



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 15076.16—202X

代替 GB/T 15076.16—2008

## 钽铌化学分析方法 第 16 部分：钽中微量元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of tantalum and niobium—  
Part 16: Determination of trace elements content in tantalum—  
Inductively coupled plasma mass spectrometry

(讨论稿)

202×-××-××发布

202×-××-××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16部分。GB/T 15076 已经发布了以下部分：

- 第1部分：铌中钽量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第2部分：钽中铌量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和色层分离重量法；
- 第3部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第4部分：铁量的测定 1, 10—二氮杂菲分光光度法；
- 第5部分：铌中痕量元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第6部分：硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第7部分：铌中磷量的测定 4-甲基-戊酮-[2]萃取分离磷钼蓝分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第8部分：碳量和硫量的测定；
- 第9部分：钽中铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锡、铅和锆量的测定；
- 第10部分：铌中铁、镍、铬、钛、锆、铝和锰量的测定 直流电弧原子发射光谱法；
- 第11部分：铌中砷、锑、铅、锡和铋量的测定 直流电弧原子发射光谱法；
- 第12部分：钽中磷量的测定；
- 第13部分：钽中氮量的测定；
- 第14部分：氧和氮含量的测定 脉冲红外吸收法/热导法；（审定）
- 第15部分：氢含量的测定 脉冲红外吸收法；（审定）
- 第16部分：钽中痕量元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本文件代替 GB/T 15076.16—2008，与 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：

- a) 删除了“火焰原子吸收光谱法”（GB/T 15076.16—2008的方法1）；
- b) 更改了方法适用的样品种类，由“钽和铌”改为“钽、五氧化二钽、碳化钽粉及氟钽酸钾”（见第1章，GB/T 15076.16—2008的第10章）；
- c) 更改了方法范围，将钠和钾的测定范围由“0.0001%~0.0020%”改为“0.0001%~0.010%”；并增加了硼、镁、铝、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、锗、砷、锆、铌、钼、银、镉、锡、锑、钨、铅和铋含量的测定（见第1章，GB/T 15076.16—2008的第10章）；
- d) 增加了规范性引用文件（见第2章）；
- e) 增加了术语和定义（见第3章）；
- f) 更改了标准溶液的配制方法（见8.5，GB/T 15076.16—2008的15.5）；

g) 采用了内标元素校正（见8.6，GB/T 15076.16—2008的15.6）；

h) 更改了精密度，将允许差更改为再现性（见第10章，GB/T 15076.16—2008的第17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：XXXXX、XXXXX、XXXXX。

本文件主要起草人：XXXXX、XXXXX、XXXXX。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——GB/T 15076.16—2008。

# 引 言

钽具有熔点高、耐腐蚀性强、延展性好等特点，广泛用于制备电解质电容器、化工设备以及核反应堆设备和部件等。钽还是一种生理惰性金属，与人的体液有很好的亲和性，可用作外科手术材料。钽粉、钽丝、钽锭、钽条、五氧化二钽等产品中通常含有铁、镍、铜、镁、铅等痕量杂质元素。GB/T 15076《钽铌化学分析方法》系列标准旨在建立一套完整的钽和铌的化学分析方法，结合标准体系优化工作的要求，整合后拟由 14 部分构成：

- 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：钽中铌量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和色层分离重量法；
- 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：铁量的测定 1，10—二氮杂菲分光光度法；
- 第 5 部分：铌中痕量元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第 6 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 7 部分：铌中磷量的测定 4-甲基-戊酮-[2]萃取分离磷钼蓝分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 8 部分：碳量和硫量的测定；
- 第 9 部分：钽中铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锡、铅和锆量的测定；
- 第 10 部分：铌中多元素含量的测定 直流电弧原子发射光谱法；
- 第 12 部分：钽中磷量的测定；
- 第 14 部分：氧和氮含量的测定 脉冲红外吸收法/热导法；
- 第 15 部分：氢含量的测定 脉冲红外吸收法；
- 第 16 部分：钽中痕量元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）具有干扰小、多元素同时测定、检出限低等优点，已广泛应用于金属及合金产品中痕量元素的测定。GB/T 15076.16—2008 的方法 2 采用电感耦合等离子体质谱法测定钠和钾的含量。本次修订充分利用 ICP-MS 多元素测定的技术优势，结合钽粉、钽丝、钽锭、钽条、五氧化二钽中痕量元素的限量要求，增加了元素种类，扩展了方法的适用范围。ICP-MS 测定钽中痕量元素方法的建立，能够大大缩短检测流程，提高生产效率，有助于钽产品质量的提升，对促进产品的生产与贸易具有重要意义。



