钽铌化学分析方法

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

编制说明

（送审稿）

宁夏东方钽业股份有限公司

2026. 9

钽铌化学分析方法
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
编制说明

一、工作简况，包括任务来源、制定背景、起草过程等

1.1 任务来源

根据国标委发[2025]58号《国家标准化管理委员会关于下达2025年第十批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》要求，由宁夏东方钽业股份有限公司牵头负责国家标准《钽铌化学分析方法 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》的修订任务，项目计划编号为20255622-T-610，修订标准GB/T 15076.6－2020，项目周期16个月，完成年限为2027年2月28日，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会，提出单位为中国有色金属工业协会。

1.2 项目背景

钽作为很好的电子功能材料，具有耐腐蚀性、冷加工性能好和氧化膜电性能好等优点，是高科技领域不可或缺的金属材料，随着科学技术的不断进步和发展，已广泛应用在相关高技术产业领域，包括电子、精密陶瓷和精密玻璃工业、电声光器件、硬质合金、宇航及电子能工业、生物医学工程、超导工业以及特种钢等产业，因此对钽材料的需求在不断增加，对其性能上的要求也逐步提高，钽的纯度要求越来越高。因此硅、磷元素的存在对钽及其合金产品的性能影响较大，使金属的塑形和延展性降低，脆性增大，但适当增加硅含量可细化晶粒、增加磷含量可提高钽粉的比容；钼与钽形成固溶体时，可提高高温强度和抗蠕变性能；钨的加入能显著提升钽基合金的硬度和高温稳定性；铌是理想的协同元素，能综合提升钽的力学和耐腐蚀性能。随着钽及其合金产品不断向高端化发展，因此精确控制硅、磷、钼、钨合铌含量是保证钽及其合金产品质量的关键。

电感耦合等离子体原子发射光谱仪具有分辨率高、灵敏度高、低检出限、动态线性范围宽、多元素同时测定等优点，是微量和合金中添加元素的理想分析手段。因此，无论是产业发展需求，还是国家政策需求方向，该标准亟需修订，因此提出对GB/T 15076.6－2020《钽铌化学分析方法 第6部分：硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》进行修订，增加了磷、钼、钨和铌元素的测定，实现多元素联测，同时拓宽测定范围和降低化学试剂的消耗，可以有效保证钽中硅、磷、钼、钨和铌含量检测结果的一致性和准确性，同时提高检测效率，对钽产品的生产研发、质量保证有重要意义。

1.3 主要参加单位和工作成员及其所做的工作

1.3.1 项目编制组的确定

全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分标委（SAC/TC 243/SC3）分别于2025年4月16日-18日在云南省昆明市组织召开的有色金属标准项目论证会和2025年11月10日-12日在浙江省杭州市组织召开《钽铌化学分析方法 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》的任务落实会上，确定编制组成员共11家单位。根据标准编制工作任务量，确定了编制组构成，见表1。

表1　编制组成员

起草单位	一验单位	二验单位
宁夏东方	西安汉唐分析检测有限	宝钛集团有限公司、新疆湘润新材料科技有限公司、西北稀有金属材料研

钽业股份有限公司	公司、浙江创欣新材料有限公司、稀美资源(广东)有限公司	究院宁夏有限公司、广东广晟稀有金属光电新材料有限公司、稀美资源(贵州)科技有限公司、陕西天成航空材料股份有限公司、西安中钛华测检测技术有限公司

1.3.2 主要参加单位情况

宁夏东方钽业股份有限公司是本项目负责起草单位。公司是集科研、生产与技术开发为一体的国有大型稀有金属企业，是国内最大的钽、铌产品生产基地，科技先导型钽、铌研究中心，具有从钽铌湿法冶炼到材料加工的全流程企业；是国家重点高新技术企业、国家首批创新型企业、国家863成果产业化基地、全国专利工作试点企业和国家级企业技术中心；是国际钽铌研究中心（TIC）执委单位；是世界钽工业三强之一。公司在钽、铌及其合金技术领域具有雄厚的研究开发实力，在国内同行业中处于技术领先地位。其综合实力代表了我国钽、铌工业的整体水平，是我国国防、核能、宇航、电子、冶金和化工工业等高新技术领域里重要的稀有金属材料研究、开发、成果转化为一体的综合基地。几十年来承担了我国钽铌特种金属材料领域590多项省部级及以上科研和产业化项目，80多项成果获国家级、省部级科技进步奖。宁夏东方钽业股份有限公司在标准修订过程中负责负责提出标准修订的试验方案、试验报告、试验样品收集与发放以及数据的分析统计，随后与其他标准参编单位共同形成标准征求意见稿，进行广泛的征集，并负责在标准讨论会、预审会、审定会上进行项目介绍及答辩，最终形成报批稿，协助有色金属标准化技术委员会秘书处完成标准的报批工作。

西安汉唐分析检测有限公司为第一验证单位。公司是西北有色金属研究院控股子公司，成立于2018年，是专业从事金属材料测试评价技术服务的第三方独立法人机构，是国家专精特新“小巨人”企业、国家高新技术企业、国家知识产权优势企业、科技中小型企业、陕西省专精特新企业、西安市军民融合企业。该单位在标准修订过程中负责队标准文稿中确定的每一个参数条件进行验证，并对样品进行检测，对试验方案、标准征求意见稿、研究报告提出修改意见，协调起草单位完成标准征求意见稿的校核工作。

浙江创欣新材料有限公司为第一验证单位。公司于2022年11月由北京江丰半导体基金和上海同创普润新材料有限公司牵头成立，专业从事稀有金属钽铌湿法冶金，主产品有高纯氟钽酸钾、高纯钽粉、高纯氧化钽、高纯氧化铌等。该单位在标准修订过程中负责队标准文稿中确定的每一个参数条件进行验证，并对样品进行检测，对试验方案、标准征求意见稿、研究报告提出修改意见，协调起草单位完成标准征求意见稿的校核工作。

稀美资源（广东）有限公司为第一验证单位。公司成立于2006年5月，是全国生产能力最大的、技术装备最先进的钽铌湿法冶炼生产基地。目前公司已通过GB/T19001、GB/T24001、GB/T45001及GB/T29490等标准管理体系认证。公司拥有29项先进生产专利技术，参与编写多项国家标准及行业标准。为打造精准的品质分析检测体系，公司引进了法国JY公司ICP-AES、美国安捷伦ICP-MS、马尔文（MS3000）粒度分布仪等先进的检验检测设备。同时公司又致力于资源综合回收利用、环境及职业健康安全保护等工作，高投入、强管理，持续改进,不断增强核心竞争力，建设成为可持续发展的清洁绿色生产型企业。该单位在标准修订过程中负责队标准文稿中确定的每一个参数条件进行验证，并对样品进行检测，对试验方案、标准征求意见稿、研究报告提出修改意见，协调起草单位完成标准征求意见稿的校核工作。

宝钛集团有限公司为第二验证单位。公司是我国规模最大、体系最完整的钛及钛合金研发制造企业，拥有钛、装备设计制造、新产业等三大板块，控股宝钛股份（600456）、宝色股份（300402）两大上市公司，钛材产量世界第一，综合实力居全球钛行业前三位。自1965年建企以来，宝钛集团取得重大科技成果700多项。构建了从海绵钛制备，到熔炼、加工、深加工及装备制造的全产业链，使我国成为全球第四个拥有完整钛工业体系的国家，引领宝鸡建成全球规模最大的钛产业集群。主导制定钛标准110多项，占我国该领域标准的90%以上，全面支撑了我国航空、航天、海洋和民用等多领域用钛需要。该单位按照试验报告提供的方法对样品进行了分析，提供了精密度数据，并对

标准征求意见稿提出修改意见。

新疆湘润新材料科技有限公司为第二验证单位。公司成立于 2016 年 7 月 8 日，位于新疆哈密市伊州区高新技术园区南部循环产业园，为湖南五江轻化集团在西北地区投资设立的集研发、生产于一体的大型钛及钛合金新材料高新技术产业公司，拥有国内一流、国际先进的钛及钛合金生产装置、检测技术和一流的人才队伍。公司项目总投资 76 亿，主要产品包括海绵钛、钛及钛合金铸锭、带材、板材、锻材、棒材、复合材等，是国内首家“钛矿-海绵钛-钛加工材-钛制品”的钛全产业链公司。公司将建成年产 5 万吨钛材加工基地，目前一期已实现 2.5 万吨海绵钛，1 万吨钛加工材，2 万吨钛复合带材的生产能力。该单位按照试验报告提供的方法对样品进行了分析，提供了精密度数据，并对标准征求意见稿提出修改意见。

西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司为第二验证单位。公司是国内唯一的铍材研究和生产基地，国家高新技术企业，建有宁夏特种材料重点实验室等创新平台，是中国铍产业技术创新战略联盟理事长单位，国防科技工业协作配套重点单位，主持多项铍及铍合金国家军用标准或行业标准制修订，参与多项钽、铌、铟、锡等其他行业的标准验证工作。该单位按照试验报告提供的方法对样品进行了分析，提供了精密度数据，并对标准征求意见稿提出修改意见。

广东广晟稀有金属光电新材料有限公司为第二验证单位。公司是我国最早从事钽铌冶炼加工的五家企业之一，是我国钽铌行业中少数拥有从钽铌湿法冶炼到金属制品深加工相对完整产业链的企业，其可靠性、稳定性、先进性得到了广大客商的高度认可。广晟新材为我国钽铌协会副会长单位，钽铌国际研究中心（TIC）会员，通过 ISO-9001 认证和 RMI-RMAP 非冲突矿资源认证。广晟新材广东省钽铌冶炼工程技术研究中心、清远市钽铌新材料创新基地，具备雄厚的研发实力，主导或参与起草、制定国家、行业标准 25 项，拥有 29 项专利。该单位按照试验报告提供的方法对样品进行了分析，提供了精密度数据，并对标准征求意见稿提出修改意见。

