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

编制说明

（预审稿）

国标（北京）检验认证有限公司

2026 年 10 月

钽铌化学分析方法
第 16 部分：痕量元素含量的测定
电感耦合等离子体质谱法
编制说明

一、工作简况

1、任务来源

2026 年 4 月 28 日，国家标准委发布〔2026〕28 号文件《国家标准委关于下达 2026 年第四批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》，其中 GB/T 15076.16《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》标准修订由国标（北京）检验认证有限公司负责，项目计划号 20262164-T-610，项目周期 12 个月。

2、项目背景

钽具有熔点高、耐腐蚀性强、延展性好等特点，广泛用于电容器行业、靶材制造、化工防腐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，钽 3D 打印件逐渐成为外科手术的重要功能材料。纯钽制品主要有锭、板、带、管、棒、线等，广泛应用于军工、石油钻探、高温炉材、电解电容器等领域。

五氧化二钽、碳化钽、氟钽酸钾是重要的钽化合物。五氧化二钽是钽最稳定的氧化物，具有高熔点、高介电常数、优异的化学稳定性和光学性能，在电子、光学、陶瓷、冶金等多个领域具有重要且不可替代的用途。碳化钽在硬质合金工业中占据极其重要的地位，作为硬质合金添加剂能改善合金的高温硬度、强度并提高抗氧化性能。碳化钽在制造钽金属、涂层工业中也有重要用途，可作为喷气发动机涡轮叶片和火箭喷嘴涂层，能够显著提高部件的使用寿命。氟钽酸钾具有易提纯且便于后续加工等特点，是提纯与还原天然钽矿制备钽金属的重要“桥梁”，在合金制造、光学玻璃、陶瓷材料等领域也是重要的添加剂。

在钽、五氧化二钽、碳化钽及氟钽酸钾相关的多项产品标准中杂质元素含量是划分产品牌号、等级的重要参数。准确测定杂质元素含量对于生产和贸易具有重要意义，建立健全各杂质元素化学分析方法标准有助于产品质量提升。经统计，钽、五氧化二钽、碳化钽及氟钽酸钾共 20 项产品标准将 GB/T 15076《钽铌化学分析方法》列入规范性引用文件，GB/T 15076《钽铌化学分析方法》具有重要的应用价值。

根据《2024 年全国标准化工作要点》（国标委发〔2024〕13 号）和《国家标准化管理委员会关于开展 2024 年推荐性国家标准复审工作的通知》（国标委发〔2024〕47 号）相关要求，全国有色金属标准化技术委员会组织安排对 GB/T 15076《钽铌化学分析方法》等有色金属标准进行复审。为持续优化标准体系、强化标准实施应用，稀有分标委组织了技术专家、产品单位、原起草单位进行论证，对 GB/T 15076《钽铌化学分析方法》系列标准进行整合修订。GB/T 15076.16—2008 适用于钠和钾含量的测定，包括方法 1 火焰原子吸收光谱法和方法 2 电感耦合等离子体质谱法。按照“整合现代仪器分析方法，各部分按仪器设备划分”的整合优化原则，方法 1 整合修订到 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》，保留方法 2 电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）并对其技术内容进行修订。

本次修订拟在 K、Na 测定的基础上增加 Ca、Mg、Co、Ni、Cr、Fe、Cu、Mo、Pb 等杂质元素的测定，并将方法适用对象由钽扩展到钽、五氧化二钽、碳化钽及氟钽酸钾多种钽产品，大大提高方法标准的应用范围，更好地配套产品标准，提升标准的适用性和规范性。

3、项目编制组单位及变化情况

编制组成员包括：国标（北京）检验认证有限公司、稀美资源（广东）有限公司、浙江创欣新材料有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、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、稀美资源（贵州）科技有限公司、广东广晟稀有金属光电新材料有限公司、九江有色金属冶炼有限公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、中色创新研究院（天津）有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、承德天大钒业有限责任公司、昆明冶金研究院有限公司等共 14 家单位。

4、主要参加单位和工作成员及其所做的工作

4.1 主要参加单位情况

国标（北京）检验认证有限公司是本标准的起草单位。在工作前期，对现阶段钽、五氧化二钽、碳化钽及氟钽酸钾的检测需求、检测现状进行了充分的调研，对标准修订内容进行了充分论证。修订任务启动后，积极联系生产单位、购置标准物质等完成公共样品的收集与筛选；完成 ICP-MS 方法研究报告、标准文本和编制说明的撰写；收集并完成数据统计等工作。

稀美资源（广东）有限公司、宁夏东方钽业股份有限公司、浙江创欣新材料有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司等 4 家单位为方法一验。负责逐条验证《研究报告》的内容并给出结论；提出有效的修改意见推动标准修订工作顺利进行；负责提供本试验室公共样品的原始测定数据；协助起草单位完成标准报批稿的校核工作。

广东省科学院工业分析检测中心、稀美资源（贵州）科技有限公司、广东广晟稀有金属光电新材料有限公司、九江有色金属冶炼有限公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、中色创新研究院（天津）有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、承德天大钒业有限责任公司、昆明冶金研究院有限公司等 9 家单位为方法二验。主要按照《研究报告》中的试验步骤完成公共样品的测定并提供原始测定数据，对于试验中发现的问题及时反馈给起草单位。

稀美资源（广东）有限公司、稀美资源（贵州）科技有限公司、宁夏东方钽业股份有限公司、浙江创欣新材料有限公司为本项目提供钽、五氧化二钽、碳化钽及氟钽酸钾等公共样品。

4.2 主要工作成员所负责的工作情况

本文件主要起草单位负责人及参与人员主要职责见表 1。

表 1　标准参与人员与主要职责

起草/参与单位	起草人	工作职责
国标（北京）检验认证有限公司		标准工作前期调研、申报、样品搜集；主要修订内容的确定；实验方案的确定及试验报告的撰写；各阶段标准文本和编制说明的编写；征求意见；标准会答辩；协助秘书处顺利完成标准的报批工作。
稀美资源（广东）有限公司、宁夏东方钽业股份有限公司、浙江创欣新材料有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司		承担一验的主要工作，包括对条件实验进行验证，提供精密度数据，协助修改标准文本、编制说明等。
广东省科学院工业分析检测中心、稀美资源（贵州）科技有限公司、广东广晟稀有金属光电新材料有限公司、九江有色金属冶炼有限公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、中色创新研究院（天津）有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、承德天大钒业有限责任公司、昆明冶金研究院有限公司		承担二验的主要工作，进行实验样品精密度试验并提供精密度数据，对标准文本、编制说明提出修改意见。

5、主要工作过程

5.1 预研基础

2022 年～2024 年，国标（北京）检验认证有限公司主持修订了有色行业标准 YS/T 898《高纯钽化学分析方法 痕量杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》（项目计划编号为 2022-0838T-YS）。针对高纯钽中痕量杂质的 ICP-MS 分析，起草单位和验证单位对测定过程中的质谱干扰、基体效应、酸度影响、检出限等进行了研究，确定了高纯钽的溶样方法、推荐的质量数、内标元素、标准溶液配制方法、重复性限和再现性限等。

本项目 GB/T 15076.16《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》适用对象更广，不仅适用于钽锭、钽粉、钽丝等纯钽，还适用于五氧化二钽、碳化钽及氟钽酸钾等钽化合物。项目将在行标研究内容的基础上进一步深入探索适合钽及其化合物中痕量元素的分析方法。

5.2 起草阶段

（1）申报与立项

2025 年 11 月 11 日，全国有色金属标准化技术委员会年会在浙江省杭州市召开。国标（北京）检验认证有限公司组织人员提出项目修订计划，并进行项目答辩，经全体委员论证同意立项。2026 年 4 月 28 日，国标委〔2026〕28 号文件正式批复本项目，项目计划号 20262164-T-610。

（2）任务落实

2026 年 4 月 22 日，有色标委会在重庆市召开工作会议，对本项目进行了任务落实。会议明确了项目的时间进度安排，确定国标（北京）检验认证有限公司为起草单位，稀美资源（贵州）科技有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司等为编制组成员。

（3）试验研究

2026 年 7 月～8 月，起草单位进行了一系列条件试验，对样品溶解方法、元素种类、范围、质谱干扰情况、基体效应和选择的内标、方法检出限和测定下限等关键要素进行了确定，并按照实验方案对钽、五氧化二钽、碳化钽及氟钽酸钾等样品进行了精密度测试。