# 钽铌化学分析方法

## 第16部分：钽中痕量元素含量的测定

### 电感耦合等离子体质谱法

#### 1 范围

本文件规定了采用电感耦合等离子体质谱法测定钽、五氧化二钽、碳化钽粉及氟钽酸钾中痕量杂质元素含量的方法。

本文件适用于钽、五氧化二钽、碳化钽粉及氟钽酸钾中硼、钠、镁、铝、钾（除氟钽酸钾）、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、锗、砷、锆、铌、钼、银、镉、锡、锑、铅、钨、钼和铋含量的测定。钒、钴、砷测定范围为0.00005%~0.010%，其余元素测定范围为0.0001%~0.010%。

#### 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

试料用氢氟酸和硝酸溶解，在酸性介质中，于电感耦合等离子体质谱仪上直接测定，按工作曲线法计算各元素的质量浓度，以质量分数表示测定结果。以内标法校正仪器漂移和基体效应对测定的影响。

#### 5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯及以上的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，一级。

5.2 硝酸（ $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ）。

5.3 氢氟酸 ( $\rho=1.16\text{ g/mL}$ )。

5.4 硼、钠、镁、铝、钾、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、锗、砷、锑、铋、钼、银、镉、锡、锑、铟、铊、铊和铊元素标准贮存溶液：采用有证单元素标准溶液，质量浓度为 $1000\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

5.5 混合标准溶液：分别移取 $1.00\text{ mL}$ 硼、钠、镁、铝、钾、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、锗、砷、锑、铋、钼、银、镉、锡、锑、铟、铊、铊和铊元素标准贮存溶液（5.4）于 $1000\text{ mL}$ 塑料容量瓶中，加入 $20\text{ mL}$ 硝酸（5.2）和 $2\text{ mL}$ 氢氟酸（5.3），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 $1\text{ mL}$ 含硼、钠、镁、铝、钾、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、锗、砷、锑、铋、钼、银、镉、锡、锑、铟、铊、铊和铊各 $1\text{ }\mu\text{g}$ 。配制混合标准溶液时，互有化学干扰、产生沉淀的元素应分组配制，并选择合适的介质。

5.6 混合内标溶液A：分别移取 $1.00\text{ mL}$ 铟、铊和铊标准贮存溶液（5.4）于 $1000\text{ mL}$ 容量瓶中，加入 $10\text{ mL}$ 硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 $1\text{ mL}$ 含铟、铊和铊各 $1\text{ }\mu\text{g}$ 。

5.7 混合内标溶液B：移取 $20.00\text{ mL}$ 混合内标溶液A（5.6）于 $100\text{ mL}$ 容量瓶中，加入 $1\text{ mL}$ 硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 $1\text{ mL}$ 含铟、铊和铊各 $200\text{ ng}$ 。

## 6 仪器设备

电感耦合等离子体质谱仪，配备耐氢氟酸进样系统和碰撞/反应池系统。各元素推荐的同位素质量数和内标元素见表1。

表1 各元素推荐的同位素质量数及内标元素

| 元素                   | 同位素质量数  | 内标元素    | 元素 | 同位素质量数 | 内标元素    |
|----------------------|---------|---------|----|--------|---------|
| B                    | 11      | Sc / Cs | Ge | 72     | Sc / Cs |
| Na                   | 23      | Sc / Cs | As | 75     | Sc / Cs |
| Mg                   | 24      | Sc / Cs | Zr | 90     | Sc / Cs |
| Al                   | 27      | Sc / Cs | Nb | 93     | Sc / Cs |
| K                    | 39      | Sc / Cs | Mo | 95     | Sc / Cs |
| Ca                   | 40 / 44 | Sc / Cs | Ag | 107    | Sc / Cs |
| Ti                   | 47      | Sc / Cs | Cd | 111    | Sc / Cs |
| V                    | 51      | Sc / Cs | Sn | 118    | Sc / Cs |
| Cr                   | 52 / 53 | Sc / Cs | Sb | 121    | Sc / Cs |
| Mn                   | 55      | Sc / Cs | Hf | 178    | Cs / Tl |
| Fe                   | 56      | Sc / Cs | W  | 184    | Cs / Tl |
| Co                   | 59      | Sc / Cs | Pb | 208    | Cs / Tl |
| Ni                   | 60      | Sc / Cs | Bi | 209    | Cs / Tl |
| Cu                   | 63      | Sc / Cs | Sc | 45     | —       |
| Zn                   | 66      | Sc / Cs | Cs | 133    | —       |
| Ga                   | 69      | Sc / Cs | Tl | 205    | —       |
| 注：Ca、Fe 在碰撞/反应模式下测定。 |         |         |    |        |         |

