标（北京）检验认证有限公司、宝钛集团有限公司、国合通用测试评价股份公司、金堆城钼业股份有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、西部超导材料科技股份有限公司、承德天大钒业有限责任公司、新疆湘润新材料科技有限公司等 30 余名代表参会。主编单位对《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》讨论稿、编制说明和征集意见汇总处理进行了汇报，与会专家代表对本标准文件进行了审阅和讨论，并提出了宝贵意见。会后，标准编制组汇总梳理各参会单位提出的意见与建议，对标准讨论稿及编制说明逐条开展修改、补充与完善工作。

4. 征求意见阶段

（1）标准在线征求意见

编制组通过发函、中国有色金属标准质量信息网上公开和会议等形式对《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》征询意见。

（2）标准征求意见会议

5. 送审阶段

二、标准化文件编制原则

本标准起草过程遵循以下原则。

（一）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》的要求进行编写的；并按照 GB/T 6379.2—2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 2 部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》进行试验设计和数理统计分析。

（二）先进性

钽铌合金凭借其优异性能，在我国众多领域发挥着关键作用。

钽及其合金因其卓越的物理和化学性质，在我国电子行业、医疗领域、宇航工业等领域得到了广泛应用。钼合金则在航空航天领域、核能行业、高端制造业以及军事领域展现了其独特的优势。

根据工信部原函（2023）367 号《重点新材料首批次应用示范指导目录（2024 年版）》要求，超薄超宽金属钼带被列为先进基础材料。《产业结构调整指导目录（2024 年本）》将高纯钼铌材料制备技术列为鼓励类发展方向，《“十四五”原材料工业发展规划》将稀有金属高纯化、功能化作为重点任务，支持高纯钼铌化合物、电子级氧化物及氢氧化物的研发与产业化。而《国家支持发展的重大技术装备和产品目录（2025 年版）》也将“航天发动机用高温钼合金加工材”列为关键原材料，明确其进口关键零部件及材料享受税收支持政策。该目录还覆盖了钼合金在飞机结构件、涡轴发动机热端部件等高端装备中的应用。工信部联合多部门印发的《有色金属行业稳增长工作方案（2025—2026 年）》进一步聚焦超高纯稀有金属材料攻关，推动关键材料在电子信息、半导体及新能源领域的国产化替代。一系列国家级政策从资源保障、技术创新、产业升级等方面持续发力，为钼铌氧化物及氢氧化物的研发、生产与应用提供了坚实的政策支撑。

GB/T 15076 系列《钼铌化学分析方法》对各个元素的检测比较分散，其中 GB/T 15076.3—2019、GB/T 15076.16—2008 的测定方法均为火焰原子吸收光谱法，为满足现阶段更大检测范围测要求以及响应国家对标准整合的要求，能够较好地满足钼铌合金工业发展对产品中铜、钠和钾含量测定的要求。通过对标准整合修订，使钼铌合金国家标准分析方法与国际先进水平接轨，有利于保证分析结果的一致性，提高进出口贸易中产品技术指标的互信度。

本标准为 GB/T 15076.3—2019 和 GB/T 15076.16—2008 的修订，修订后测定范围为 Cu: 0.0002%~0.060%、Na、K: 0.0003%~0.020%。可满足目前行业内所有钼、铌、氧化物及其氢氧化物中铜、钠和钾量的测定需求，体现了行业内对钼、铌、氧化物及其氢氧化物化学成分分析的技术水平，具有先进性、可操作性。

（三）适用性

本标准以满足我国钼、铌、氧化物及其氢氧化物实际检测需求为原则，能够满足客户需求及钼铌的相关产品标准要求的测定元素及范围，对生产企业的技术进步产生积极的促进作用。

（四）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

（一）技术内容的变化

原子吸收法测定钼铌、氧化物及其氢氧化物中铜、钠和钾含量分别发布于 2008 年和 2019 年的国家标准，已有多年的历史，随着科技生产水平的发展，对其含量的测定提出了更高的要求。本次整合修订主要进行了结构调整、编辑性改动以及相同内容的整合修订，同时钠和钾测定更改了称样量及定容体积，并加入了氯化铯电离抑制剂，测定范围由 Na、K: 0.0005%~0.020%修改为 Na、K: 0.0003%~0.020%。