稀美资源（贵州）科技有限公司为第二验证单位。公司主要从事钽铌金属材料的研发、生产、加工与销售，目前可年产 1500 吨高纯高性能钽铌金属新材料，拥有 33 项国内先进的钽铌冶炼工艺知识产权和生产技术，包括 10 项发明专利，23 项实用新型专利，是国家高新技术企业、贵州省“专精特新”中小企业、贵州省创新型中小企业、贵州省科技型中小企业。2024 年获批贵州省技术中心，通过了质量管理体系认证、环境管理体系认证、职业健康安全管理体系认证、能源管理体系认证、武器装备体系认证。该单位按照试验报告提供的方法对样品进行了分析，提供了精密度数据，并对标准征求意见稿提出修改意见。

陕西天成航空材料股份有限公司为第二验证单位。公司成立于 2007 年，是专业从事高品质钛合金材料研发生产的高新技术企业、民营股份制企业。公司成立以来，持续用创新驱动发展，践行新质生产力发展要求，累计取得各项成果 200 余项，获得省部级科技进步奖 3 项，累计参与重点型号研发、生产 100 余项，并参与多项国家标准、行业标准及 20 余项用户标准的制定。是中央财政重点支持的国家级专精特新“小巨人”企业、国家技术创新示范企业、陕西省钛合金产业链“链主”企业、陕西省千亿级钛及钛合金产业创新集群重点企业。该单位按照试验报告提供的方法对样品进行了分析，提供了精密度数据，并对标准征求意见稿提出修改意见。

西安中钛华测检测技术有限公司为第二验证单位。公司成立于 2023 年 2 月，是具有独立法律地位的第三方检验检测机构。公司主要开展金属材料检验检测及相关技术研发、失效分析、性能表征与评价等方面的业务，同时参与检验检测标准方法的起草、标物的研制等科技项目。公司已取得 CMA、CNAS、GJB9001C、ISO9001 资质。业务范围涵盖航空、航天、化工、交通、机械、汽车等多个工业和民用领域。公司将致力于解决钛及钛合金、镍基高温合金、各类中间合金分析测试领域存在的技术难题，提供高质量的金属材料检测、技术咨询、失效分析等服务。该单位按照试验报告提供的方法对样品进行了分析，提供了精密度数据，并对标准征求意见稿提出修改意见。

标准起草单位宁夏东方钽业股份有限公司在标准编制的过程中主动收集国内外相关技术标准，并对国内钽铌生产企业和第三方检验机构等单位调研钽中硅、磷、钼、钨和铌含量测定的检测及应

用情况，结合公司现有的分析方法，并收集相关试验样品，通过相关试验统计数据编制试验报告、标准文本及标准编制说明，对收集的意见进行汇总处理。

第一验证单位在标准修订过程中积极配合起草单位开展试验验证工作，对研究报告中的各项实验参数进行验证，提供试验样品的精密度数据，对标准文本提出意见；第二验证单位在标准修订过程中，提供试验样品的精密度数据，对标准的编制提供了提供有力支撑。

本标准验证样品共计 10 个统一样（钽中杂-1~钽中杂-10），包含钽粉、钽合金等牌号的钽样品，样品均来自宁夏东方钽业股份有限公司。

1.3.3 本标准起草人员及其工作职责

本标准主要草人及其工作职责见表 2。

表 2　主要起草人及其工作职责

起草人	所做工作
许宁辉、张俊峰	负责方法的起草，试验研究，各阶段标准文本、编制说明的编写； 验证样品的收集与确认，验证试验方案的制定，试验数据统计和分析，组织协调各验证单位顺利完成验证工作。
高彬、殷佳、李亚琴	负责试验开展及数据积累
张宁、赵欢娟、黄双、马昆鹏、梁伟华、郭兆君	负责方法的一验工作，协助样品的收集和选取，对方法的技术参数及技术条件进行验证，完成验证样品的精密度原始数据，对标准文本提出修改意见。
康琼、朱婧、杨再江、杜桃花、王佳丽、耿洋洋、万军、冯雪艳、刘厚勇	负责方法的二验工作，完成验证样品的精密度原始数据，对标准文本提出修改意见。

1.4 主要工作过程

宁夏东方钽业股份有限公司在接到标准修订任务后，成立了标准编制组，召开了标准项目编制启动会议，对标准编写工作进行了部署和分工，主要工作过程经历了以下几个阶段。

1.4.1 预研阶段

目前产品标准 YS/T 547-2007《高纯五氧化二钽》、GB/T 26012-2010《电容器用钽丝》、GB/T 20508-2019《碳化钽粉》、GB/T 38975-2020《增材制造用钽及钽合金粉》、GJB 8520-2015《TaW12 合金板材规范》、GJB 9572-2018《航天用 TaW10 合金棒材规范》、GB/T 41883-2022《粉末床熔融增材制造钽及钽合金》、GJB2511A-2018《有可靠性指标的电容器用钽丝规范》、YS/T 427-2012《五氧化二钽》、YS/T 259-2012《冶金用钽粉》、YS/T 1005-2014《钽条》、YS/T 1024-2015《溅射用钽靶材》、YS/T 827-2024《钽锭》、YS/T 751-2024《钽及钽合金牌号和化学成分》和高比容钽粉的生产过程以及客户的技术协议等，都分别提出对硅、磷、钼、钨和铌含量范围有不同的要求，而电感耦合等离子体原子发射光谱仪具有分辨率高、灵敏度高、低检出限、动态线性范围宽、多元素同时测定等优点，是微量和合金中添加元素的理想分析手段，通过从试料处理、测定条件等方面做了大量试验研究，并已应用到日常钽及钽合金样品的分析检测工作中，因此建立电感耦合等离子体原子发射光谱法同时测定钽中硅、磷、钼、钨和铌含量的方法是可行的。

表 3　产品标准中化规格（%）学成分

元素	铌	钨	钼	硅	磷
YS/T 547-2007《高纯五氧化二钽》	0.0010	0.0005	0.0008	0.0005	0.0003
GB/T 26012-2010《电容器用钽丝》	0.0050	0.0020	0.0020	0.0005	0.0003
GB/T 20508-2019《碳化钽粉》	0.0150	0.0200	0.0100	0.0100	0.0050

GB/T 38975-2020《增材制造用钽及钽合金粉》	0.0500	0.050	0.010	0.0050	/
GJB 8520-2015《TaW12 合金板材规范》	0.040	12.0	0.0050	0.0050	/
GJB 9572-2018《航天用 TaW10 合金棒材规范》	0.040	10.0	0.0050	0.0050	/
GB/T 41883-2022《粉末床熔融增材制造钽及钽合金》	0.10	0.050	0.010	0.0050	/
GJB2511A-2018《有可靠性指标的电容器用钽丝规范》	0.0030	0.0015	0.0015	0.0003	/
YS/T 427-2012《五氧化二钽》	0.030	0.0030	0.0020	0.0030	0.010
YS/T 259-2012《冶金用钽粉》	0.20	0.0050	0.0030	0.0050	0.010
YS/T 827-2024《钽锭》	0.040	0.0080	0.0020	0.0050	/
YS/T 751-2024《钽及钽合金牌号和化学成分》	0.040	0.0050	0.0050	0.0050	/
备注： 1、TaW10、TaW12 钽钨合金中钨为基体合金元素，其余行钨、铌、钼、硅均为杂质含量； 2、标注“/”的标准文本未对磷元素限量指标； 3、GB/T 3628-2006《钽板、带、箔材》化学成分符合 YS/T 751-2024 成分的规定； 4、高纯钽材杂质限值参照对应高纯品级配套标准执行。					

标准起草单位通过电话咨询方式，分别向稀美资源（广东）有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、宝钛集团有限公司、九江有色金属冶炼有限公司、浙江创欣新材料有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、新疆湘润新材料科技有限公司、广东广晟稀有金属光电新材料有限公司以及第三方检测机构等同行就钽中硅、磷、钼、钨和铌元素含量的测定的检测方法进行了全面调研，并于 2025 年 4 月 17 日宁夏东方钽业股份有限公司向全国有色金属标准化技术委员会稀有分标委（SAC/TC 243/SC3）提交了《钽铌化学分析方法 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》标准修订的项目建议书、标准草案等材料，经过全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分标委委员的讨论、同意后，开始方法的预研工作，由秘书处上报给国家标准化管理委员会。

2025 年 1 月宁夏东方钽业股份有限公司将收集好的试验样品共计 10 个进行方法试验，包含钽粉、钽合金等牌号的钽样品，并于 3 月完成所有试验工作。

表 4　本标准试验样品的基本信息

序号	牌号	品属	样品状态	序号	牌号	品属	样品状态
1	钽中多杂-1	高纯金属钽	粉末状	6	钽中多杂-6	高纯金属钽	粉末状
2	钽中多杂-2	高纯金属钽	粉末状	7	钽中多杂-7	钽钨合金粉	粉末状
3	钽中多杂-3	高纯金属钽	粉末状	8	钽中多杂-8	钽钨合金粉	粉末状
4	钽中多杂-4	高纯金属钽	粉末状	9	钽中多杂-9	钽钨合金粉	粉末状
5	钽中多杂-5	高纯金属钽	粉末状	10	钽中多杂-10	高纯金属钽	粉末状

2025 年 4 月-5 月，宁夏东方钽业股份有限公司将试验样品、标准文本和研究报告分别寄给第一验证单位西安汉唐分析检测有限公司、浙江创欣新材料有限公司、稀美资源（广东）有限公司和二验单位宝钛集团有限公司、新疆湘润新材料科技有限公司、西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司、广东广晟稀有金属光电新材料有限公司、稀美资源（贵州）科技有限公司、陕西天成航空材料股份有限公司、西安中钛华测检测技术有限公司。由一验单位对条件试验、精密度和准确度进行验证，二验单位对精密度试验进行验证。