2026 年 9 月初，形成 GB/T 15076.16《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》（讨论稿）和《试验报告》，发送给一验单位进行验证。

（4）验证单位验证

截至 2026 年 10 月初，一验单位宁夏东方钽业股份有限公司和稀美资源（广东）有限公司完成条件试验验证。

在验证过程中，验证单位提出的意见及处理内容汇总于表 2。起草单位针对反馈意见修改完善《讨论稿》。

表 2 意见及反馈

序号	意见	回复
1	Nb、Mo、W 下限调整	计算方法测定下限，并经一验验证后确认，钽、五氧化二钽、碳化钽的范围下限调整到 0.00002%，氟钽酸钾的范围下限调整到 0.00001%
2	Ti、Mo 增加推荐同位素 49 和 98	采纳，但 98 要注意 Ru98 的干扰
3	Ca 元素增加推荐质量数 46	暂不推荐，Ca46 丰度仅 0.004%，且受 Ti46（丰度 8.25%）的干扰，建议验证单位充分吹扫仪器后用 44 测定
4	K 采用低功率模式（冷焰）	增加该配制情况

5	低质量数元素数据一致性差，基体匹配配制标准溶液更好	内标校正效果因所用设备不同有差异。可根据需要在标准溶液中加入与分析试液相同浓度的基质组分
6		

5.3 征求意见阶段

2026 年 7 月 23 日~24 日，有色标委会在张家口召开工作会议，对本项目进行讨论。来自有色金属技术经济研究院、北矿新材料科技有限公司、湖北绿钨资源循环有限公司、广东省科学院工业分析检测中心等单位的 30 多位专家进行了讨论，并提出宝贵意见。

2026 年 10 月 15 日~16 日，有色标委会在浙江杭州召开预审会，对本标准进行了预审。来自有色金属技术经济研究院、XXXX、XXXX 等单位的 XX 位专家对《预审稿》进行了讨论，并提出了宝贵的意见。

5.4 审查阶段

5.5 报批阶段

二、标准编制原则

本标准起草过程中遵循以下原则：

（一）规范性原则：本标准是根据 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》进行数理统计分析。

（二）先进性：本次修订将原方法二采用 ICP-MS 测定钽铌中钾、钠含量修订为测定钽、五氧化二钽、碳化钽及氟钽酸钾中钠、镁、铝、钾（除氟钽酸钾）、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镉、锡、锑、铪、钨、铅和铋等痕量元素。该标准同时解决了 4 类重要的钽产品中杂质元素的同时测定，流程短、步骤简便、易于推广。

（三）适用性：本标准以满足相关产品标准及客户的检测需求为原则，易于推广应用。在标准的制定中既有稀美资源科技有限公司、广东广晟稀有金属光电新材料有限公司、宁夏东方钽业股份有限公司等国内著名生产企业的参与也有产品的使用单位及各检测机构的广泛参与。本分析方法标准适用于钽产品清单 19 项。标准的技术内容符合我国当前的检测实际，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

本标准为修订项目，代替 GB/T 15076.16—2008 《钽铌化学分析方法 第 16 部分：钠量和钾量的测定》，方法 1 整合到系列标准的第 3 部分，方法 2 中铌中杂质的 ICP-MS 测定方法独立为第 5 部分。

本文件基于方法 2 电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）测定钠和钾含量（0.0001%～0.0020%）进行修订。由于测定元素由 2 个增加到 20 多个，因此修订过程中对全部技术内容均重新予以确认：

1、范围

引用 GB/T 15076.16 的产品清单共 19 项，其中钽 15 项，五氧化二钽 2 项，碳化钽和氟钽酸钾各 1 项，具体为：GB/T 3629-2017《钽及钽合金板材、带材和箔材》、GB/T 8182-2008《钽及钽合金无缝管》、GB/T 25955-2010《钽及钽合金废料》、GB/T 26012-2010《电容器用钽丝》、GB/T 26037-2010《深冲用粉末冶金钽板》、GB/T 38975-2020《增材制造用钽及钽合金粉》、GB/T 41883-2022《粉末床熔融增材制造钽及钽合金》、GB/T 14841-2008《钽及钽合金棒材》、YS/T 751-2024《钽及钽合金牌号和化学成分》、YS/T 827-2024《钽锭》、YS/T 259-2012《冶金用钽粉》、YS/T 573-2015《钽粉》、YS/T 640-2007《电容器用钽箔材》、YS/T 1005-2014《钽条》、YY/T 1851-2022《用于增材制造的医用纯钽粉末》；YS/T 427-2012《五氧化二钽》、YS/T 547-2007《高纯五氧化二钽》；GB/T 20508-2019《碳化钽粉》；YS/T 578-2006《氟钽酸钾》。

基于上述产品清单中化学成分的要求，编制组汇总整理后明确适用于钽、五氧化二钽、碳化钽及氟钽酸钾中硼、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、铪、钨、铅和铋共 29 种痕量杂质元素的测定。测定范围综合考虑产品标准要求、仪器设备的下限能力，确定钒、钴、砷、铌、钼、钨的测定范围为 0.00002%～0.010%。氟钽酸钾中钙的测定范围为 0.0003%～0.010%。其余元素测定范围为 0.0001%～0.010%

一验单位意见：稀美（广东）无意见，东方钽业提出正在制定高纯氟钽酸钾产品标准，Nb、Mo、W 限量 0.00001%，希望调整氟钽酸钾中 Nb、Mo、W 范围为 0.00001%～0.010%。结合试验报告和验证报告中计算的测定下限，同意调整以满足高纯氟钽酸钾的测定需求。

综上，本次修订 GB/T 15076.16《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》元素测定范围见表 3。

表 3　元素测定范围

样品	元素	质量分数 %
钽、五氧化二钽、碳化钽	V、Co、As、Nb、Mo、W	0.00002～0.010
	B、Na、Mg、Al、K、Ca、Ti、Cr、Mn、Fe、Ni、Cu、Zn、Ga、Ge、Zr、Ag、Cd、Sn、Sb、Hf、Pb、Bi	0.0001～0.010
氟钽酸钾	Ca	0.0003～0.010
	V、Co、As	0.00002～0.010
	Nb、Mo、W	0.00001～0.010
	B、Na、Mg、Al、Ti、Cr、Mn、Fe、Ni、Cu、Zn、Ga、Ge、Zr、Ag、Cd、Sn、Sb、Hf、Pb、Bi	0.0001～0.010

2、样品溶解方法

GB/T 15076.16—2008 中采用氢氟酸-硝酸溶解样品，低温加热或通过微波消解设备完全溶解。本次修订保持原有样品溶解方法不变。

一验单位验证情况：稀美（广东）、东方钽业无意见。

3、推荐同位素

原标准仅涉及 Na、K 的测定，本次修订对其他元素推荐同位素进行了确认。优先选择无同位素干扰、丰度高的元素进行测定。Ca、Fe 属于常见质谱干扰，在碰撞/反应模式下测定，不再赘述。氟钽酸钾中 ^{40}Ca 受到 $^{39}K^{1}H$ 干扰，需要选择 ^{44}Ca。其他元素不受钽基体质谱干扰，推荐的同位素质量数见表 4。

表 4　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	元素	同位素质量数	内标元素
B	11	Sc	Co	59	Sc	Cd	111	Cs
Na	23	Sc	Ni	60	Sc	Sn	118	Cs
Mg	24	Sc	Cu	63	Sc	Sb	121	Cs
Al	27	Sc	Zn	66	Sc	Hf	178	Tl
K	39	Sc	Ga	69	Sc	W	184	Tl
Ca	40 / 44	Sc	Ge	72 / 74	Sc	Pb	208	Tl
Ti	47	Sc	As	75	Sc	Bi	209	Tl
V	51	Sc	Zr	91	Cs	Sc	45	—
Cr	52	Sc	Nb	93	Cs	Cs	133	—
Mn	55	Sc	Mo	95	Cs	Tl	205	—
Fe	56	Sc	Ag	107	Cs	—	—	—

注 1：K、Ca、Fe 采用碰撞/反应模式。
注 2：可采用其他内标元素。

一验单位验证情况：（1）东方钽业使用赛默飞 iCAP TQ，Ti 用 49，Mo 用 98。（2）稀美（广东）使用安捷伦 7900，但设备没有氢气等反应气，K 采用低功率模式（冷焰），Ca 在 He 碰撞模式下 40/44 线性不好，使用 46。