(二) 测定范围

本标准的测定范围：Cu 为 0.000 2%~0.060%、Na、K 为 0.0003%~0.020%。

(三) 铜元素的测定

3.1. 工作曲线及仪器综合性能

3.1.1 工作曲线

试验证实：在选定的工作条件，于 324.7 nm 波长下，铜量在 0~1μg/mL 浓度范围内符合朗伯比尔定律，各标准溶液吸光度值和线性关系见表 1 和图 1。

表 1 铜工作曲线吸光度

浓度 μg/mL	0	0.05	0.1	0.2	0.4	0.8	1.0
吸光度	0.000	0.006	0.014	0.026	0.055	0.108	0.135

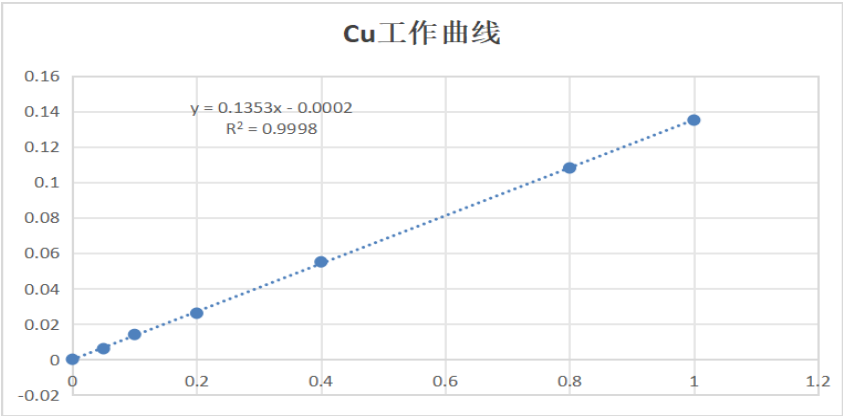


图 1 铜工作曲线

分别测定 10 次 0.05μg/mL 和 1.0μg/mL 铜标准溶液的吸光度，结果见表 2。

表 2 铜工作曲线的精密度

浓度 μg/mL	吸光度	平均值	标准偏差	相对标准偏差 %
0.05	0.006、0.007、0.005、0.006、0.006、0.007、 0.006、0.006、0.005、0.006	0.006	0.00067	11.11
1.0	0.135、0.131、0.135、0.136、0.132、0.133、 0.136、0.134、0.136、0.137	0.135	0.00196	1.46

3.1.2 工作曲线线性

工作曲线回归方程为： $A=k_1C+k_0=0.1353X-0.0002$ ，线性相关系数 0.9998；标准溶液中浓度最大点吸光度值为 0.135，将工作曲线按浓度分成五段，最高段吸光度的差值与最低段吸光度的差值之比为 $\frac{0.135-0.108}{0.026}=1.04$ 。

3.1.3 灵敏度/特征浓度

根据工作曲线，按照下式计算特征浓度： $C = \frac{\Delta C \times 0.0044}{\Delta A} = 0.033 \mu\text{g/mL}$ 。

3.1.4 精密度最低要求

用最高浓度的标准溶液，测量 10 次吸光度，计算平均值和标准偏差。该标准偏差与该吸光度平均值的比值为： $\frac{0.0019}{0.135} \times 100\% = 1.45\%$ 。用最低浓度的标准溶液，测量 10 次吸光度，计算其标准偏差。

该标准偏差与最高浓度标准吸光度平均值的比值为： $\frac{0.00067}{0.135} \times 100\% = 0.50\%$ 。

3.1.5 检出限

以空白溶液 10 次测定浓度标准偏差的 3 倍所对应的浓度作为检出限。见表 3。

表 3 方法检出限

元素	空白溶液浓度值/ (μg/mL)	SD/ (μg/mL)	检出限/ (μg/mL)
Cu	0.018、0.018、0.024、0.015、0.023、0.022、0.014、0.023、0.018、0.016	0.0036	0.011

3.1.6 仪器综合性能要求

根据以上数据，当采用火焰原子吸收法测定铜元素时，原子吸收光谱仪的工作指标至少应满足如下要求：

- (1) 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 0.05μg/mL；
- (2) 精密度最低要求：用最高浓度的标准溶液，测量 10 次吸光度，计算平均值和标准偏差。该标准偏差不应超过该吸光度平均值的 1.0%。用最低浓度的标准溶液（不是浓度为零的标准溶液），测量 10 次吸光度，计算其标准偏差。该标准偏差不应超过最高浓度标准吸光度平均值的 0.6%；
- (3) 工作曲线的线性：将工作曲线按浓度分成五段，最高段吸光度的差值与最低段吸光度的差值之比应不小于 0.80。