2025 年 6 月-10 月，验证单位完成验证工作，将验证报告返给主起草单位，主起草单位汇总全部的精密度试验数据并进行统计和分析，采纳各家验证报告中提出的合理性意见和建议，并优化实验步骤，完善标准文本，形成《钽铌化学分析方法 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》（征求意见稿）

2025 年 9 月 15 日，国家标准化管理委员会在网站上对拟立项国家标准项目《钽铌化学分析方法 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》，向社会公开征求意见。

1.4.2 立项阶段

2025 年 10 月 31 日，国家标准化管理委员会发布了《关于下达 2025 年第十批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》（国标委发[2025]58 号），正式下达该标准的制修订计划，标准名称为《钽铌化学分析方法 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》，国家标准的修订任务由宁夏东方钽业股份有限公司负责起草，技术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 20255622-T-610，项目周期为 16 个月，完成年限为 2027 年 2 月 28 日。

1.4.3 征求意见阶段

编制组通过发函，全国有色金属标准化技术委员会在中国有色金属标准质量信息网挂网（www.cnsmq.com)和会议讨论等形式对《钽铌化学分析方法 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》征求意见稿进行意见征询。

2026 年 4 月 22 日-23 日在重庆市全国有色金属标准工作会议，会上对《钽铌化学分析方法 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》（征求意见稿）进行意见征询。会上有来自赣州有色金属研究所有限公司、厦门钨业股份有限公司、国核宝钛锆业股份公司、国标（北京）检验认证有限公司、西部超导材料科技股份有限公司、崇义章源钨业股份有限公司等三十多家单位的四十余位专家代表对标准文本及编制说明等进行了充分、细致的讨论，并提出修改意见：

（1）第 5 章中，将“MOS 级试剂”修改为“高纯试剂”。

（2）8.4.1、8.5.1、8.5.2、8.5.3 条款中，统一将原文表述“聚乙烯或聚四氟乙烯瓶”修改为“聚四氟乙烯烧杯”。

（3）8.4.2 中，将“当氧化物用此法不易溶解至澄清时”修改为“对难溶氧化物样品”。

在征求意见阶段，起草单位将征求意见稿通过邮件、会议、网上公开等方式发至 25 家单位。其中收到征求意见稿后，回函的单位数为 25，回函并有建议或意见的单位数为 7 个，详见《征求意见稿意见汇总处理表》。征求意见单位涵盖生产企业、使用企业、第三方检测机构及科研院所、范围广泛且具代表性，编制组根据各家单位的意见，对征求意见稿进行修改完善，于 2026 年 6 月形成《钽铌化学分析方法 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》（征求意见稿）。

1.4.4 审查阶段

1.4.5 报批阶段

二、国家标准编制原则、主要内容及其确定依据，修订国家标准时，还包括修订前后技术内容的对比

（一）国家标准编制原则

2.1.1 规范性

本文件严格按照 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》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》、GB/T 6379.2-2004《测量方法的结果与准确度（正确性与精密度） 第 2 部分：确定标准化测量方法重复性和再现性的基本方法》的要求进行编写，并且遵守国家安全、卫生、环保等法律、法规的要求。

2.1.2 适用性

依据产品标准 YS/T 547-2007《高纯五氧化二钽》、GB/T 26012-2010《电容器用钽丝》、GB/T 20508-2019《碳化钽粉》、GB/T 38975-2020《增材制造用钽及钽合金粉》、GJB 8520-2015《TaW12 合金板材规范》、GJB 9572-2018《航天用 TaW10 合金棒材规范》、GB/T 41883-2022《粉末床熔融增材制造钽及钽合金》、GJB2511A-2018《有可靠性指标的电容器用钽丝规范》、YS/T 427-2012《五氧化二钽》、YS/T 259-2012《冶金用钽粉》、YS/T 1005-2014《钽条》、YS/T 1024-2015《溅射用钽靶材》、YS/T 827-2024《钽锭》、YS/T 751-2024《钽及钽合金牌号和化学成分》和高比容钽粉的生产过程以及客户的技术协议等要求，并结合钽行业生产、科研和使用的实际需求，反映了当前国内各生产企业的技术水平，宜于应用，经济上合理，兼顾现有资源的合理配置，提高了本标准的适用性。

2.1.3 先进性

本文件采用分辨率高、灵敏度高、低检出限、动态线性范围宽、多元素同时测定的电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钽中硅、磷、钼、钨和铌含量，在国内实验室普遍具备此设备能力，能很好地满足行业对钽中硅、磷、钼、钨和铌含量的分析测试需求，具有可操作性，同时提高了检测效率和降低化学试剂的消耗。本文件涉及的内容，技术水平不低于当前国内先进水平。

（二）标准主要内容的确定依据及修订前后技术内容的对比

本文件是在充分调研国内钽生产、研发、应用和检测的实际技术水平后完成的。

由于 GJB 8520-2015《TaW12 合金板材规范》、GJB 9572-2018《航天用 TaW10 合金棒材规范》、YS/T 827-2024《钽锭》、YS/T 751-2024《钽及钽合金牌号和化学成分》等各类钽及钽合金产品标准的实施以及高比容钽粉生产过程以及客户技术协议的要求，都分别提出对硅、磷、钼、钨和铌含量范围有不同的要求，而 GB/T 15076.6－2020 无法满足硅、磷、钼、钨和铌元素的同时测定。鉴于此，确有必要对 GB/T 15076.6－2020 进行修订，确保标准适应行业变化和市场需求。现有电感耦合等离子体原子发射光谱仪可以同时测定钽中多种杂质元素含量，同时考虑标准体系优化要求，实现了钽中硅、磷、钼、钨和铌元素的同时测定。本文件与 GB/T 15076.6－2020 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a）增加了“磷、钼、钨和铌元素的测定”；由于YS/T 547-2007《高纯五氧化二钽》、GB/T 26012-2010《电容器用钽丝》、GB/T 20508-2019《碳化钽粉》、GB/T 38975-2020《增材制造用钽及钽合金粉》等产品标准的要求，以及电感耦合等离子体原子发射光谱法可以进行多元素同时测定的特点，因此本文件保证了钽中硅、磷、钼、钨和铌元素的同时测定，提高了检测效率；

b）增加了“微波消解仪”；通过使用微波消解装置，保证了氧化钽溶解完全；

c）增加了“磷、钼、钨和铌元素的分析谱线”；由于测定磷、钼、钨和铌含量，因此需要选择信噪比大、受钽基体干扰小的磷、钼、钨和铌元素的分析波长，以保证测定结果的准确性；

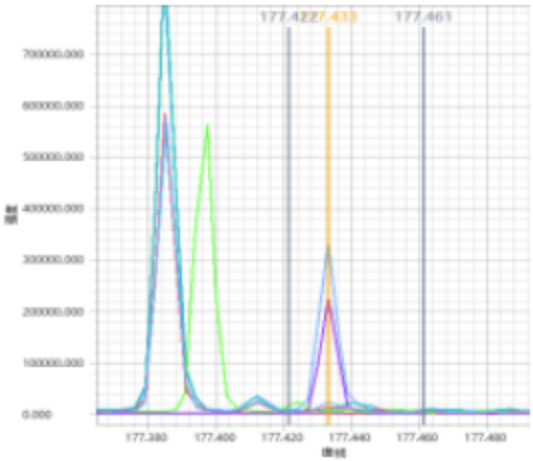
d）更改了“工作曲线的绘制”；由于硅、磷、钼、钨和铌含量的测定范围不同，需要绘制不同的工作曲线，以保证测定结果的准确性。

2.2.1 钽中杂质元素含量测定范围的确定

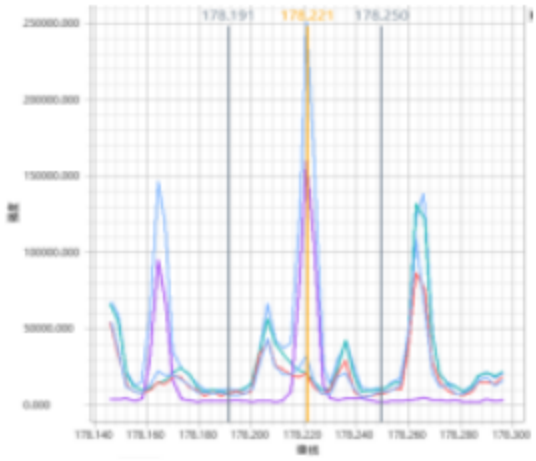
在确定钽中杂质元素含量的测定范围时，参考了 YS/T 547-2007《高纯五氧化二钽》、GB/T 26012-2010《电容器用钽丝》、GB/T 20508-2019《碳化钽粉》、GB/T 38975-2020《增材制造用钽及钽合金粉》、GJB 8520-2015《TaW12 合金板材规范》、GJB 9572-2018《航天用 TaW10 合金棒材规范》、GB/T 41883-2022《粉末床熔融增材制造钽及钽合金》、GJB2511A-2018《有可靠性指标的电容器用钽丝规范》、YS/T 427-2012《五氧化二钽》、YS/T 259-2012《冶金用钽粉》、YS/T 1005-2014《钽条》、YS/T 1024-2015《溅射用钽靶材》、YS/T 827-2024《钽锭》、YS/T 751-2024《钽及钽合金牌号和化学成分》等产品标准和高比容钽粉的生产过程以及客户的技术协议的要求，并结合当前生产、科研以及预期对钽中硅、磷、钼、钨和铌含量的测定要求，经过实验，确定了标准测定范围：硅为 0.0005%~0.50%，磷为 0.0010%~0.10%，钼为 0.0005%~3.00%，钨为 0.0005%~15.00%，铌为 0.0010%~6.00%。