4、基体效应的影响

钽、五氧化二钽、碳化钽样品的分析试液中主要基质成分是Ta，氟钽酸钾分析试液中除了Ta还有K，因此分两类分别考察基体效应的影响。

4.1 钽、五氧化二钽、碳化钽

配制质量浓度分别为 0.20mg/mL、0.5mg/mL、0.8mg/mL、1.0mg/mL 的钽基体溶液，并均加入 40ng/mL 的各杂质元素和 10ng/mL 的锂、钪、铯、铥和铊混合内标溶液，测定不同基体浓度下杂质元素的信号强度（以每秒钟计数 CPS 计），考察基体效应，结果见表 5。由结果可知，随着基体浓度的增加，各杂质元素信号强度均有不同程度的降低，表明 Ta 基体对信号有抑制作用。

表 5　钽基体对信号强度的影响

元素	基体浓度			
	0.2g/L	0.5g/L	0.8g/L	1.0g/L
B	56370	50721	46080	42471
Na	308625	298138	296182	288827
Mg	222133	211868	205669	200056
Al	317023	296370	276984	263708
K	54871	52923	50495	51147
Ca	92538	89278	87966	84811
Ti	108315	102650	101581	97363
V	1117823	1040417	996884	943040
Cr	978926	899489	855022	811859
Mn	1223694	1133473	1067554	1012577
Fe	218151	206050	205340	194946
Co	1038051	929283	872134	819141
Ni	231024	204960	191032	180936

Cu	559658	502057	468342	437182
Zn	164104	147205	133530	125668
Ga	795806	728250	672606	637494
Ge	367378	329772	305913	290489
As	176864	158621	145344	137387
Zr	900110	811314	752168	708453
Nb	1669592	1488849	1362296	1267370
Mo	271253	243358	224648	212202
Ag	361496	325927	301061	279261
Cd	150310	134364	121515	113973
Sn	413815	354468	315028	294380
Sb	612006	511625	442285	408560
Hf	482463	439514	407169	381327
W	447402	402170	369141	342826
Pb	757739	724843	704330	677335
Bi	1216092	1167123	1127395	1085725

本方法元素定量范围下限为0.00002%～0.0001%，采用基体匹配配制系列标准溶液需要高纯钽基体，内标校正法相较基体匹配法操作更加简单，因此优先考察内标校正效果。选择合适的内标元素进行校正，结果见表6。40ng/mL的杂质元素经内标校正后回收率在95.2%～102.8%范围内，结果令人满意。结果表明，五氧化二钽、碳化钽、钽试样可以通过选择合适的内标元素有效校正基体效应和仪器波动对测定结果的影响，实现准确定量分析。

表6 内标法校正基体效应

元素	基体浓度			
	0.2g/L	0.5g/L	0.8g/L	1.0g/L
B	39.03	40.14	40.39	39.88
Na	39.26	39.34	39.86	40.66
Mg	39.59	39.22	38.90	39.57
Al	38.52	39.13	40.15	40.75
K	39.53	40.46	40.69	40.68
Ca	40.33	40.37	38.95	40.53
Ti	39.88	39.25	39.67	39.78
V	39.41	40.49	40.52	39.75
Cr	40.18	40.50	39.87	39.18
Mn	39.76	40.61	39.94	38.88
Fe	39.27	38.65	40.14	41.14
Co	38.82	38.80	39.98	40.02
Ni	39.99	39.56	40.45	40.89
Cu	39.79	39.85	40.81	40.60
Zn	40.60	40.66	40.49	40.61
Ga	38.91	39.75	40.32	40.72
Ge	39.78	39.87	40.61	41.09
As	40.26	40.32	40.56	40.86
Zr	38.89	39.13	39.84	39.99
Nb	40.15	39.97	40.15	39.82
Mo	39.77	39.84	40.38	40.65

Ag	39.48	39.74	40.31	39.85
Cd	40.83	40.75	40.46	40.45
Sn	40.96	39.17	38.23	38.07
Sb	39.94	39.59	39.98	40.49
Hf	39.02	39.69	40.37	40.29
W	39.00	39.14	39.45	39.04
Pb	39.97	39.81	39.61	40.44
Bi	39.32	39.29	38.87	39.73

分别配制基体匹配系列标准溶液（高纯五氧化二钽消解溶液分取，Ta 基体浓度 1mg/mL）和无基体匹配系列标准溶液，质量浓度均依次为 0、20ng/mL、40ng/mL、60ng/mL、80ng/mL。在同一批处理条件下先后测定，图 1~图 8 分别以低、中、高质量数元素 Na、Ca、Sb、Bi 为例给出了基体匹配系列标准溶液和无基体匹配系列标准溶液绘制工作曲线图。试验发现，内标校正前部分元素的工作曲线斜率相差很大，如图 5 所示的 Sb 工作曲线，但是选择合适的内标校正后，两种工作曲线线性拟合后线性相关系数大于 0.999。