3.2 酸度对铜测定的影响

样品在溶解过程中会用到硝酸、氢氟酸和硫酸，试验讨论了不同浓度的硝酸、氢氟酸和硫酸对 1μg/mL 铜标准溶液吸光度值的影响。结果见表 4、表 5 和表 6。由表中数据可见，15%以内的硝酸介质、1%以内的氢氟酸和 5%以内的硫酸对铜的测定没有影响。在本实验方案中，硫酸冒烟将氢氟酸挥发除尽；硫酸冒烟 5min 后，剩余量不超过 2mL；对铜的测定均没有影响。硝酸根据定容体积不同，选择 5 mL 或 10mL，保证铜的复溶结果并匹配测定酸度。

表 4 硝酸浓度对铜测定的影响

硝酸浓度/%	0	1	2	5	10	15
吸光度	0.135	0.134	0.135	0.134	0.134	0.135

表 5 氢氟酸浓度对铜测定的影响

氢氟酸浓度/%	0	0.1	0.2	0.5	1
吸光度	0.135	0.133	0.133	0.134	0.134

表 6 硫酸浓度对铜测定的影响

硫酸浓度/%	0	0.2	0.5	1.0	2.0	3.0	5.0
吸光度	0.135	0.135	0.134	0.135	0.133	0.135	0.135

3.3 钽、铌对铜测定的影响

为研究钽、铌对铜测定的影响，于多个 50mL 容量瓶中配置 0 μg/mL 和 1.0 μg/mL 两种不同浓度的铜标准溶液，分别加入不同量的钽和铌（0.5mg、5mg、0.1g、0.2g、0.5g、1.0g）后，于原子吸收光谱仪测定其铜的含量。测定结果见表 7 和表 8。

从表中可见，当钽、铌浓度小于 100 μg/mL 时，对铜的测定没有干扰。当钽、铌含量大于 2 mg/mL 时，随着钽、铌量的增加，对铜的测定会产生一定的正干扰。

注： 钽铌加入形式： 5 mg 以下，以 1mg/mL 的钽、铌标准溶液形式加入； 0.1g 以上，称取纯铌和纯钽（钽含量不小于 99.99%，铜含量<0.0001%），按实验方法用硝酸、氢氟酸溶解后，直接转入容量瓶中。

表 7 钽对铜测定的影响

加入钽量	0.5 mg	5 mg	0.1 g	0.2 g	0.5 g	1.0 g
钽浓度	10 μg/mL	100 μg/mL	2 mg/mL	4 mg/mL	10 mg/mL	20 mg/mL
Cu 标准溶液浓度/（μg/mL）	测定浓度（μg/mL）					
0	0.000	0.000	0.004	0.015	0.019	0.052
1.0	1.000	1.000	1.001	1.020	1.022	1.035

表 8 铌对铜测定的影响

加入铌量	0.5 mg	5 mg	0.1 g	0.2 g	0.5 g	1.0 g
铌浓度	10 μg/mL	100 μg/mL	2 mg/mL	4 mg/mL	10 mg/mL	20 mg/mL
Cu 标准溶液浓度（μg/mL）	测定浓度（μg/mL）					
0	0.000	0.000	0.032	0.052	0.091	0.158
1.0	1.000	1.000	1.018	1.045	1.056	1.083

3.4 赶酸程度对检测结果及基体残留的影响

表 9 赶酸程度对检测结果及基体残留的影响

试验条件	Cu 0.0005%	滤液 Ta 残留 μg/g	滤液 Nb 残留 μg/g	结论
未赶 HF，直接水解	2.1	12000	8500	Ta/Nb 基本不沉淀，基体干扰极强
赶至湿盐状（HF 未除净）	3.8	1800	1200	沉淀不完全，仍有大量基体残留
赶至湿盐状，HF 除净	4.9	45	28	沉淀完全，基体干扰可忽略
完全蒸干结块	4.0	120	80	水解困难，结果偏低