## 7 样品

样品为粉状或加工成长度不超过 2 mm 的碎屑。

## 8 试验步骤

### 8.1 试料

称取 0.10 g 样品（7），精确至 0.0001g。

### 8.2 平行试验

平行做两份试验。

### 8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 8.4 分析试液的制备

将试料（8.1）置于 50 mL 聚四氟烧杯中，加入 2 mL 氢氟酸（5.3）和 1 mL 硝酸（5.2），加热使试料溶解完全，或于高压消解罐中通过微波辅助消解直至样品溶解完全。冷却后移入 100 mL 塑料容量瓶中，加入 1.00 mL 混合内标溶液 A（5.6），用水稀释至刻度，混匀。

### 8.5 标准系列溶液的配制

分别移取 0 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 混合标准溶液（5.5）于一组 100 mL 塑料容量瓶中，补加 1 mL 硝酸（5.2）和 2 mL 氢氟酸（5.3），加入 1.00 mL 混合内标溶液 A（5.6），用水稀释至刻度，混匀。可根据需要，加入与分析试液相同浓度的基质组分。工作曲线的浓度梯度可根据分析试液中待测元素的质量浓度进行调整，至少包括 5 个标准点。

### 8.6 测定

8.6.1 于电感耦合等离子体质谱仪上，在仪器运行稳定后，在选定的仪器工作条件下，按表 1 推荐的同位素质量数，测定标准系列溶液（8.5）。内标元素也可通过在线引入混合内标溶液 B（5.7）的方式加入。以待测元素的质量浓度为横坐标，待测元素与内标元素信号强度的比值为纵坐标，绘制标准工作曲线。工作曲线线性相关系数应大于 0.999。

8.6.2 依次测定空白试液（8.3）及分析试液（8.4）。仪器根据标准工作曲线，自动进行数据处理，计算并输出空白试液及分析试液中各待测元素的质量浓度。

## 9 试验数据处理

待测元素含量以质量分数  $w_x$  计，按公式（1）计算：

$$w_x = \frac{(\rho_x - \rho_0) \cdot V \times 10^{-9}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- $\rho_x$ ——分析试液中待测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；
- $\rho_0$ ——空白试液中待测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；
- $V$ ——试液总体积，单位为毫升（mL）；
- $m$ ——试料的质量，单位为克（g）。。

计算结果表示到小数点后 4 位，结果为 0.010%时表示到小数点后 3 位。数值修约按照 GB/T 8170 规定执行。

10 精密度

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 2 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（ $r$ ）按照表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。实验室间试验结果得到的统计数据见附录 A。

表 2 重复性限（ $r$ ）

|            |  |  |  |
|------------|--|--|--|
| $w_x / \%$ |  |  |  |
| $r / \%$   |  |  |  |

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 3 给出的平均值范围内，这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（ $R$ ）按照表 3 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3 再现性限（ $R$ ）

|            |  |  |  |
|------------|--|--|--|
| $w_x / \%$ |  |  |  |
| $R / \%$   |  |  |  |

11 试验报告

- 试验报告至少应给出以下内容：
- 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；
  - 观测到的异常现象；

——试验日期。

附 录 A  
(资料性)  
实验室间试验结果统计数据

精密度数据是在 202X 年由 XX 家实验室对 XX 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痕量杂质含量在重复性条件下独立测定 7 次。数据统计结果见表 A.1。

表 A.1 实验室间数据统计结果

| 元素 | 水平 | 结果可接受的<br>实验室个数 | 可接受的<br>数据个数 | 平均值<br>/ $\%$ | 重复性标准差<br>$S_r$ | 再现性标准差<br>$S_R$ | 重复性限<br>$r/\%$ | 再现性限<br>$R/\%$ |
|----|----|-----------------|--------------|---------------|-----------------|-----------------|----------------|----------------|
|    |    |                 |              |               |                 |                 |                |                |
|    |    |                 |              |               |                 |                 |                |                |
|    |    |                 |              |               |                 |                 |                |                |
|    |    |                 |              |               |                 |                 |                |                |
|    |    |                 |              |               |                 |                 |                |                |
|    |    |                 |              |               |                 |                 |                |                |
|    |    |                 |              |               |                 |                 |                |                |
|    |    |                 |              |               |                 |                 |                |                |
|    |    |                 |              |               |                 |                 |                |                |
|    |    |                 |              |               |                 |                 |                |                |