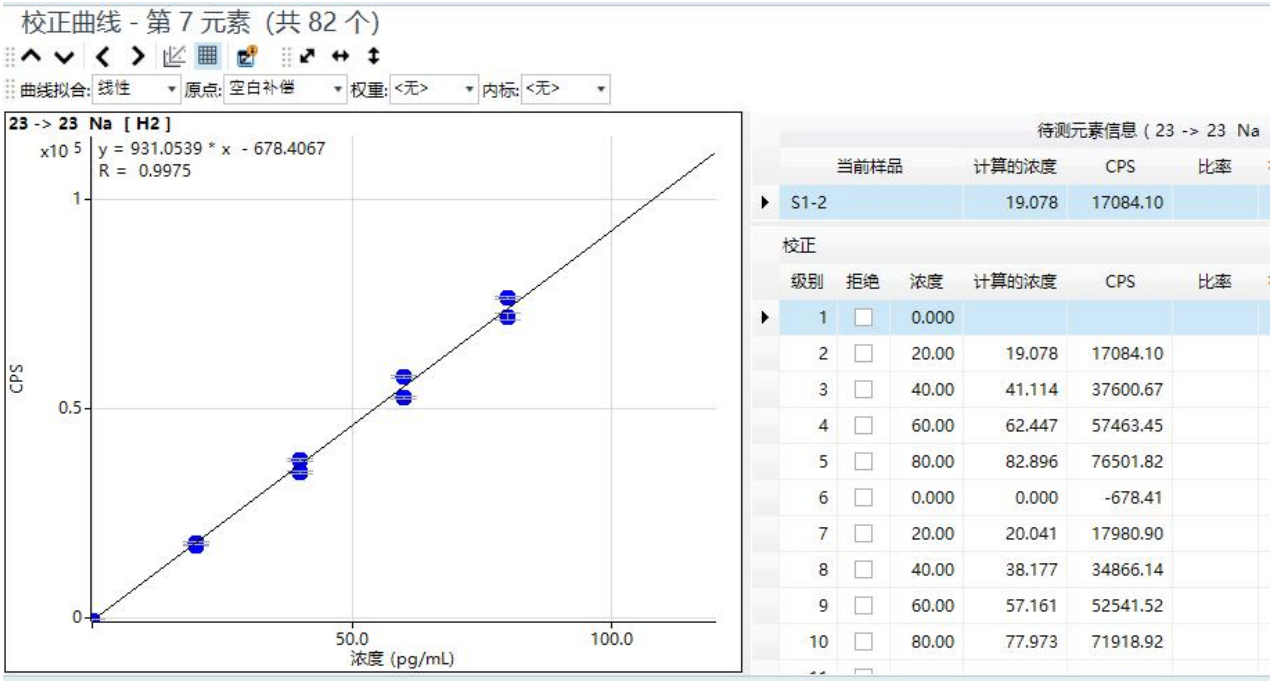


图 1　Na 工作曲线-无内标

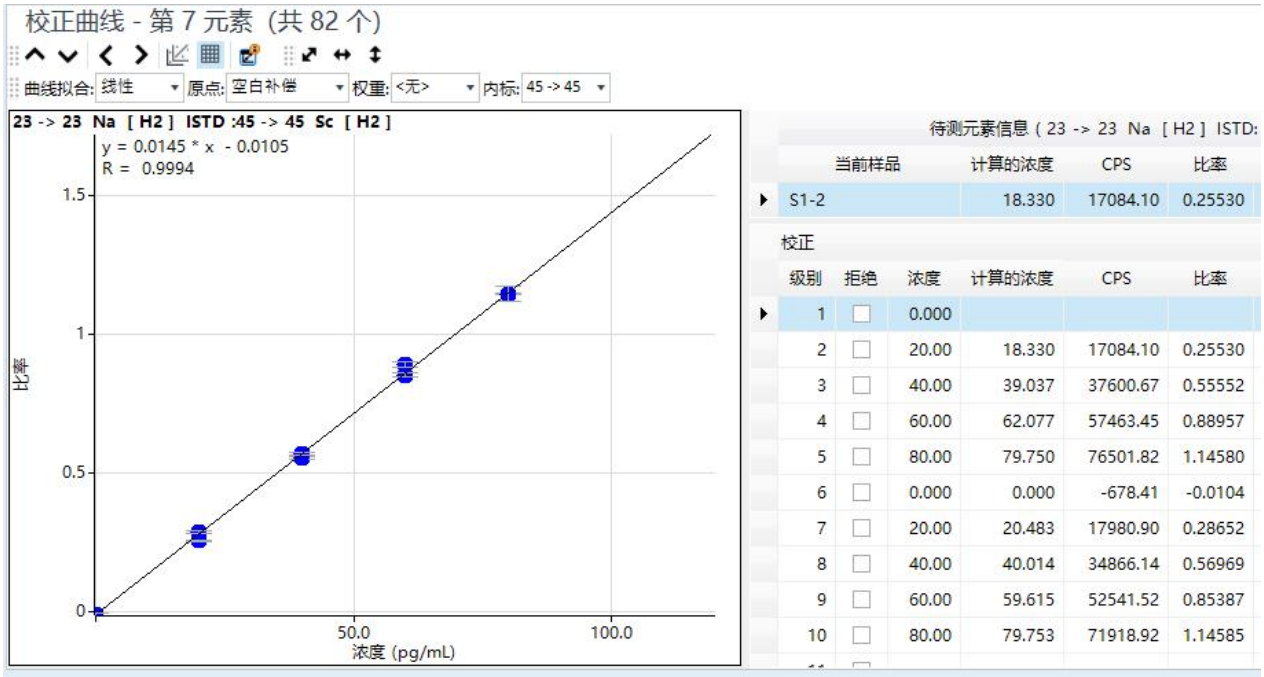


图 2　Na 工作曲线-Sc 内标

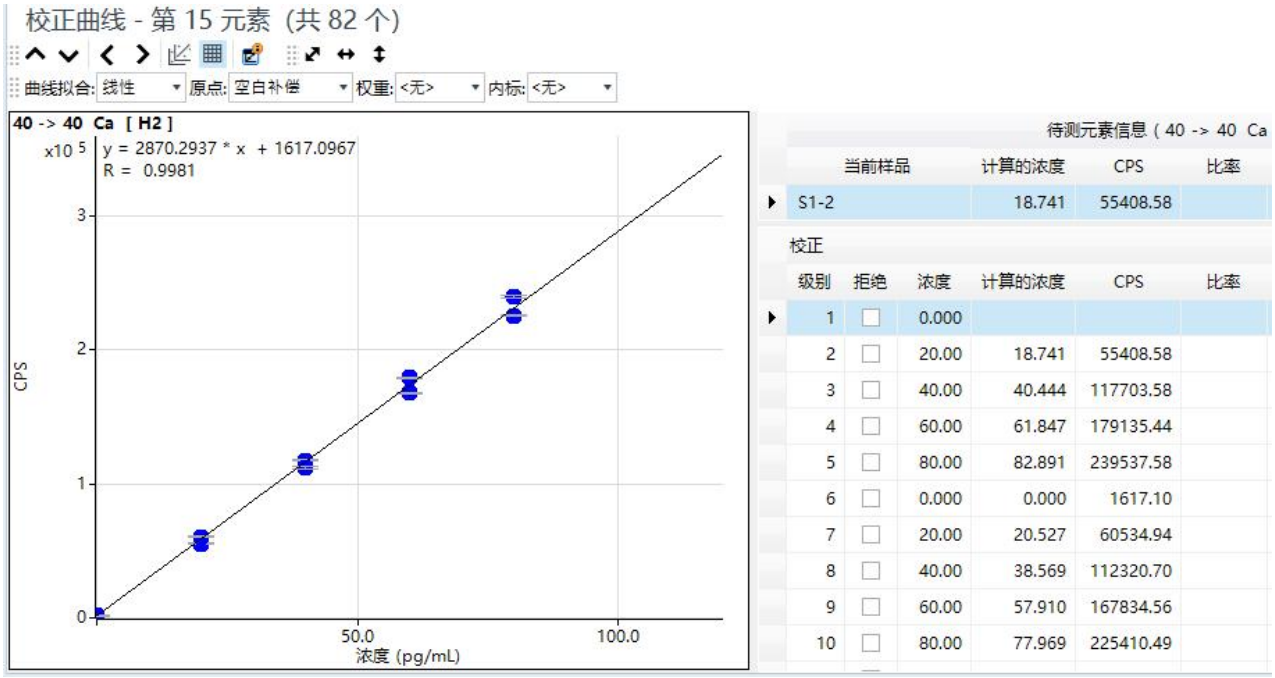


图 3　Ca 工作曲线-无内标

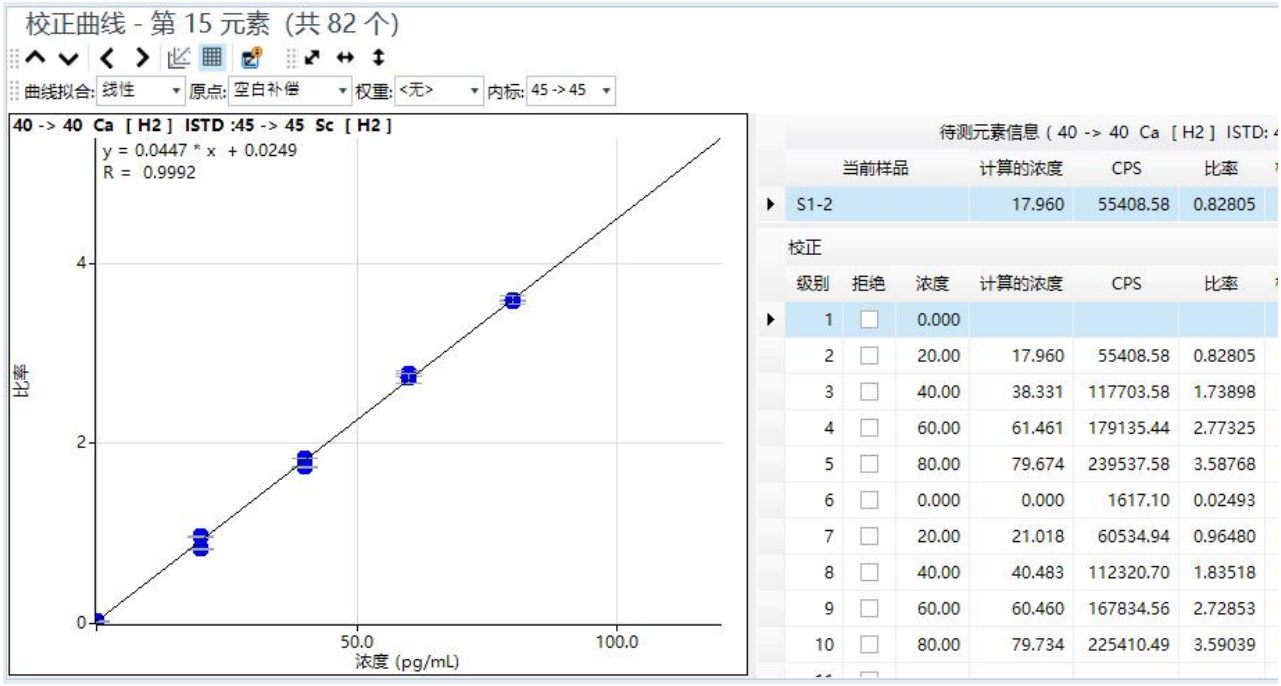


图 4　Ca 工作曲线-Sc 内标

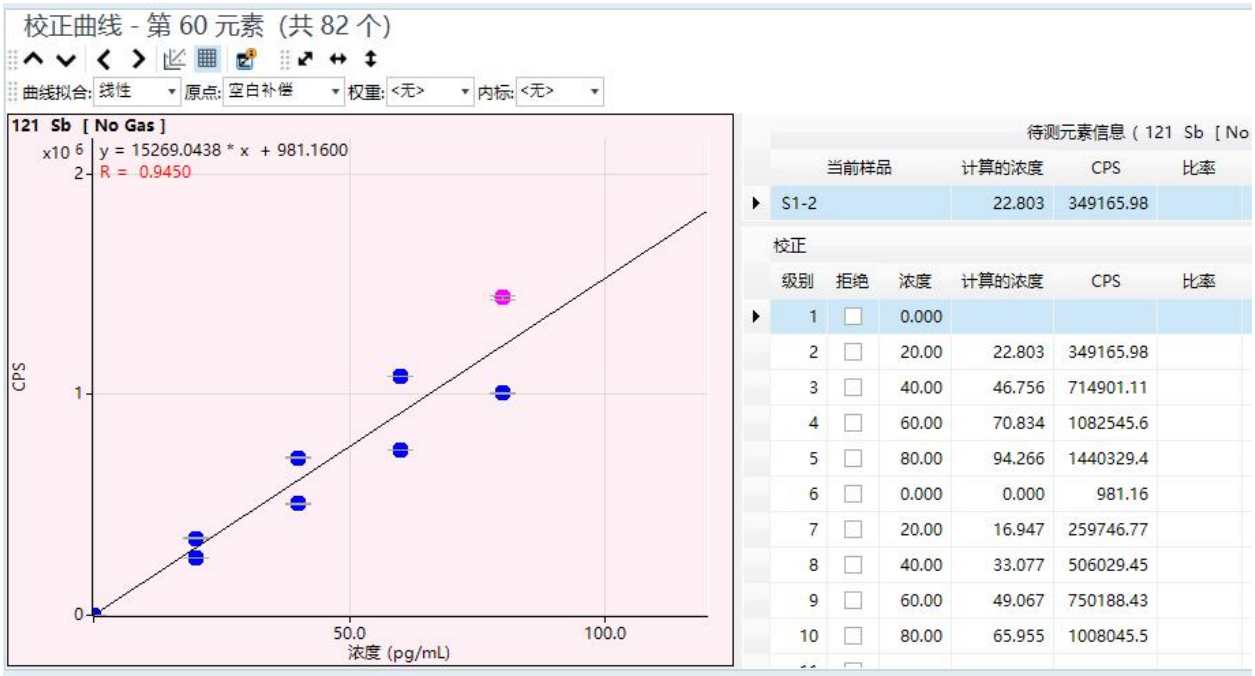


图 5　Sb 工作曲线-无内标

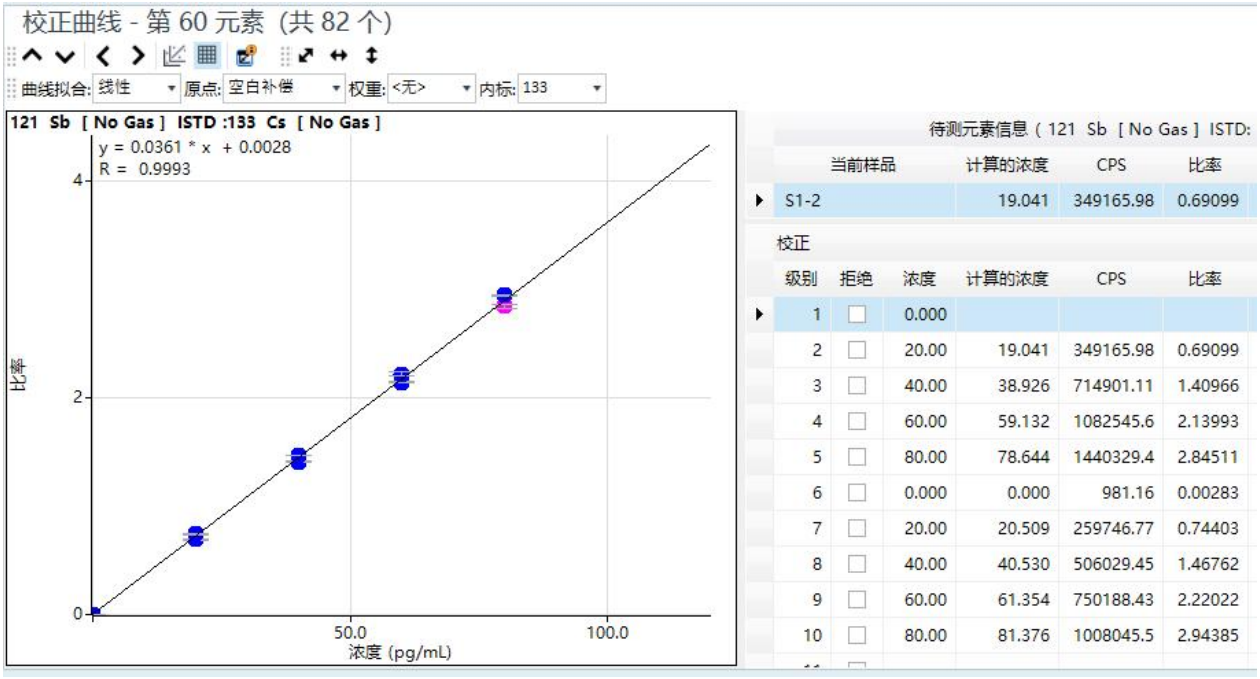


图 6　Sb 工作曲线-Cs 内标

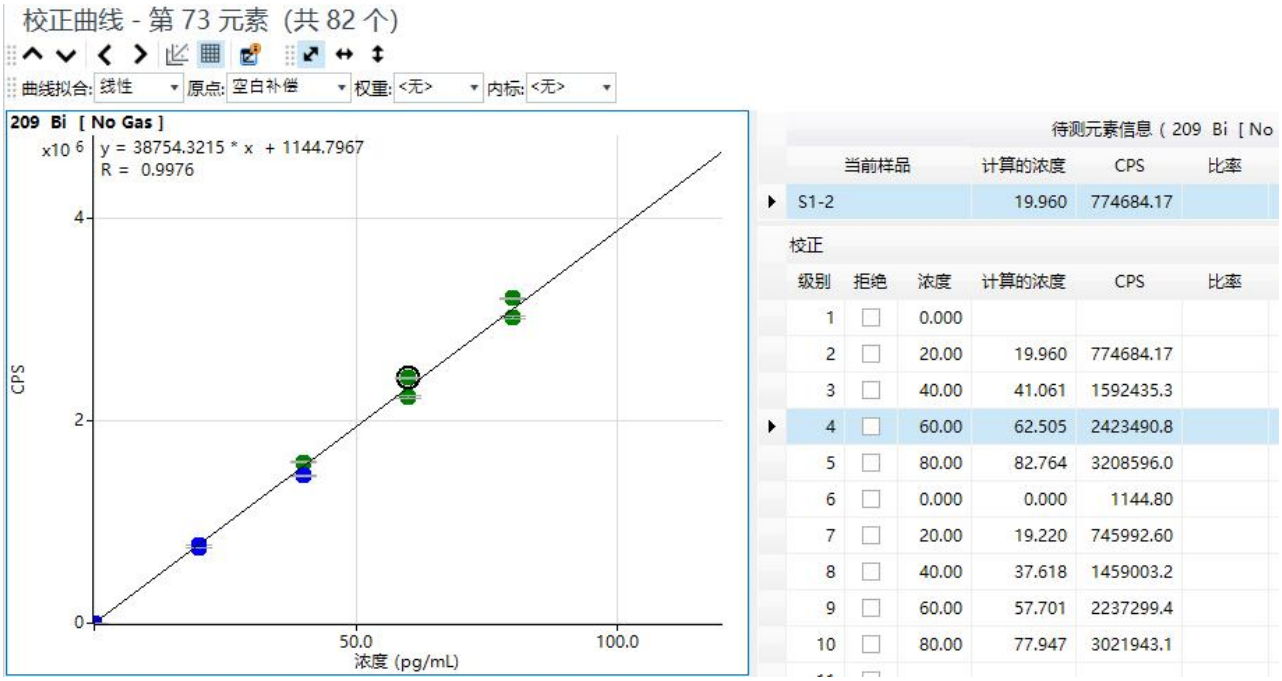


图 7　Bi 工作曲线-无内标

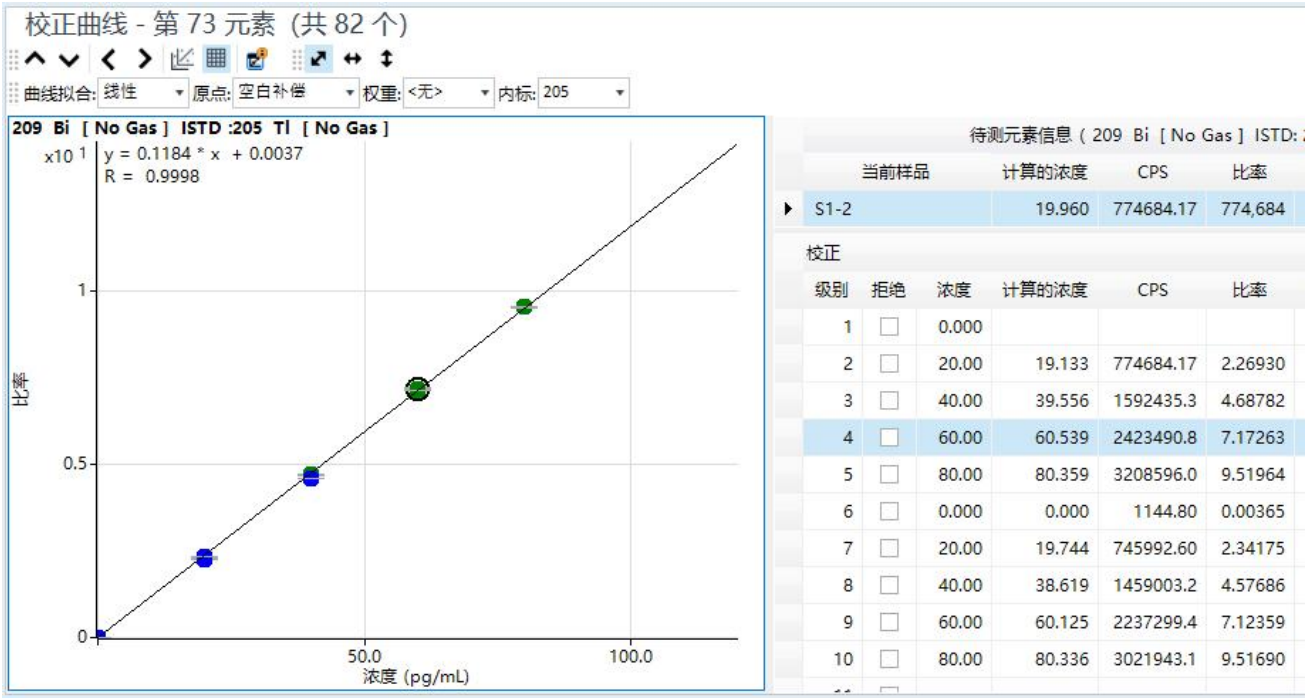


图 8　Bi 工作曲线-Tl 内标

4.2 氟钽酸钾

以高纯氟钽酸钾（东方钽）配制氟钽酸钾质量浓度分别为 0.2、0.5、0.8、1.0mg/mL 的溶液，并均加入 40ng/mL 的杂质元素和 10ng/mL 的锂、钪、铯、铥和铊混合内标溶液，考察氟钽酸钾基体效应。信号强度随基体浓度变化情况见表 7，结果表明氟钽酸钾基体对杂质元素信号有抑制作用。优先采用内标法进行校正，结果见表 8。40ng/mL 的杂质元素经内标校正后回收率在 94.8%～106.7%范围内，结果令人满意。

同时，本实验室也采用氟钽酸钾（东方钽）基体匹配法配制 0、20ng/mL、40ng/mL、60ng/mL、80ng/mL 工作曲线，通过选择合适的内标元素，基体匹配和无基体匹配线性相关系数也可达到 0.999。表明标准溶液不进行基体匹配可以获得准确结果。

表 7　氟钽酸钾基体效应

元素	基体浓度				
	0	0.2g/L	0.5g/L	0.8g/L	1.0g/L
B	472725	433354	395000	359116	341586
Na	3904397	3601000	3311470	3015907	2867433
Mg	2411963	2241996	2041812	1884852	1783722
Al	2768283	2565263	2355411	2160858	2070234
Ca	37549	35877	36012	34993	35725
Ti	487869	443978	413896	392483	381659
V	3470877	3145784	2946641	2778539	2698062
Cr	2983248	2714473	2525850	2373365	2281673