在研究过程中，曾尝试加热至硫酸烟冒尽，以期提高钽、铌的水解效率。但发现当硫酸烟冒尽后，钽、铌水解物在烧杯底部结块现象明显，加入硝酸后如果煮沸不充分，有时会产生复溶不完全的情况；另外实验采用的是聚四氟乙烯烧杯，当硫酸烟冒尽后，如未及时取下烧杯，很容易造成烧杯受热变形甚至损坏。因此，最终方法确定为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，加硝酸复溶铜，定容后干过滤得到滤液。

（四）钠、钾元素的测定

4.1 工作曲线及仪器综合性能

4.1.1 工作曲线

试验证实：在选定的工作条件，于 Na589.0 nm、K766.5 nm 波长下，钠量在 0~0.8μg/mL 浓度范围

内符合朗伯比尔定律，各标准溶液吸光度值和线性关系见表 10、表 11 和图 2、图 3：

表 10 钠工作曲线吸光度

浓度 (μg/mL)	0	0.05	0.1	0.2	0.4
吸光度	0.000	0.035	0.085	0.165	0.336
浓度 (μg/mL)	0	0.05	0.2	0.5	0.8
吸光度	0.000	0.048	0.175	0.416	0.699

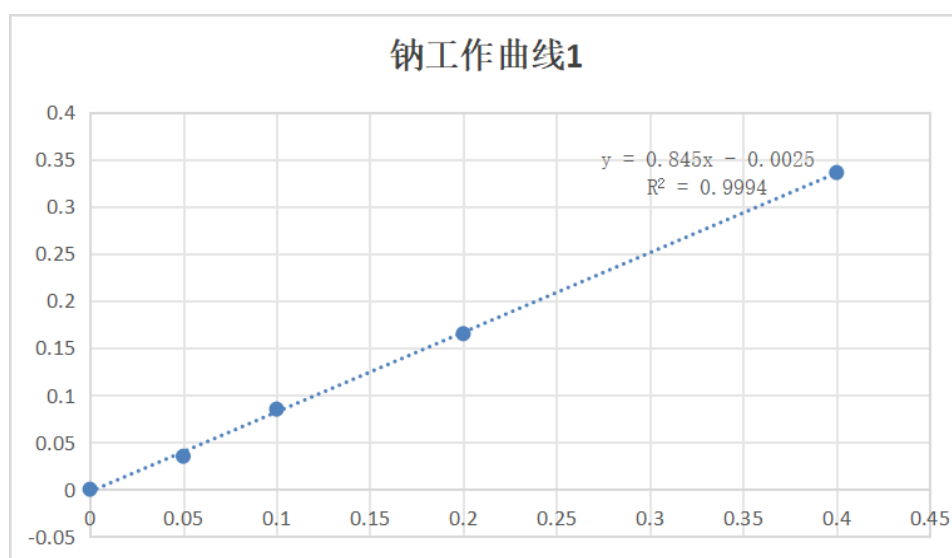


图 2 钠工作曲线 1

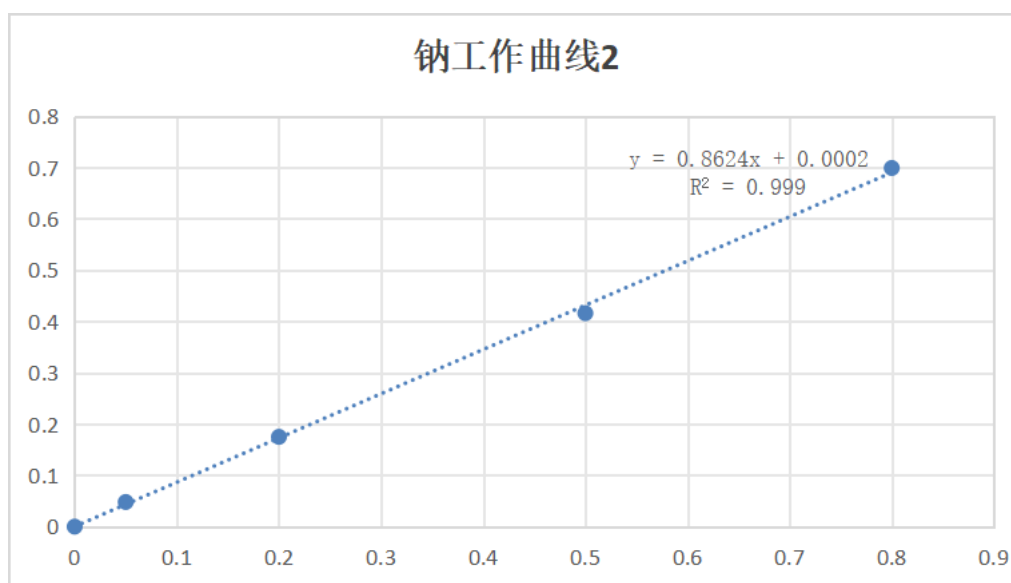