2.2.2 分析谱线的选择和工作曲线

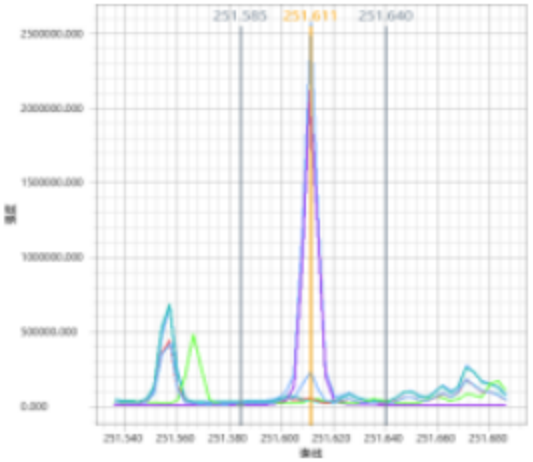
钽的谱线较多，而测定元素的谱线交叉干扰情况复杂，因此确定各元素最佳分析谱线尤为重要。本试验在仪器最佳条件下进行测定，获得各元素的分析谱图见图1。



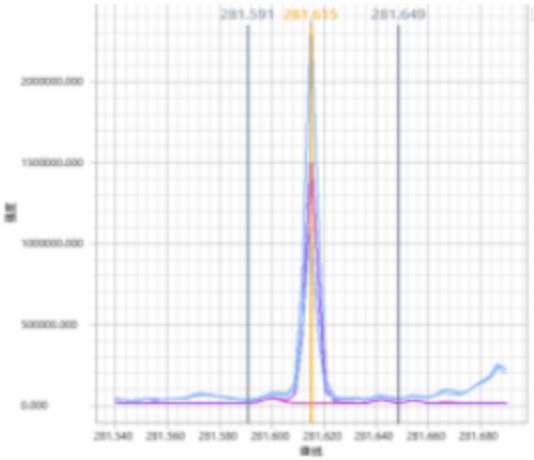
磷 177.433nm



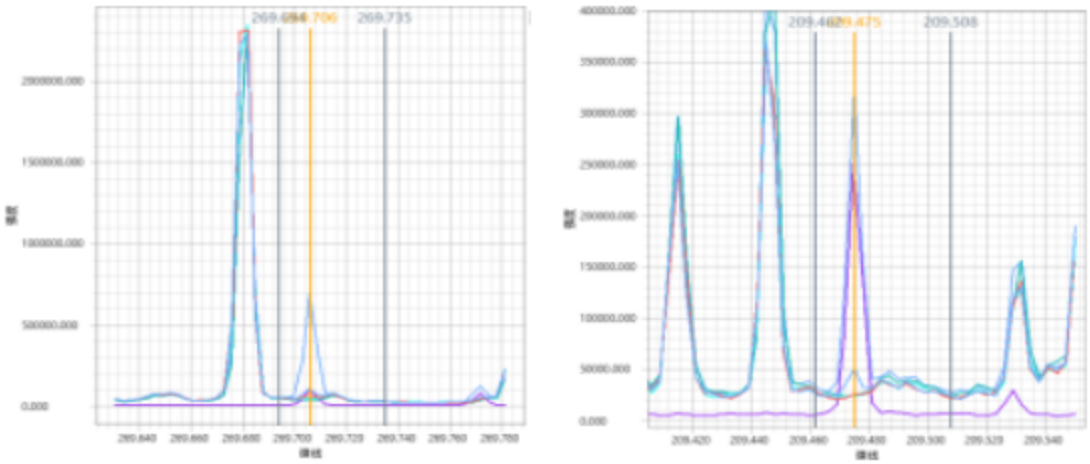
磷 178.221nm



硅 251.612nm



钼 281.615nm



铌 269.706nm　　钨 209.475nm

图 1 各元素的分析谱图

经过对各元素的谱线谱图进行对比，选择信噪比大，受钽基体干扰小的元素波长，综合考虑，确定钽中各待测元素所选择的谱线波长分别：磷为 177.433nm/178.221nm、硅为 251.612nm、钼为 281.615nm、铌为 269.706nm 、钨为 209.475nm。

经第一验证单位西安汉唐分析检测有限公司、浙江创欣新材料有限公司、稀美资源（广东）有限公司试验验证，得到的结论与主起草单位一致。

在已选波长下，不同称样量所测定各元素的工作曲线线性方程和相关系数（r）如表 5。标准曲线线性相关系数（r）均大于 0.9995，说明各待测元素谱线的线性较好，能满足分析要求。

表 5　钽中硅、钨、钼、磷、铌元素的谱线波长、工作曲线的线性方程和相关系数

元素	波长（nm）	称样量（g）	线性方程	相关系数（r）
W	209.475	1.0000	I＝26542C-3192	0.9996
		0.5000	I＝30179C-4510	0.9997
		0.2000	I＝37338C+2394	0.9996
Mo	281.615	1.0000	I＝65077C+24890	0.9998
		0.5000	I＝222791C+25084	0.9997
		0.2000	I＝859009C+13110	0.9996
Si	251.612	1.0000	I＝220407C+7558	0.9999
		0.5000	I＝398476C-10852	0.9996
P	177.433	1.0000	I＝28142C+1978	0.9999
	178.221	1.0000	I=24127C+8089	0.9999
Nb	269.706	1.0000	I＝69890C-6091	0.9999
		0.5000	I＝138679C+1139	0.9997
		0.2000	I＝326326C-5316	0.9997

经第一验证单位西安汉唐分析检测有限公司、浙江创欣新材料有限公司试验验证，得到的结论与主起草单位一致。

2.2.3 功率的选择

在不同功率下分别测定钽基体标准点0μg/mL的硅、钨、钼、磷、铌，1μg/mL硅、钨、钼、磷、铌的强度，计算净强度，结果见表6：

表 6　功率选择实验

强度 元素	功率(kW)				
	0.9	1.0	1.1	1.2	1.3
W	17886	26911	35181	81341	92209
Mo	58206	68606	68756	72627	89454
Nb	52963	61879	69752	74711	84217
Si	209188	223122	287161	323170	389212
P	30691	31520	33218	40198	47819

经试验发现功率由900W～1300W，W、Mo、P、Si、Nb 元素强度逐渐增大；功率小于800W易熄火，大于1300W影响高频发生器使用寿命，综合考虑功率使用推荐1000W。

经第一验证单位浙江创欣新材料有限公司试验验证，得到的结论与主起草单位一致。

2.2.4 氢氟酸用量的影响

分别各准确称取五份1.0000g钽试样于塑料瓶中，分别加入1，2，3，4，5mL氢氟酸溶解样品，结果见表7。

表 7　氢氟酸用量实验

氢氟酸用量（mL）	1	2	3	4	5
样品溶解效果	样品溶解较慢，且锭、屑样品有少量未溶解	样品溶解较慢，且锭、屑样品有少量未溶解	样品溶解完全	样品溶解完全	样品溶解完全

试验发现：随溶样时间不同，3mL以下氢氟酸溶样较慢，且锭、屑样品有少量未溶解，3mL～5mL氢氟酸溶解效果较好。综合考虑，氢氟酸量只要样品溶清，达到溶液稳定且易保存即可，过多对炬管有腐蚀，本实验溶解钽样品选择4mL氢氟酸。

经第一验证单位西安汉唐分析检测有限公司、浙江创欣新材料有限公司、稀美资源（广东）有限公司试验验证，得到的结论与主起草单位一致。

2.2.5 硝酸用量的影响

按实验步骤,分别各准确称取若干份1.0000g高纯钽试样,加入W、Mo、P、Si、Nb标准配制成1μg/mL，在溶解样品时，分别滴加0，2，4，6，10 mL硝酸，结果见表8。

表 8　硝酸用量实验

强度 元素	功率(kW)				
	0	2	4	6	10
W	27342	28202	28224	28351	27437
Mo	57097	57223	57147	57272	56155
Nb	30589	31477	31520	31590	30698
Si	50659	52212	52198	52235	50722
P	310790	335291	335387	335192	310193

结果得出在2～6mL硝酸对W、Mo、P、Si、Nb 元素测定强度影响不大，为保证溶液稳定，易于存放，本试验钽样品均选择硝酸加入量为4mL。

经第一验证单位西安汉唐分析检测有限公司、浙江创欣新材料有限公司、稀美资源（广东）有限公司试验验证，得到的结论与主起草单位一致。

2.2.6 基体干扰与消除

分别对钽中铌、钨、磷、钼、硅元素的纯标曲线和加 1.0g、0.1g、0.02g 钽基体的硅、钨、钼、磷、铌元素的工作曲线进行测定，其不含基体和含基体工作曲线见图 2、图 3、图 4、图 5、图 6。