Mn	3948591	3614377	3325791	3131430	3010648
Fe	1689112	1569083	1562467	1493356	1524831
Co	3411830	3103092	2874272	2716132	2629188
Ni	771176	691478	636161	599812	578364
Cu	1742899	1573931	1426644	1347021	1293826

Zn	441763	412978	372309	342758	329269
Ga	2530804	2304919	2125686	2006657	1945451
Ge	761215	702801	649288	616128	599417
As	396222	369588	339516	323865	316081
Zr	532081	489691	457086	435194	425621
Nb	4210430	3864835	3641193	3470687	3403821
Mo	708342	637643	595114	567976	556395
Ag	1684482	1474304	1356472	1291608	1303732
Cd	356349	323225	294866	279013	270552
Sn	1066876	967076	906170	861347	840288
Sb	1340873	1236940	1150175	1097140	1067805
Hf	1179985	1072460	1024098	1003795	991104
W	1138889	1017522	944076	898037	877319
Pb	2886319	2560934	2371831	2296165	2256685
Bi	2376904	2071159	1936449	1849245	1815562

表 8 内标法校正氟钽酸钾基体效应结果

元素	基体浓度				标准点回测
	0.2g/L	0.5g/L	0.8g/L	1.0g/L	
B	40.66	39.43	37.94	38.01	41.59
Na	41.11	40.39	38.97	39.03	41.82
Mg	40.88	39.81	38.95	38.86	41.52
Al	40.66	39.92	38.82	39.20	41.66
Ca	41.03	41.22	41.29	42.45	40.79
Ti	39.94	39.81	40.02	41.02	40.15
V	40.06	40.12	40.11	41.05	40.05
Cr	40.03	39.81	39.65	40.18	40.15
Mn	39.97	39.62	39.17	39.88	41.11
Fe	39.74	39.61	39.04	40.14	40.45