图 3 钠工作曲线 2

表 11 钾工作曲线吸光度

浓度（μg/mL）	0	0.05	0.1	0.2	0.4
吸光度	0.000	0.022	0.049	0.095	0.196
浓度（μg/mL）	0	0.05	0.2	0.5	0.8
吸光度	0.000	0.028	0.118	0.289	0.474

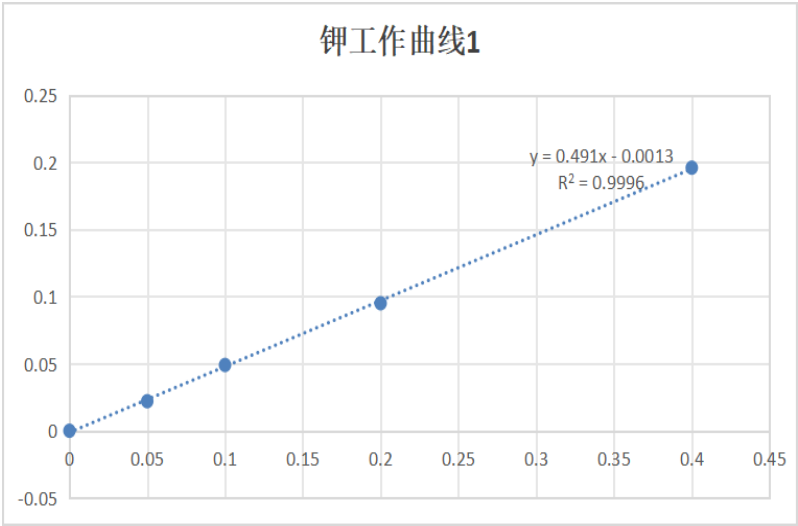


图 4 钾工作曲线 1

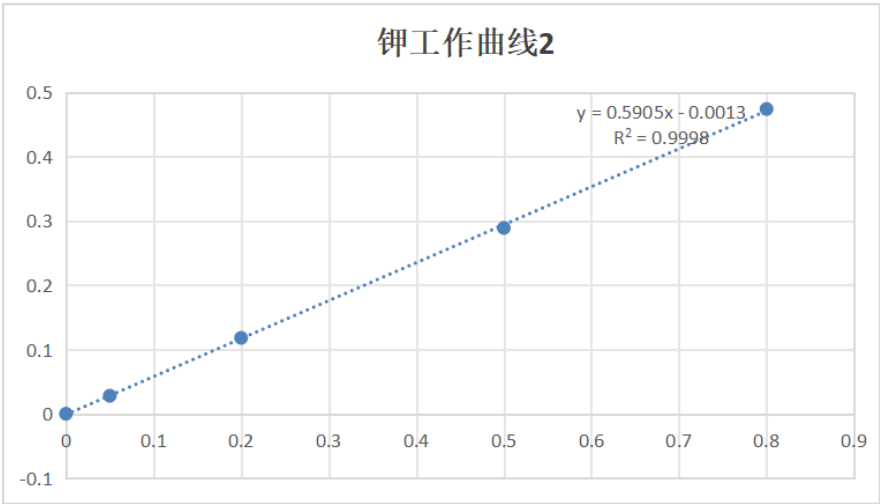


图 5 钾工作曲线 2

4.1.2 工作曲线线性

根据工作曲线回归方程，将工作曲线按浓度分成五段，最高段吸光度的差值与最低段吸光度的差值之比为分别为钠工作曲线 1：0.94，钠工作曲线 2：1.10；钾工作曲线 1：0.98，钾工作曲线 2：1.14。

4.1.3 灵敏度/特征浓度

根据工作曲线，按照下式计算特征浓度： $C_{Na} = \frac{\Delta C \times 0.0044}{\Delta A} = 0.0048 \mu\text{g/mL}$ ；
 $C_K = \frac{\Delta C \times 0.0044}{\Delta A} = 0.0097 \mu\text{g/mL}$ 。