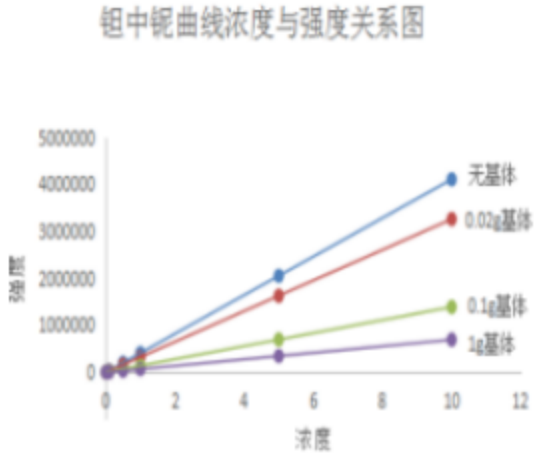


图 2 钽中铌曲线浓度与强度

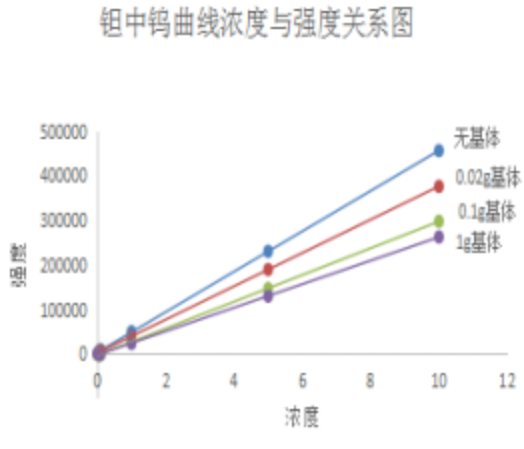


图 3 钽中钨曲线浓度与强度

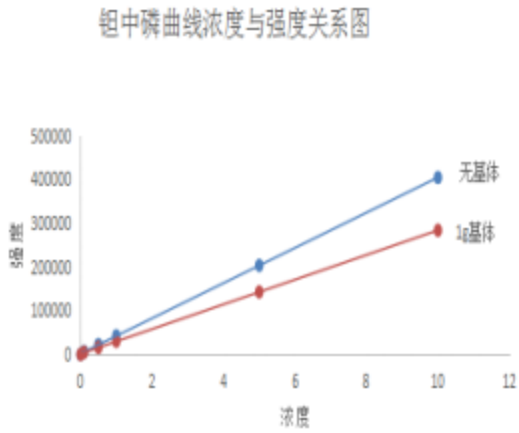


图 4 钽中磷曲线浓度与强度

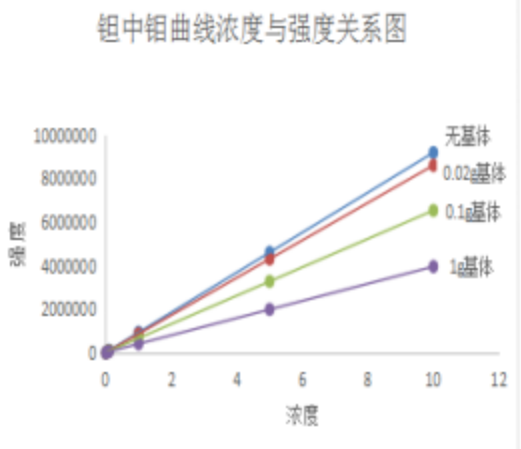


图 5 钽中钼曲线浓度与强度

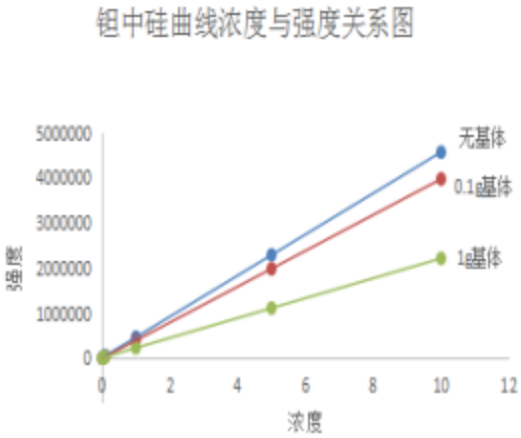


图 6 钽中硅曲线浓度与强度

从图中可以得出加基体的待测元素灵敏度强度随基体增加而显著降低，说明基体影响较大，因此在工作曲线中需要匹配与样品溶液相同浓度的钽基体，以消除基体效应的影响。

经第一验证单位西安汉唐分析检测有限公司、浙江创欣新材料有限公司、稀美资源（广东）有限公司试验验证，得到的结论与主起草单位一致。

2.2.7 微波消解溶解氧化钽的实验

2.2.7.1 微波消解温度的选择

微波消解效率主要取决于消解温度。微波消解时会释放出大量的气体，一次升温会导致消解罐中压力太大，因此采用分段升温方法达到消解温度，进行样品消解。设置不同温度，结果如表 9：

表 9 微波消解温度试验

温度/t	150℃	180℃	200℃	210℃
溶解效果	基本不溶解	大量不溶解	完全溶解	完全溶解

结果得出，当消解温度达到 200℃以上时，试样消解完全。但为防止损坏消解罐，控制最高温度不能超过 240℃，因此选择消解温度 210℃。

经第一验证单位浙江创欣新材料有限公司、稀美资源（广东）有限公司试验验证，得到的结论与主起草单位一致。

2.2.7.2 消解时间实验

设置消解温度 210℃，改变消解时间，结果见表 10。

表 10 微波消解时间试验

消解时间/t	15min	30min	40min	43min	45min	50min
溶解效果	大量不溶解	少量不溶解	微量不溶解	完全溶解	完全溶解	完全溶解

结果得出，当消解时间为 43min以上时，试样消解完全，因此选择消解时间为 45min。

经第一验证单位浙江创欣新材料有限公司、稀美资源（广东）有限公司试验验证，得到的结论与主起草单位一致。

2.2.7.3 溶样氢氟酸的用量

为保证溶液稳定，易于存放，选择与钽金属样品硝酸量一致的加入量4.0mL。改变氢氟酸量，溶样效果见表11。

表 11 溶样氢氟酸的用量试验

HF 量（mL）	1	3	3.5	4	5	7
溶解效果	大量不溶解	少量不溶解	完全溶解	完全溶解	完全溶解	完全溶解

结果显示，4mL氢氟酸量以上即可溶解样品，溶液清亮。为尽量减少氢氟酸对仪器的腐蚀，选择4mL氢氟酸量。

经第一验证单位西安汉唐分析检测有限公司、浙江创欣新材料有限公司、稀美资源（广东）有限公司试验验证，得到的结论与主起草单位一致。

2.2.7.4 确定微波消解最佳工作条件

综合以上实验，结合厂商提供仪器说明书使用规定，在保证试样短时间内消解完全的情况下，本方法采用的微波溶样条件如表12：

表 12　微波消解最佳消解条件

步骤	升温时间/min	温度(℃)	保持时间/min
1	8	150	5
2	5	200	8
3	5	210	45

2.2.7.5　氧化钽中杂质元素含量的测定

五氧化二钽样品各称取若干份于消解罐中，加入一定量的 W、Mo、P、Si、Nb 标准溶液，按操作步骤进行样品处理及分析，计算加标回收率，结果见表 13：

表 13　氧化钽样品的测定值及加标回收实验结果

元 素	样测得值(μg/mL)	加标量(μg/mL)	样+标测得量(μg/mL)	回收率(%)
W	0.0093	0.10	0.1068	97.5
		0.15	0.1538	96.3
		0.20	0.2079	99.3
Mo	0.0074	0.10	0.1059	98.5
		0.15	0.1547	98.2
		0.20	0.2116	102.1
P	0.0136	0.10	0.1104	96.8
		0.15	0.1628	99.5
		0.20	0.2112	98.8
Si	0.1356	0.10	0.2339	98.3
		0.20	0.3379	101.2
		0.30	0.4328	99.1
Nb	0.0947	0.10	0.1929	98.2
		0.15	0.2415	97.9
		0.20	0.3011	103.2

由表 13 可知，五氧化二钽样品中 W、Mo、P、Si、Nb 元素的加标回收率在 96.3%～103.2%之间，可以看出准确度良好。

第一验证单位西安汉唐分析检测有限公司分析五氧化二钽样品中 W、Mo、P、Si、Nb 元素的加标回收率在 95.6%～103.1%、浙江创欣新材料有限公司分析五氧化二钽样品中 W、Mo、P、Si、Nb 元素的加标回收率在 95.5%～101.3%，准确度良好，得到的结论与主起草单位基本一致。

2.2.8 方法的检出限及测定下限确定

检出限：以连续测定 11 次空白值的 3 倍标准偏差计算检出限。

测定下限：以连续测定 11 次空白值标准偏差 10 倍对应的浓度值作为分析方法测定下限。根据方法检出限、称样量和溶液体积计算结果见表 14。

表 14　方法检出限及测定下限确定

元素	测定值(μg/mL)	S	检出限(μg/mL)	测定下限(%)
W	0.0266 0.0193 0.0234 0.0235 0.0228 0.0242 0.0226 0.0247 0.0215 0.0198 0.0225	0.00210	0.0063	0.00021

Mo	0.00122 0.00136 0.00148 0.00129 0.00128 0.00153 0.00115 0.00164 0.00152 0.00149 0.00149	0.00015	0.00045	0.00015
Si	0.0117 0.0104 0.00992 0.0103 0.0112 0.00842 0.00953 0.00985 0.0126 0.0104 0.0110	0.00113	0.0034	0.00011
P	0.0211 0.0196 0.0179 0.0205 0.0182 0.0199 0.0182 0.0201 0.0214 0.0189 0.0207	0.00123	0.0037	0.00012
Nb	0.0132 0.0200 0.0260 0.0258 0.0264 0.0188 0.0186 0.0217 0.0330 0.029 0.0249	0.00557	0.0167	0.00056

由表 14 可知，钨、钼、硅、磷和铌量的测定下限分别为 0.00021%、0.00002%、0.00011%、0.00012%、0.00056%，能够满足测定范围要求。

第一验证单位西安汉唐分析检测有限公司、浙江创欣新材料有限公司和稀美资源（广东）有限公司分别按照试验条件开展了方法测定下限试验，得出结果见表 15。

表 15　一验单位确定的测定下限（%）

单位	钨	钼	硅	磷	铌
西安汉唐分析检测有限公司	0.00032	0.00008	0.00039	0.00021	0.00014
浙江创欣新材料有限公司	0.00017	0.00002	0.00011	0.00014	0.00052
稀美资源（广东）有限公司	0.00026	0.00002	0.00014	0.00014	0.00044