Co	40.04	39.66	39.73	40.54	40.35
Ni	40.14	39.46	39.45	40.09	40.94
Cu	39.99	38.75	38.79	39.27	40.64
Zn	41.29	39.79	38.84	39.32	40.36
Ga	40.45	39.89	39.92	40.80	40.64
Ge	41.46	40.96	41.20	42.25	40.79
As	40.94	40.51	40.58	41.93	41.34
Zr	40.48	40.70	40.69	42.13	40.86
Nb	40.48	41.08	41.12	42.70	41.10
Mo	39.89	40.10	40.19	41.69	40.93
Ag	39.87	39.96	40.33	42.08	40.28
Cd	41.03	40.76	40.89	41.97	39.83
Sn	40.54	40.92	40.85	42.20	40.85
Sb	40.24	39.82	39.93	39.48	41.20
Hf	39.84	40.47	40.65	41.84	41.02
W	39.59	39.56	39.52	40.87	39.46
Pb	40.47	40.42	40.65	41.44	40.51
Bi	39.73	40.05	39.73	40.47	40.52

上述（4.1 和 4.2）实验数据表明，ICP-MS 测定钽、五氧化二钽、碳化钽、氟钽酸钾中杂质元素时，采用内标校正可以有效地校正基体效应的信号强度的影响。当具备合适的高纯基体时，也可以采用基体匹配法配制标准溶液，但依然需要加入内标以校正仪器漂移对测定结果的影响。

一验单位验证情况：（1）东方钽业和稀美（广东）验证基体效应与起草单位结论一致，基体对信号有抑制作用。（2）东方钽业使用的铑和铟作为内标元素进行校正可以实现基体匹配和无基体匹配两种工作曲线线性拟合后相关系数达到 0.999 以上，内标校正可以准确定量，结论与起草单位一致，实际工作中两种标准溶液也都有采用。稀美（广东）低质量数的结果有差异，基体匹配标准曲线后结果一致性好。

5、方法检出限和测定下限

按照实验方法配制系列标准溶液，并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，绘制工作曲线。各杂质元素在选定的质量数处线性关系良好，线性相关系数均大于 0.999。

钽、五氧化二钽、碳化钽以 1mg/mL 的 Ta 基体溶液作为空白溶液，氟钽酸钾以 1mg/mL 的 K_2TaF_7 作为空白溶液考察方法检出限和测定下限。在选定的条件下测定，空白溶液独立测定 7 次以上，以 3 倍标准偏差对应浓度计算方法检出限，以 10 倍标准偏差对应浓度计算方法测定下限，结果见表 9。由结果可知，测定下限能够满足本方法痕量元素定量检测的要求。