4.1.4 精密度最低要求

钠：用最高浓度的标准溶液，测量 10 次吸光度，计算平均值和标准偏差。该标准偏差与该吸光度平均值的比值为： $\frac{0.0064}{0.699} \times 100\% = 0.92\%$ 。用最低浓度的标准溶液，测量 10 次吸光度，计算其标准

偏差。该标准偏差与最高浓度标准吸光度平均值的比值为： $\frac{0.0043}{0.699} \times 100\% = 0.62\%$ 。

钾：用最高浓度的标准溶液，测量 10 次吸光度，计算平均值和标准偏差。该标准偏差与该吸光度平均值的比值为： $\frac{0.0042}{0.474} \times 100\% = 0.89\%$ 。用最低浓度的标准溶液，测量 10 次吸光度，计算其标准

偏差。该标准偏差与最高浓度标准吸光度平均值的比值为： $\frac{0.0027}{0.474} \times 100\% = 0.57\%$ 。

4.1.5 检出限

以空白溶液 10 次测定浓度标准偏差的 3 倍所对应的浓度作为检出限。见表 12。

表 12 方法检出限

元素	检出限 ($\mu\text{g/mL}$)	定量限 ($\mu\text{g/mL}$)	试样中质量分数检出限 (%)
Na	0.007	0.025	0.00025
K	0.008	0.027	0.00027

4.1.6 仪器综合性能要求

根据以上数据，当采用火焰原子吸收法测定铜元素时，原子吸收光谱仪的工作指标至少应满足如下要求：

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

(2) 精密度最低要求：用最高浓度的标准溶液，测量 10 次吸光度，计算平均值和标准偏差。该标准偏差不应超过该吸光度平均值的 1.0%。用最低浓度的标准溶液（不是浓度为零的标准溶液），测量 10 次吸光度，计算其标准偏差。该标准偏差不应超过最高浓度标准吸光度平均值的 0.6%；

(3) 工作曲线的线性：将工作曲线按浓度分成五段，最高段吸光度的差值与最低段吸光度的差值之比应不小于 0.80。

4.2 氯化铯加入体积的影响

称取 0.5g 钼基体 7 份，按照样品溶解方式溶解，分别加入 4mL 浓度为 $5 \mu\text{g/mL}$ 的钠、钾混合标准溶液，然后分别向其加入 20g/L 的氯化铯溶液 0mL、0.1mL、0.25mL、0.5mL、1.0mL、2.0mL、3.0mL，在原子吸收分光光度计上测试其 Abs 值，如下表 13：

表 13 氯化铯加入体积的影响

氯化铯溶液加入体积/mL	0	0.1	0.25	0.5	1	2	3
--------------	---	-----	------	-----	---	---	---

钠 Abs 值	0.007	0.131	0.140	0.146	0.148	0.152	0.152
钾 Abs 值	0.002	0.020	0.032	0.066	0.075	0.076	0.077

因此加入 20g/L 的氯化铯溶液 2mL 可以保证消除电离影响。

4.3 酸度条件试验（硝酸体积分数影响）

固定其他试验条件，改变硝酸体积分数，测定 1.0 μg/mL 钠、钾混合标准液吸光度，数据如下表 14：

表 14 酸度条件试验

硝酸体积分数（%）	Na 吸光度	K 吸光度	试验现象
0	0.215	0.182	基体出现沉淀，吸光度偏低
5	0.328	0.276	溶液澄清，吸光度稳定
10	0.331	0.279	吸光度达到峰值，稳定性最佳
15	0.327	0.275	吸光度略有下降
20	0.319	0.268	吸光度下降明显

结论：选择 10%硝酸作为试验介质，保证试样溶解完全且吸光度稳定。

4.4 三氯化铝掩蔽剂用量试验

固定其他条件，改变 77g/L 三氯化铝溶液加入量，测定试样吸光度，消除氟基体干扰，数据如下：

表 15 三氯化铝掩蔽剂用量试验

三氯化铝加入量（mL/50mL）	Na 吸光度	K 吸光度	干扰消除情况
0	0.198	0.165	氟干扰严重，吸光度偏低
2	0.312	0.261	部分掩蔽，干扰未完全消除
4	0.330	0.278	完全掩蔽，干扰消除
6	0.331	0.279	吸光度无明显提升，趋于稳定
8	0.329	0.277	掩蔽剂过量，吸光度微降