结果显示，方法测定下限能够满足测定范围要求，得到的结论与主起草单位一致。

2.2.9 精密度实验

选择不同硅、钨、钼、磷、铌含量的样品按操作步骤进行多次测定，测定数据与统计结果如表 16：

表 16　钽样品中硅、钨、钼、磷、铌测定的精密度实验

品属	元素	三组各元素测定结果（%）n=11	平均值（%）	S	RSD%
钽中杂-1	W	0.00094 0.00104 0.00101 0.00097 0.00098 0.00096 0.00101 0.00103 0.00095 0.00094 0.00104	0.00099	0.000039	3.97
	P	0.00094 0.00100 0.00098 0.00098 0.00110 0.00100 0.00098 0.00099 0.00110 0.00097 0.00110	0.00101	0.000058	5.76
	Si	0.00487 0.00494 0.00502 0.00504 0.00497 0.00501 0.00485 0.00495 0.00483 0.00479 0.00506	0.00494	0.000087	1.76
	Nb	0.00182 0.00167 0.00169 0.00180 0.00173 0.00169 0.00167 0.00182 0.00163 0.00177 0.00182	0.00174	0.000071	4.10
钽中杂-2	W	0.00938 0.00926 0.00924 0.00945 0.00938 0.00935 0.00922 0.00934 0.00936 0.00950 0.00920	0.00933	0.000096	1.02
	Mo	0.00995 0.00989 0.0100 0.00965 0.00991 0.0101 0.00987 0.00968 0.00990 0.0100 0.00994	0.00990	0.00013	1.34
	P	0.00838 0.00827 0.00831 0.00822 0.00834 0.00826 0.00832 0.00815 0.00819 0.00825 0.00833	0.00827	0.000069	0.84
	Nb	0.0338 0.0341 0.0346 0.0345 0.0343 0.0347 0.0340 0.0339 0.0337 0.0343 0.0339	0.0342	0.00034	0.99

钽中杂-3	W	0.126 0.128 0.129 0.128 0.129 0.127 0.130 0.131 0.132 0.131 0.133	0.129	0.0022	1.67
	Mo	0.102 0.101 0.0996 0.101 0.0963 0.105 0.0983 0.103 0.0981 0.102 0.0998	0.101	0.0021	2.07
	P	0.0197 0.0195 0.0204 0.0210 0.0209 0.0224 0.0209 0.0211 0.0207 0.0203 0.0199	0.0206	0.00080	3.90
	Si	0.0237 0.0233 0.0232 0.0235 0.0231 0.0230 0.0242 0.0237 0.0228 0.0232 0.0228	0.0233	0.00043	1.83
	Nb	0.171 0.176 0.174 0.176 0.175 0.177 0.172 0.170 0.175 0.171 0.171	0.173	0.0025	1.44
钽中杂-4	W	0.774 0.769 0.783 0.766 0.751 0.753 0.784 0.785 0.759 0.769 0.750	0.768	0.013	1.71
	Mo	0.649 0.641 0.651 0.653 0.663 0.645 0.659 0.650 0.642 0.651 0.633	0.649	0.0084	1.29
	Si	0.213 0.224 0.229 0.231 0.226 0.229 0.231 0.228 0.219 0.220 0.218	0.224	0.0060	2.69
	P	0.0498 0.0514 0.0507 0.0532 0.0491 0.0515 0.0506 0.0529 0.0516 0.0513 0.0524	0.0513	0.0012	2.42
	Nb	0.880 0.875 0.893 0.889 0.881 0.890 0.881 0.877 0.897 0.890 0.880	0.885	0.0072	0.81
钽中杂-5	P	0.0935 0.0929 0.0917 0.0916 0.0919 0.0928 0.0927 0.0931 0.0926 0.0917 0.0918	0.0924	0.00067	0.72
	Mo	1.204 1.201 1.198 1.199 1.198 1.197 1.203 1.206 1.201 1.208 1.211	1.202	0.0045	0.38
	Si	0.447 0.433 0.451 0.439 0.450 0.436 0.446 0.450 0.441 0.457 0.455	0.446	0.0078	1.74
	Nb	2.893 2.948 2.938 2.896 2.958 2.950 2.947 2.896 2.953 2.948 2.957	2.935	0.026	0.89
钽中杂-6	Mo	2.305 2.281 2.294 2.287 2.293 2.292 2.304 2.302 2.308 2.282 2.311	2.296	0.010	0.45
	Nb	5.993 5.904 5.898 5.906 5.929 5.899 5.903 5.915 5.956 5.894 5.921	5.920	0.030	0.51
钽中钨-7	W	2.497 2.524 2.509 2.522 2.511 2.537 2.489 2.489 2.518 2.511 2.535	2.513	0.016	0.66
钽中钨-8	W	10.494 10.626 10.542 10.471 10.595 10.615 10.433 10.561 10.558 10.627 10.513	10.549	0.065	0.62
钽中钨-9	W	15.347 15.291 15.373 15.417 15.398 15.324 15.487 15.515 15.376 15.453 15.308	15.390	0.073	0.47
钽中杂-10	Si	0.00105 0.00107 0.00108 0.00106 0.00108 0.00109 0.00105 0.00107 0.00106 0.00108 0.00109	0.00107	0.000014	1.31
	Mo	0.00061 0.00065 0.00062 0.00065 0.00067 0.00062 0.00065 0.00067 0.00064 0.00063 0.00067	0.00064	0.000022	3.44

由上表 16 数据可以看出，不同钽中硅、钨、钼、磷、铌含量测定的精密度良好，RSD%都小于 6%，可以满足分析测定要求。

采用格拉布斯检验方法，对表 16 数据进行异常值情况分析，结果见表 17。

$G_1 = \frac{\overline{X} - X_1}{S}$，$G_n = \frac{X_n - \overline{X}}{S}$。

表 17　不同硅、钨、钼、磷、铌量样品分析结果异常值分析

品属	元素	$\overline{X}$/%	标准偏差 S/%	G1/%	Gn/%	舍弃界限值 n=11，a=0.05	结论
钽中杂-1	W	0.00099	0.000039	1.229	1.322	2.355	无异常值
	P	0.00101	0.000058	1.247	1.496	2.355	无异常值
	Si	0.00494	0.000087	1.766	1.338	2.355	无异常值
	Nb	0.00174	0.000071	1.508	1.163	2.355	无异常值
钽中杂-2	W	0.00933	0.000096	1.407	1.730	2.355	无异常值
	Mo	0.00989	0.000133	1.877	1.514	2.355	无异常值
	P	0.00827	0.000069	1.793	1.518	2.355	无异常值
	Nb	0.0342	0.000338	1.370	1.585	2.355	无异常值
钽中杂-3	W	0.129	0.00216	1.598	1.640	2.355	无异常值
	Mo	0.101	0.00209	1.305	1.040	2.355	无异常值
	P	0.0206	0.000804	1.389	0.599	2.355	无异常值
	Si	0.0233	0.00043	1.216	2.069	2.355	无异常值
	Nb	0.173	0.00250	1.379	1.416	2.355	无异常值
钽中杂-4	W	0.768	0.01315	1.258	1.328	2.355	无异常值
	Mo	0.649	0.00840	1.883	1.688	2.355	无异常值
	P	0.0513	0.00124	1.221	1.514	2.355	无异常值
	Si	0.224	0.00603	1.882	1.099	2.355	无异常值
	Nb	0.885	0.00721	1.362	1.135	2.355	无异常值
钽中杂-5	Mo	1.202	0.00452	1.186	1.910	2.355	无异常值
	P	0.0924	0.00067	1.183	1.659	2.355	无异常值
	Si	0.446	0.00776	1.663	1.428	2.355	无异常值
	Nb	2.935	0.02619	1.600	0.882	2.355	无异常值
钽中杂-6	Mo	2.296	0.010	1.469	1.417	2.355	无异常值
	Nb	5.920	0.030	0.857	1.201	2.355	无异常值
钽中钨-7	W	2.513	0.016	1.450	1.461	2.355	无异常值
钽中钨-8	W	10.549	0.065	1.771	1.200	2.355	无异常值
钽中钨-9	W	15.390	0.073	1.358	1.718	2.355	无异常值
钽中杂-10	Si	0.00107	0.000014	1.446	1.320	2.355	无异常值
	Mo	0.00064	0.000022	1.559	1.222	2.355	无异常值

由表 17 数据可知，根据格拉布斯检验方法，不同钽中硅、钨、钼、磷、铌含量水平样品的 11 次测定数据无异常值，表明该方法重复性好，精密度高。

2.2.10 正确度实验

钽样品各称取若干份，加入一定量的 W、Mo、P、Si、Nb 标准溶液，按操作步骤进行样品处理及分析，计算加标回收率，结果见表 18：

表 18　样品加标回收实验结果

品属	元 素	样测得值(μg/mL)	加标量(μg/mL)	样+标测得量(μg/mL)	回收率(%)
钽中杂-1	W	0.0988	0.10	0.1962	97.4
			0.15	0.2533	103.0
			0.20	0.3011	101.2
	P	0.1013	0.10	0.2003	99.0
			0.15	0.2494	98.7
			0.20	0.3016	100.2
	Si	0.4943	0.30	0.7908	98.8
			0.40	0.8940	99.9
			0.50	0.9758	96.3
	Nb	0.1737	0.10	0.2728	99.1
			0.20	0.3726	99.5
			0.30	0.4689	98.4
钽中杂-2	W	0.9335	0.50	1.4302	99.3
			1.00	1.9346	100.1
			1.50	2.4317	99.9
	Mo	0.9899	0.50	1.4907	100.2
			1.00	1.9876	99.8
			1.50	2.4837	99.6
	P	0.8275	0.50	1.3163	97.8
			1.00	1.8169	98.9
			1.50	2.3297	100.1
	Nb	3.416	2.00	5.429	100.7
			3.00	6.378	98.7
			4.00	7.382	99.2
钽中杂-4	Si	2.244	1.50	3.759	101.0
			2.00	4.202	97.9
			3.00	5.156	97.1
	P	5.132	3.00	8.051	97.3
			5.00	10.098	99.3
			7.00	12.065	99.0
钽中杂-5	Mo	2.404	1.50	3.926	101.5
			2.00	4.366	98.1
			3.00	5.459	101.8
	Nb	5.870	3.00	8.849	99.3
			5.00	10.74	97.4
			7.00	13.09	103.6

钽中钨-7	W	5.026	3.00	8.012	99.5
			5.00	10.048	100.4
			7.00	11.896	98.1

由表 18 可知，钽样品中 W、Mo、P、Si、Nb 元素的加标回收率在 96.3%～103.0%之间，可以看出准确度良好。

第一验证单位西安汉唐分析检测有限公司、浙江创欣新材料有限公司和稀美资源（广东）有限公司分析钽样品中钨、钼、磷、硅、铌元素的加标回收率分别在 96.3%～103.5%、95.7%～103.6%、93.9%～113.3%之间，准确度良好，得到的结论与主起草单位一致。