表 9　工作曲线、方法检出限及测定下限

元素	质量数	校准曲线	钽 / 碳化钽 / 五氧化二钽		氟钽酸钾	
			检出限 /(μg/g)	测定下限 /(μg/g)	检出限 /(μg/g)	测定下限 /(μg/g)
B	11	Y=0.0071*X+0.0258	0.117	0.391	0.062	0.207
Na	23	Y=0.0371*X+0.0651	0.287	0.957	0.156	0.520
Mg	24	Y=0.0270*X+0.0065	0.047	0.157	0.053	0.178
Al	27	Y=0.0179*X+0.0090	0.103	0.343	0.039	0.131
K	39	Y=0.0266*X+0.0780	0.233	0.778	/	/
Ca	40	Y=0.0436*X+0.0470	0.169	0.564	/	/
	44	Y=0.0005*X+0.0004	0.279	0.931	0.302	1.000
Ti	47	Y=0.0131*X+0.0013	0.033	0.111	0.017	0.056
V	51	Y=0.1414*X+0.0027	0.006	0.019	0.026	0.086
Cr	52	Y=0.1222*X+0.1003	0.034	0.115	0.030	0.101
Mn	55	Y=0.1550*X+0.0413	0.027	0.091	0.024	0.080
Fe	56	Y=0.0314*X+0.0381	0.083	0.276	0.113	0.375
Co	59	Y=0.0570*X+0.0032	0.022	0.074	0.008	0.028
Ni	60	Y=0.0123*X+0.0319	0.087	0.291	0.039	0.130
Cu	63	Y=0.0301*X+0.0028	0.014	0.047	0.028	0.094
Zn	66	Y=0.0087*X+0.0029	0.095	0.316	0.032	0.105
Ga	69	Y=0.0437*X+0.0002	0.016	0.053	0.005	0.017
Ge	72	Y=0.0142*X+0.0041	0.065	0.217	0.014	0.046
	74	Y=0.0197*X+0.0004	0.026	0.087	0.019	0.062
As	75	Y=0.0094*X+0.0004	0.021	0.069	0.019	0.064
Zr	91	Y=0.0144*X+0.0004	0.003	0.012	0.014	0.047
Nb	93	Y=0.0893*X+0.0052	0.021	0.071	0.016	0.054

Mo	95	Y=0.0147*X+0.0005	0.026	0.086	0.020	0.068
Ag	107	Y=0.0399*X+0.0003	0.003	0.010	0.029	0.098
Cd	111	Y=0.0080*X+0.0001	0.008	0.026	0.003	0.009
Sn	118	Y=0.0229*X+0.0002	0.020	0.067	0.014	0.045
Sb	121	Y=0.0361*X+0.0004	0.010	0.035	0.022	0.073
Hf	178	Y=0.0267*X+0.0008	0.002	0.008	0.011	0.036
W	184	Y=0.0253*X+0.0048	0.013	0.045	0.025	0.084
Pb	208	Y=0.0714*X+0.0004	0.008	0.026	0.016	0.052
Bi	209	Y=0.1173*X+0.0021	0.004	0.015	0.011	0.038

一验单位验证情况：东方钽业和稀美（广东）按照试验方法考察了方法检出限和测定下限。经确认，结果与起草单位一致，方法测定下限能够满足试验报告测定范围中定量分析下限的要求。东方钽业提出根据计算的测定下限，将高纯氟钽酸钾中Nb、Mo、W范围下限调整至0.00001%。

6、正确度

（1）对 **GSB 04-3946-2022** 钽标样进行进行测试，并进行加标回收实验，各杂质元素加入量为 20 ug/g，测定结果及加标回收率见表 10，测定值与证书值结果一致，加标回收情况良好。

表 10　GSB 04-3946-2022 钽标样

元素	平均值/%	证书给定值/%	加入量/μg/g	测定值/μg/g	回收率/%
B	0.00002	0.00002*	20	19.1	94.5
Mg	0.000014	0.000012*	20	21.2	105.3
Al	<0.00001	0.00004	20	21.0	105.0
Ca	<0.0005	0.00015	20	20.6	103.0
Ti	0.000058	0.00004	20	21.3	103.6
V	0.000015	0.00002*	20	21.4	106.3
Cr	0.00182	0.0016	20	39.9	108.5
Mn	0.00020	0.00019	20	21.8	99.0
Fe	0.00275	0.0026	20	46.5	95.0
Co	<0.00001	<0.000005*	20	19.7	98.5
Ni	0.00104	0.0011	20	30.2	99.0
Cu	0.00006	0.00004	20	20.4	99.0
Zn	<0.00001	0.000002*	20	19.5	97.5
Ga	<0.00001	<0.000001*	20	21.5	107.5
Ge	0.000032	<0.00005*	20	21.2	104.4
As	0.00002	0.00002*	20	20.7	102.5
Zr	<0.00001	<0.000005*	20	20.3	101.5
Nb	0.00029	0.00028	20	22.7	99.0
Mo	0.000044	0.00004	20	21.0	102.8
Ag	<0.00001	/	20	19.7	98.5
Cd	<0.00001	<0.000005*	20	19.9	99.5
Sn	0.000079	0.00006	20	21.8	105.1
Sb	0.000021	0.00002*	20	20.4	101.0
Hf	<0.00001	<0.000001*	20	19.6	98.0
W	0.000042	0.00011	20	19.2	93.9
Pb	<0.00001	0.000002*	20	19.3	96.5

Bi	<0.00001	<0.00001*	20	18.9	94.5
*为证书中给出的参考值					

（2）对氟钽酸钾进行加标回收实验，本底标注为/的元素，按定量范围下限 0.2μg/g 或 1μg/g 计算加标回收率，结果见表 11。加标回收率在 90.9%~101.2%范围内，加标回收良好。

表 11　5#样品（K_2TaF_7-东方钽）精密度数据

元素	本底	加标 20μg/g 后 7 次测定值							平均值/%	RSD/%	回收率
B	/	0.00187	0.00191	0.00194	0.00200	0.00191	0.00187	0.00193	0.00192	2.43	91.0
Na	/	0.00197	0.00197	0.00195	0.00199	0.00194	0.00210	0.00225	0.00202	5.58	96.2
Mg	/	0.00206	0.00206	0.00205	0.00207	0.00204	0.00205	0.00207	0.00206	0.68	97.9
Al	/	0.00208	0.00208	0.00207	0.00212	0.00209	0.00214	0.00220	0.00211	2.17	100.6
Ca	/	0.00207	0.00207	0.00213	0.00212	0.00210	0.00217	0.00221	0.00212	2.44	101.2
Ti	/	0.00200	0.00201	0.00199	0.00200	0.00199	0.00199	0.00199	0.00200	0.46	94.8
V	/	0.00196	0.00197	0.00196	0.00197	0.00197	0.00197	0.00197	0.00197	0.18	97.4
Cr	/	0.00194	0.00194	0.00193	0.00195	0.00194	0.00193	0.00195	0.00194	0.40	92.0
Mn	/	0.00199	0.00196	0.00198	0.00201	0.00198	0.00198	0.00200	0.00199	0.84	94.3
Fe	/	0.00186	0.00193	0.00201	0.00207	0.00216	0.00198	0.00197	0.00200	4.83	94.9
Co	/	0.00193	0.00192	0.00194	0.00195	0.00193	0.00191	0.00194	0.00193	0.64	95.6
Ni	/	0.00190	0.00191	0.00186	0.00187	0.00194	0.00208	0.00187	0.00192	4.02	90.9
Cu	/	0.00201	0.00201	0.00202	0.00201	0.00200	0.00201	0.00201	0.00201	0.24	95.5
Zn	/	0.00192	0.00193	0.00194	0.00195	0.00194	0.00196	0.00195	0.00194	0.70	92.0
Ga	/	0.00194	0.00191	0.00193	0.00194	0.00193	0.00193	0.00194	0.00193	0.52	91.6
Ge	/	0.00195	0.00194	0.00195	0.00196	0.00195	0.00196	0.00196	0.00195	0.31	92.7
As	/	0.00198	0.00201	0.00201	0.00202	0.00202	0.00203	0.00199	0.00201	0.93	99.4
Zr	/	0.00204	0.00205	0.00207	0.00208	0.00207	0.00207	0.00207	0.00206	0.68	98.2
Nb	/	0.00202	0.00203	0.00203	0.00203	0.00202	0.00206	0.00206	0.00204	0.82	100.8
Mo	/	0.00202	0.00203	0.00203	0.00204	0.00202	0.00208	0.00206	0.00204	1.04	101.0
Ag	/	0.00197	0.00198	0.00196	0.00197	0.00195	0.00200	0.00199	0.00197	0.80	93.7
Cd	/	0.00197	0.00200	0.00198	0.00199	0.00199	0.00199	0.00197	0.00199	0.52	94.3
Sn	/	0.00196	0.00197	0.00198	0.00198	0.00197	0.00199	0.00198	0.00198	0.45	93.8
Sb	1	0.00204	0.00208	0.00205	0.00207	0.00205	0.00213	0.00208	0.00207	1.44	98.5
Hf	/	0.00202	0.00203	0.00203	0.00203	0.00202	0.00204	0.00203	0.00203	0.38	96.5
W	/	0.00199	0.00198	0.00200	0.00200	0.00199	0.00198	0.00202	0.00199	0.68	98.7
Pb	/	0.00201	0.00202	0.00202	0.00201	0.00201	0.00199	0.00202	0.00201	0.44	95.6
Bi	/	0.00194	0.00197	0.00196	0.00197	0.00197	0.00194	0.00197	0.00196	0.68	93.0