结论：每 50mL 试液加入 4mL 77g/L 三氯化铝溶液，可完全消除氟基体干扰。

（五）精密度实验

当前所收集的纯铌、纯铌氧化物、氢氧化物及合成样中铜、钠和钾含量进行测定，测定结果见下表 16~表 18：

表 16 起草单位铜精密度

样品编号	1#纯铌	2#纯铌	3#氧化铌	4#氢氧化铌	5#铌粉
铜测定结果/%	0.00158	0.00898	0.00080	0.00023	0.00035
	0.00178	0.00883	0.00082	0.00025	0.00031
	0.00167	0.00892	0.00087	0.00024	0.00032

	0.00159	0.00889	0.00082	0.00023	0.00031
	0.00162	0.00891	0.00081	0.00022	0.00034
	0.00168	0.00887	0.00081	0.00023	0.00032
	0.00172	0.00892	0.00085	0.00023	0.00033
平均值/%	0.00166	0.00890	0.00083	0.00023	0.00033
SD/%	0.00007	0.00003	0.00005	0.00001	0.00002
RSD/%	4.34649	0.28161	5.66813	4.08486	4.64167

表 17 起草单位钠、钾精密度

样品编号	1#纯铈	3#氧化铈	4#氢氧化钽	5#钽粉	6#氢氧化铈	7#氧化钽
钠测定结果/%	0.00115	0.00514	0.0003	0.00090	0.0188	0.0165
	0.00099	0.00519	0.0003	0.00075	0.0179	0.0177
	0.00107	0.00513	0.0003	0.00087	0.0182	0.0169
	0.00108	0.00518	0.0003	0.00092	0.0185	0.0172
	0.00112	0.00502	0.0003	0.00078	0.0184	0.0171
	0.00116	0.00517	0.0003	0.00083	0.0174	0.0168
	0.00097	0.00511	0.0002	0.00086	0.0175	0.0172
平均值/%	0.00108	0.00513	0.0003	0.00084	0.0181	0.0171
SD/%	0.00007	0.00006	0.00004	0.00006	0.000523	0.000378
RSD/%	6.89995	1.129309	13.22876	6.81876	2.888469	2.215872
样品编号	1#纯铈	3#氧化铈	4#氢氧化钽	5#钽粉	6#氢氧化铈	7#氧化钽
钾测定结果/%	0.00139	0.00072	0.0002	0.0003	0.0185	0.0105
	0.00110	0.00079	0.0003	0.0003	0.0185	0.0108
	0.00122	0.00078	0.0002	0.0002	0.0186	0.0102
	0.00121	0.00079	0.0003	0.0002	0.0188	0.0103
	0.00109	0.00085	0.0003	0.0002	0.0187	0.0104
	0.00119	0.00082	0.0003	0.0002	0.0189	0.0102
	0.00117	0.00078	0.0003	0.0002	0.0190	0.0103
平均值/%	0.00120	0.00079	0.0003	0.00023	0.0187	0.0104
SD/%	0.00010	0.00004	0.00005	0.00015	0.000195	0.000212
RSD/%	8.33328	5.06329	17.97711	66.38449	1.042947	2.037126

因缺少铜含量较高的钽、铈样品。实验采用上述纯铈和纯钽样品作为基体合成样品，进行精密度和回收率实验。实验数据见表 18。

表 18 合成样品精密度及加标回收实验

样品编号	8# (1#纯铈加标)	9# (4#氢氧化钽加标)	10# (5#钽粉加标)
称样量 / g	1	0.2	0.1
含铜量 / μg	16.6	0.46	0.33
加入铜量 / μg	10	20	55
测定结果 / %	0.00266	0.0101	0.0551

	0.00263	0.0102	0.0556
	0.00268	0.0103	0.0552
	0.00267	0.0100	0.0554
	0.00269	0.0104	0.0552
	0.00259	0.0102	0.0549
	0.00267	0.0101	0.0548
平均 / %	0.00266	0.01019	0.05517
SD / %	0.00003	0.00028	0.00013
RSD / %	1.30180	2.70145	0.24382
测定总铜量/ μg	26.4	20.38	55.17
回收率/%	98	99.6	99.7