2.2.11 磷的结果对照实验

针对钽中磷含量的测定，采用电感耦合等离子体原子发射光谱法与乙酸乙酯萃取分离磷钼蓝分光光度法（GB / T 15076.12-2008）进行结果对照，结果见表 19。

表 19　结果对照实验　%

编号	电感耦合等离子体原子发射光谱法	乙酸乙酯萃取分离磷钼蓝分光光度法
钽中杂-1	0.0010 0.0010 0.0010	0.0010 0.0010 0.0010
钽中杂-2	0.0083 0.0082 0.0082	0.0081 0.0079 0.0080

从以上结果可知，化学分析结果与仪器分析结果基本一致，准确性良好，可以满足分析测定要求。

第一验证单位浙江创欣新材料有限公司对照数据见表 20。

表 20　第一验证单位结果对照实验　%

编号	电感耦合等离子体原子发射光谱法	乙酸乙酯萃取分离磷钼蓝分光光度法
钽中杂-1	0.0010 0.0010 0.0010	0.0010 0.0009 0.0010
钽中杂-2	0.0083 0.0081 0.0082	0.0081 0.0079 0.0082

从表 20 可知，化学分析结果与仪器分析结果基本一致，可以满足分析测定要求。结论与主起草单位一致。

2.2.12 样品的要求

钽粉是将氟钽酸钾经钠还原、破碎、酸洗、降氧等过程生产出的产品，不同品级的钽粉粒度均小于 700μm，但由于钽粉容易吸收空气，因此应预先在 80 ℃～150 ℃真空烘干 4 h，冷却至室温，并用复合铝箔袋真空包装。

氧化钽是将钽铌矿石经硫酸和氢氟酸分解后，经有机溶剂萃取过程将钽提取到有机相中，反萃后形成钽液，沉淀烘干后生成氢氧化钽，经焙烧后生成氧化钽，其粒度均小于 160 μm；氟钽酸钾是在钽液中加入氯化钾进行结晶，经烘干后生成氟钽酸钾，其粒度均小于 150 μm。由于氟钽酸钾易水解，应预先在 105 ℃～110 ℃烘 2 h，置于干燥器中冷却至室温。

碳化钽是将氧化钽和石墨在炭化炉中进行炭化，后经还原炉进行焙烧后得到的产品，其粒度均小于 150 μm。

钽锭是将钽粉通过等静压成型、烧结成钽条后，经电子束熔炼生产出的产品，为了保证结果的准确性和有代表性，因此从顶部 10 cm 处至中部任一部位，用刨床去除表皮后刨屑取样，加工成质量不大于 0.03 g 的颗粒。

2.2.13 实验用水级别对测定结果的影响实验

分析实验室用水规格见表 21。一级水与二级水测定结果见表 22。

表 21　分析实验室用水规格

名　　称	一级	二级	三级
pH 值范围(25℃)	-	—	5.0～7.5
电导率(25℃)/(mS/m)	≤0.01	≤0.10	≤0.50
可氧化物质含量(以 O 计)/(mg/L)	—	≤0.08	≤0.4
吸光度(254 nm,1 cm 光程)	≤0.001	≤0.01	—
蒸发残渣(105℃±2℃)含量/(mg/L)	—	≤1.0	≤2.0
可溶性硅(以 SiO_2 计)含量/(mg/L)	≤0.01	≤0.02	—
备注： 1、由于在一级水、二级水的纯度下，难于测定其真实的 pH 值，因此，对一级水、二级水的 pH 值范围不做规定。 2、由于在一级水的纯度下，难于测定可氧化物质和蒸发残渣，对其限量不做规定。可用其他条件和制备方法 来保证一级水的质量。			

表 22　一级水与二级水测定结果对比　%

元素	二级水测定值	二级水平均值	一级水测定值	一级水平均值	相对偏差
钨	0.0024 0.0024 0.0025	0.0024	0.0026 0.0025 0.0025	0.0025	1.0
钼	0.0015 0.0015 0.0016	0.0015	0.0016 0.0016 0.0017	0.0016	0.9
磷	0.0008 0.0008 0.0009	0.0008	0.0009 0.0009 0.0010	0.0009	1.2
硅	0.0010 0.0010 0.0011	0.0010	0.0011 0.0012 0.0011	0.0011	1.0
铌	0.0012 0.00122 0.0013	0.0012	0.0013 0.0014 0.0013	0.0013	1.1

从表 22 可知，采用一级水与二级水配制溶液进行测定，各元素测得值相对偏差均小于 2%，方法检出限、精密度与正确度均满足标准要求。二级水可以满足分析测定要求。综上，本标准采用二级水即可满足方法测定下限要求，对检测结果无影响，无需升级为一级水。

三、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效益、社会效益和生态效益

（一）主要试验（验证）的分析及综述报告

3.1.1 实验室间数据比对结果汇总

在完成相关条件试验后，对 10 个钽样品中的杂质元素含量进行了平行测定。在汇总数据后，按照 GB/T 6379.2—2004 对参编单位的试验验证数据进行统计计算，对原始测定数据分别进行格拉布斯检验及柯克伦检验，剔除离群值后，进行精密度数据计算，从而确定重复性限和再现性限。钽中杂质元素统计分析后结果可接受的实验室个数、可接受的数据个数、平均值、重复性限、再现性限见表 23。可接受数据明细见附录。

表 23　各样品元素水平统计结果表

元素	水平	结果可接受的实验室数量	可接受数据个数	平均值 %	重复性标准差 S_r/%	重复性限 r%	再复性标准差 S_R/%	再现性限 R/%
铌	1	11	121	0.0017	0.000062	0.0002	0.000089	0.0003
	2	11	121	0.034	0.00037	0.002	0.00112	0.004
	3	11	121	0.17	0.00266	0.01	0.00547	0.02
	4	11	121	0.88	0.0086	0.03	0.0151	0.05

	5	11	121	2.92	0.02321	0.07	0.0290	0.09
	6	11	121	5.90	0.0308	0.09	0.0440	0.13
磷	1	11	121	0.0010	0.0000462	0.0002	0.0000598	0.0002
	2	11	121	0.0082	0.000101	0.0003	0.000155	0.0005
	3	11	121	0.021	0.000655	0.002	0.00075	0.003
	4	11	121	0.051	0.00104	0.003	0.00127	0.004
	5	11	121	0.092	0.00121	0.004	0.00188	0.006
硅	1	11	121	0.0010	0.0000306	0.0001	0.0000685	0.0002
	2	11	121	0.0050	0.0000841	0.0003	0.0001375	0.0004
	3	11	121	0.024	0.0005541	0.002	0.0009611	0.003
	4	11	121	0.22	0.0045884	0.02	0.0097078	0.03
	5	11	121	0.45	0.0087443	0.03	0.0165888	0.05
钨	1	11	121	0.0009	0.0000358	0.0002	0.0000679	0.0002
	2	11	121	0.0093	0.0001038	0.0003	0.0002361	0.0007
	3	11	121	0.12	0.00230	0.01	0.00640	0.02
	4	11	121	0.77	0.0105	0.03	0.0173	0.05
	5	11	121	2.50	0.0160	0.05	0.0275	0.08
	6	11	121	10.53	0.0549	0.16	0.0900	0.26
	7	11	121	15.41	0.0660	0.19	0.1132	0.33
钼	1	11	121	0.0007	0.0000273	0.0001	0.0000407	0.0002
	2	11	121	0.0099	0.000124	0.0004	0.000238	0.0007
	3	11	121	0.10	0.002224	0.01	0.005328	0.02
	4	11	121	0.65	0.00699	0.02	0.01363	0.04
	5	11	121	1.21	0.01058	0.03	0.02812	0.09
	6	11	121	2.33	0.01778	0.06	0.04852	0.14

3.1.2 重复性和再现性

本方法中硅和磷元素的 5 个样品水平、铌和钼元素的 6 个样品水平、钨的 7 个样品水平的精密度测试结果的平均值及对应的重复性限和再现性限进行汇总，见表 24 所示。

表 24　各元素样品水平的平均值、重复性限（r）和再现性限（R）

w_{Nb}/%	0.0017	0.034	0.17	0.88	2.92	5.90	—
r/%	0.0002	0.002	0.01	0.03	0.07	0.09	—
R/%	0.0003	0.004	0.02	0.05	0.09	0.13	—
w_{Si}/%	0.0010	0.0050	0.024	0.22	0.45	—	—
r/%	0.0001	0.0003	0.002	0.02	0.03	—	—
R/%	0.0002	0.0004	0.003	0.03	0.05	—	—
w_{P}/%	0.0010	0.0082	0.021	0.051	0.092	—	—
r/%	0.0002	0.0003	0.002	0.003	0.004	—	—
R/%	0.0002	0.0005	0.003	0.004	0.006	—	—
w_{W}/%	0.0009	0.0093	0.12	0.77	2.50	10.53	15.41
r/%	0.0002	0.0003	0.01	0.03	0.05	0.16	0.19
R/%	0.0002	0.0007	0.02	0.05	0.08	0.26	0.33

w_{Ta}/%	0.0007	0.0099	0.10	0.65	1.21	2.33	—
r/%	0.0001	0.0004	0.01	0.02	0.03	0.06	—
R/%	0.0002	0.0007	0.02	0.04	0.09	0.14	—