一验单位验证情况：（1）起草YS/T 898-2024期间，广东省科学院工业分析检测中心、宝钛集团有限公司、金川集团股份有限公司予以验证，结果一致。（2）东方钽业、稀美（广东）对氟钽酸钾进行加标回收试验，结果与起草单位一致，且回收率良好。

7、精密度数据的确定

7.1 样品收集及筛选情况

宁夏东方钽业股份有限公司、稀美资源为本项目提供钽粉、五氧化二钽、碳化钽、氟钽酸钾样品各 1 个。浙江创欣新材料有限公司提供高纯五氧化二钽 1 个。起草单位提供纯钽（钽质量分数≥99.9%）成

分标准样品（片状）（国家标准样品编号：GSB 04-3946-2022）。样品收集阶段共收集样品 10 个。

起草单位采用 ICP-MS 对收集的样品进行初步测试，筛选出均匀性好、杂质元素含量范围合适的样品。经过筛选，选择 5 个样品用于精密度数据测定，具体为稀美公司提供的钽粉、五氧化二钽；东方钽业提供的碳化钽、氟钽酸钾；浙江创欣提供的五氧化二钽。纯钽（钽质量分数≥99.9%）成分标准样品（片状）用于正确度确认。

7.2 精密度数据统计

标准基于对上述 5 个样品的测定数据计算重复性限和再现性限。精密度数据是在 2026 年由 XX 家试验室进行共同试验确定的，实验室代码见表 12。每个实验室对每个水平的杂质含量均独立测定 7 次，精密度试验原始数据见附录 A。

表 12　实验室代码

代码	实验室名称	代码	实验室名称	代码	实验室名称
1	国标（北京）检验认证有限公司	2	宁夏东方钽业股份有限公司	3	稀美资源（广东）有限公司
4		5		6	
7		8		9	
10		11		12	
13					

按照精密度数据统计要求，起草单位对标准差进行柯克伦检验，剔除标准偏差离群值；再进行格拉布斯检验，剔除平均值离群值，然后计算精密度数据，得到重复性限和再现性限。统计过程见 Excel 文件《重复性限和再现性限统计计算表》。

四、标准中涉及的专利情况

本文件不涉及专利问题。

五、标准预期达到的社会效益等情况

1、项目的必要性

钽及钽化合物是我国重要的稀有战略材料，在电容器、靶材、化工防腐、航空航天、核工业以及医用增材制造等领域有着不可替代的应用，杂质含量是钽及钽化合物产品牌号划分、质量等级判定的关键技术指标。

GB/T 15076.16—2008 采用当前痕量分析应用最为广泛的 ICP-MS 技术，仅测定了钠、钾 2 个元素，测定元素数量少，适用样品范围有限，难以满足当前钽产业高质量发展的检测需求，也不符合当前各类实验室的检测现状。对 GB/T 15076.16 开展修订工作，扩大测定元素范围，拓展样品适用对象，充分发挥 ICP-MS 多元素同时测定、灵敏度高等优势，开发更加适配产品标准的分析方法标准，便于统一行业内各实验室检测方法，提高检测结果可比性，有利于产品质量控制、牌号判定以及国内外贸易的质量仲裁。综上，对该标准进行修订是非常必要的。

2、项目的可行性

项目负责单位具备扎实的前期技术基础。起草单位主持完成了 YS/T 898-2024 行业标准的研制，系统开展了高纯钽中痕量杂质的 ICP-MS 分析技术研究，掌握了样品消解、质谱干扰消除、基体效应校正等关键技术，为本标准修订奠定坚实的试验基础。

东方钽业、稀美资源等生产单位实验室作为一验单位，同时有多家科研院所、三方检测作为二验单位共同参与，完成条件验证、公共样品协同试验。多单位协同验证能够确保标准技术内容贴合国内行业

实际检测水平，代表行业发展现状。尽管不同实验室设备条件有差异，但是通过编制组反复研讨、统一方案并广泛征求意见，能够确保实验方案切实可行、具备可复现性。

电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）具有多元素同时测定、检出限低等优点，用于痕量杂质元素的测定快速、准确。ICP-MS 设备已在钽产品的生产企业、第三方检测机构、科研院所广泛配置，标准方法流程简短易操作，国内绝大多数相关实验室具备开展本方法检测的硬件基础，标准落地实施条件成熟。

3、标准预期的作用和效益

本次修订统一了 ICP-MS 测定四类钽材料中杂质元素的技术要求，元素种类由 2 个增加到 29 个。准实施后，统一的技术规范能够显著提升检测数据的一致性、复现性与可比性。标准测定下限可满足高端钽材料痕量杂质管控要求，有助于钽产品质量的提升。

标准同时测定 29 种痕量杂质元素，大大缩短了检测周期、减少了样品与试剂消耗，直接降低了企业单次检测成本，提升了检测效率。标准的修订统一了 ICP-MS 方法的技术内容，各企业无需投入人力、物力自行建立非标方法，为企业节约了成本。同时，新标准为钽、五氧化二钽、碳化钽、氟钽酸钾产品提供了可靠的杂质控制手段，支撑产品牌号判定，助力产品质量提升，为行业提质增效、产业链上下游协同发展和对外贸易结算提供了坚实的技术保障，创造了直接和间接的显著经济效益。

ICP-MS 法灵敏度高、基体耐受性好，与传统的分元素化学分析方法相比，大幅减少了各种化学试剂的用量，也相应减少了废酸和废液的产生量，减轻了废弃物处理的环境负荷，符合绿色低碳和清洁生产的要求。修订后的方法体现了绿色化学和节能减排的发展方向。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

1、采用国际标准和国外先进标准的程度

经查询，本文件与国外现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。本标准未采用（包括等同采用、修改采用及非等效采用）国际标准或国外先进标准。

2、与国际标准及国外同类标准水平的对比

未检索到相关的国外标准或国际标准。

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

修订后标准为 GB/T 15076《钽铌化学分析方法》的第 16 部分，可与其余部分配套使用。领域内没有强制性国家标准。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。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

无重大分歧。

九、标准作为强制性或推荐性标准的建议

建议本标准为推荐性国家标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

本标准采用电感耦合等离子体质谱仪测定钽、五氧化二钽、碳化钽及氟钽酸钾中硼、钠、镁、铝、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴等痕量杂质元素。该设备目前在各高校院所、企事业单位均具有较高的市场占有率。建议向从事钽产品生产、研发、销售、检测的相关企业和单位积极宣贯本标准的内容。

标准使用单位需对标准变更内容进行重点确认，标准使用过程中出现疑问，标准的起草单位有义务进行必要的解释，可通过网络会议、讲座等形式进行标准内容的讲解。

建议发布 6 个月后实施。

十一、废止现行有关标准的建议

本标准代替 GB/T 15076.16—2008，新版标准颁布实施后 GB/T 15076.16—2008 即废止。

十二、公平竞争审查

本标准无限制或者变相限制市场准入和退出，无限制或者变相限制商品要素自由流动，不影响经营者生产经营成本，不影响经营者生产经营行为，不适用《公平竞争审查条例》第十二条的规定，详见公平竞争审查表。

十三、其他应予说明的事项

无。

《钽铌化学分析方法 第 16 部分》编制组

2026 年 10 月