采用格拉布斯检验方法，对表 16~表 18 数据进行异常值情况分析，结果见表 19。

表 19 不同含量水平样品分析结果异常值分析

铜样品编号	$\bar{x}/\%$	标准偏差 S/%	G7	G7'	舍弃界限值 n=7, $\alpha=0.05$	结论
1#纯铈	0.00166	0.00007	-1.14	0.86	1.938	无异常值
2#纯铈	0.00890	0.00003	-1.40	1.60	1.938	无异常值
3#氧化铈	0.00083	0.00005	-0.60	1.40	1.938	无异常值
4#氢氧化钽	0.00023	0.00001	-1.43	1.43	1.938	无异常值
5#钽粉	0.00033	0.00002	-0.5	1.00	1.938	无异常值
8# (1#纯铈加标)	0.00266	0.00003	-1.67	0.67	1.938	无异常值
9# (4#氢氧化钽加标)	0.01019	0.00028	-0.71	0.71	1.938	无异常值
10# (5#钽粉加标)	0.05517	0.00013	-1.33	1.33	1.938	无异常值
钠样品编号	$\bar{x}/\%$	标准偏差 S/%	G7	G7'	舍弃界限值 n=7, $\alpha=0.05$	结论
1#纯铈	0.00108	0.00007	-1.57	1.14	1.938	无异常值
3#氧化铈	0.00513	0.00006	-1.83	1.00	1.938	无异常值
4#氢氧化钽	0.0003	0.00004	-1.11	1.11	1.938	无异常值
5#钽粉	0.00084	0.00006	-1.50	1.33	1.938	无异常值
6#氢氧化铈	0.0181	0.000523	-1.34	1.34	1.938	无异常值
7#氧化钽	0.0171	0.000378	-1.59	1.59	1.938	无异常值
钾样品编号	$\bar{x}/\%$	标准偏差 S/%	G7	G7'	舍弃界限值 n=7, $\alpha=0.05$	结论
1#纯铈	0.00120	0.00010	-1.10	1.90	1.938	无异常值
3#氧化铈	0.00079	0.00004	-1.75	1.50	1.938	无异常值

4#氢氧化钽	0.0003	0.00005	-1.43	1.43	1.938	无异常值
5#钽粉	0.00023	0.00015	-1.25	1.25	1.938	无异常值
6#氢氧化铌	0.0187	0.000195	-1.03	1.54	1.938	无异常值
7#氧化钽	0.0104	0.000212	-0.94	1.88	1.938	无异常值

根据格拉布斯检验方法，查表得：n=7，a=0.05 时，舍弃界限值为 1.938。由表 19 数据可知不同含量水平样品的 7 次测定数据无异常值，表明该方法重复性好，精密度高。

四、标准中涉及专利的情况

本文件不涉及专利问题。

五、预期达到的社会效益等情况

钽铌、钽铌氧化物及氢氧化物具有比强度高、耐腐蚀、耐高温以及良好的综合工艺性能，在现代工业及科学技术领域内日益成为引人瞩目的材料，在航天、航空、石油、化工、轻工、冶金、机械、能源等众多部门得到广泛应用。

本次标准修订整合优化 GB/T 15076.3—2019、GB/T 15076.16—2008，统一火焰原子吸收光谱法。方法更精准、检出限低，严控铜、钠、钾杂质含量，避免航空航天、半导体、新能源等领域因杂质超标引发性能失效、产生安全隐患，一定程度上支撑关键装备安全可靠。本方法可消除方法差异，提升行业数据一致性与互认度，规范生产、贸易、质控全链条，助力钽铌产业提质增效、高质量发展，推动产业规范升级。此外，还可推动检测技术迭代，带动前处理、仪器应用升级，促进行业技术创新与人才培养，为新材料研发提供可靠技术支撑。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

无

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

本文件与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。
本文件与现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

编制组严格按既定编制原则进行编写，本文件起草过程中未发生重大的分歧意见。

九、标准作为强制性或推荐性标准的建议

建议该标准为国家标准，供相关组织参考采用。

十、公平竞争审查

经审查，该标准没有违反《公平竞争审查条例》和《公平竞争审查条例实施办法》，符合公平竞争审查要求。

十一、贯彻标准的要求和措施建议

本文件规范了钽、铌的氧化物、氢氧化物中铜、钠和钾量的测定，有利用整个行业分析水平的提升，为钽、铌的氧化物、氢氧化物大规模生产及使用提供了质量保证。本文件发布执行后，建议标准主管单位积极向生产厂家及国内外用户推广。

十二、废止现行有关标准的建议

建议废止 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》。

十三、其他应予说明的事项

无。