（二）预期达到的社会效益等情况

钽是现代工业和高科技产业不可或缺的重要基础原料，已广泛应用于高技术产业领域，包括电子、精密陶瓷和精密玻璃工业、化学工业、电声光器件、硬质合金、宇航及电子能工业、生物医学工程、超导工业以及特种钢等行业。溅射用钽靶材作为溅射薄膜用材料，广泛应用于集成电路、片式元器件、微电子、信息等前端产业，随着电子、通讯器材在向小型化和多功能化方向发展，多功能信息电子用新型材料的应用领域发展速度迅猛，对集成电路、片式元器件等前端产业溅射用钽靶材市场需求迅速增加，对原料钽锭的纯度要求有了进一步的提高，中国科技部发布《国家重点研发计划重点基础材料技术提升与产业化重点专项 2017 年度项目》，关于“超高纯 W、Mo、Ta、Re 关键制备技术研究”（课题编号：2017YFB0305404）中“超高纯 Ta 关键制备技术的研究”，实现了 5N 以上纯度钽锭的研发与量产，已形成年产高纯钽铸锭 100 吨以上的生产规模，实现了高纯钽锭关键材料核心技术及其关键制备技术的新突破，引领高纯钽金属冶炼制造业的发展，为超高纯钽靶材的制备有力提供了原料保障,并以出口美国、日本等靶材制造企业，近几年国内每年用于制造钽靶材的高纯钽锭消耗量大约是 200 吨，预计未来几年需求将达到 300-400 吨/年。同时随着电子汽车行业等领域电气化程度的不断提高，带动了钽电容器钽粉的市场需求不断扩展。

本文件是我国《钽铌化学分析方法》的系列标准之一，为钽中硅、磷、钼、钨和铌含量的测定方法，可以测定钽粉及钽加工材、合金中硅、磷、钼、钨和铌含量，能够满足《工业战略性新兴产业分类目录（2023）》和全面推进新兴产业标准体系建设中研制高纯/超高纯金属及靶材、超导材料等功能材料及检测方法标准的需求以及《中国制造 2025》中高品质钽加工材（高比容钽粉、钽溅射靶材、靶材用钽环件等）等产品、国内外客户技术协议以及钽粉、高纯钽锭等中间产品的需要。

本文件充分考虑了目前国内钽生产、研发、应用和检测的实际技术水平。本文件颁布执行后，将进一步规范钽产品中硅、磷、钼、钨和铌含量的分析检测工作，更好地指导钽行业的分析检测和应用水平，对促进钽生产企业的质量控制和提升，满足钽高端制造业基础材料中硅、磷、钼、钨和铌含量的测定具有十分重要的意义；有利于规范生产方、加工方、第三方检测机构的分析方法，更好地服务于生产企业及市场贸易，减少供应商和国内外客户之间因分析差异造成的商业纠纷，助力我国高纯钽锭、钽靶材、电容器钽粉、钽合金等行业产品的高质量发展和提高产品的国际竞争力发挥着十分重要的作用。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

经查询，无相同类型的国际国外标准。

五、以国际标准为基础的起草情况，以及是否合规引用或者采用国际国外标准，并说明未采用国际标准的原因

经查询，无相同类型的国际国外标准。本标准未采用国际国外标准，不存在引用国际国外标准的情况。

六、与有关法律、行政法规及相关标准的关系

本标准的技术内容与现行相关法律、法规和强制性国家标准没有冲突。在标准修订过程中充分考虑到了国内外钽相关产品标准的技术内容，修订后钽中杂质元素含量的测定范围完全覆盖了目前所有可能出现的钽样品，能够与国内外现行的钽产品标准配套使用。本标准内容全面、条款详细、格式规范，符合 GB/T 1.1-2020 的相关要求。

七 、 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，本文件起草过程中并未发生重大的分歧意见。

八、涉及专利的有关说明

本标准不涉及专利问题。

九、实施国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

首先应在实施前保证标准文本的充足供应，使每个生产企业以及检测机构等都能及时获取本标准文本，这是保证新标准贯彻实施的基础。本次修订的《钽铌化学分析方法 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》与生产企业及检测机构等息息相关。对于标准使用过程中容易出现的疑问，起草单位有义务进行必要的解释。可以针对标准使用的不同对象，有侧重点地开展标准培训与宣贯，以保证标准的贯彻实施。

建议本标准批准发布后 6 个月后实施，实施后代替 GB/T 15076.6－2020《钽铌化学分析方法 第 6 部分：硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》。

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》，符合公平竞争要求。

十一、其他应予以说明的事项

本文件在 GB/T 15076.6－2020《钽铌化学分析方法 第 6 部分：硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》标准基础上进行了合理修订，并结合我国钽生产企业和使用加工企业的生产工艺技术水平，经过调研在分析检测的实际水平上确定的。本标准具有操作简便、快速的特点，分析结果准确、可靠。本文件充分考虑了国内钽产品当前及预期对硅、磷、钼、钨和铌含量的测定需求，将是我国目前较为先进的钽中硅、磷、钼、钨和铌含量的分析标准，能满足我国钽及其合金技术发展的客观要求，代表了我国在该领域的先进性水平，符合我国现阶段的具体实际。通过本标准的实施，将进一步规范钽中硅、磷、钼、钨和铌含量的分析检测工作，有利于市场公平交易环境的形成，具有较大的社会效益，可以积极向国内生产、加工和使用企业及国内外用户推荐采用本标准。

国家标准《钽铌化学分析方法 第 6 部分：钽中杂质元素含量的测定》编制组

2026-9

附录：实验室代码见附录 A，组间格拉布斯检验见附录 B，等精度检验（科克伦检验）见附录 C。

附录 A

表 A.1 实验室代码编号

代码	实验室名称	备注
1	宁夏东方钽业股份有限公司	主起草单位
2	西安汉唐分析检测有限公司	一验
3	浙江创欣新材料有限公司	一验
4	稀美资源（广东）有限公司	一验
5	宝钛集团有限公司	二验
6	新疆湘润新材料科技有限公司	二验
7	西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司	二验
8	广东广晟稀有金属光电新材料有限公司	二验
9	稀美资源（贵州）科技有限公司	二验
10	陕西天成航空材料股份有限公司	二验
11	西安中钛华测检测技术有限公司	二验

附录 B

在每个样品水平中将各实验室精密度测试结果的平均值重新组成一组新的数据组，视为单个测定值，计算新数据组的总体平均值和单次测量标准偏差 s；采用格拉布斯（Grubbs）法对 9 个样品中铌、磷、硅、钨和钼含量的不同水平进行离群值检验，结果见表 B.1～表 B.5 所示。

表 B.1 铌含量组间格拉布斯离群值检验结果（%）

单位编号	钽中杂-1	钽中杂-2	钽中杂-3	钽中杂-4	钽中杂-5	钽中杂-6
1	0.00174	0.0342	0.173	0.885	2.935	5.919
2	0.00176	0.0357	0.175	0.903	2.897	5.887
3	0.00176	0.0344	0.174	0.888	2.927	5.910
4	0.00166	0.0325	0.166	0.879	2.939	5.949
5	0.00175	0.0343	0.173	0.885	2.920	5.920
6	0.00185	0.0322	0.181	0.868	2.908	5.946
7	0.00180	0.0339	0.178	0.887	2.912	5.885
8	0.00179	0.0333	0.174	0.888	2.910	5.867
9	0.00171	0.0345	0.177	0.885	2.938	5.873
10	0.00163	0.0324	0.165	0.854	2.882	5.852
11	0.00179	0.0338	0.174	0.882	2.922	5.914
总平均值	0.00175	0.0337	0.174	0.882	2.917	5.902
s	0.00006	0.00106	0.0048	0.0125	0.0177	0.0317
RSD	3.66	3.15	2.76	1.41	0.61	0.54
G_1	1.905	1.219	1.887	2.279	1.996	1.580
G_n	1.549	1.844	1.529	1.654	1.211	1.477
$\lambda(0.05,11,11)$	2.355	2.355	2.355	2.355	2.355	2.355
$\lambda(0.01,11,11)$	2.564	2.564	2.564	2.564	2.564	2.564
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 B.2 磷含量组间格拉布斯离群值检验结果（%）

单位编号	钽中杂-1	钽中杂-2	钽中杂-3	钽中杂-4	钽中杂-5
1	0.00101	0.00827	0.0206	0.0513	0.0924
2	0.00098	0.00812	0.0208	0.0518	0.0950
3	0.00099	0.00823	0.0205	0.0512	0.0916
4	0.00104	0.00833	0.0208	0.0516	0.0891
5	0.00100	0.00806	0.0203	0.0510	0.0910
6	0.00103	0.00840	0.0206	0.0522	0.0925
7	0.00097	0.00832	0.0198	0.0512	0.0922
8	0.00098	0.00813	0.0203	0.0496	0.0922
9	0.00106	0.00817	0.0212	0.0523	0.0919
10	0.00103	0.00810	0.0203	0.0507	0.0909
11	0.00109	0.00837	0.0208	0.0511	0.0926
总平均值	0.00102	0.00823	0.0205	0.0513	0.0919
s	0.00004	0.00012	0.00038	0.00075	0.00144
RSD	3.80	1.44	1.83	1.46	1.57

G_1	1.316	1.390	2.053	2.250	1.978
G_n	1.960	1.456	1.773	1.386	2.119
$\lambda(0.05,11,11)$	2.355	2.355	2.355	2.355	2.355
$\lambda(0.01,11,11)$	2.564	2.564	2.564	2.564	2.564
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 B.3 硅含量组间格拉布斯离群值检验结果（%）

单位编号	钽中杂-10	钽中杂-1	钽中杂-3	钽中杂-4	钽中杂-5
1	0.00107	0.00494	0.0233	0.222	0.446
2	0.00103	0.00499	0.0228	0.215	0.437
3	0.00113	0.00501	0.0236	0.221	0.445
4	0.00098	0.00494	0.0249	0.234	0.477
5	0.00105	0.00496	0.0236	0.227	0.448
6	0.00108	0.00482	0.0242	0.242	0.460
7	0.00106	0.00511	0.0234	0.228	0.436
8	0.00109	0.00474	0.0220	0.216	0.426
9	0.00103	0.00494	0.0236	0.215	0.458
10	0.00091	0.00496	0.0245	0.232	0.457
11	0.00111	0.00511	0.0232	0.222	0.441
总平均值	0.00105	0.00496	0.0235	0.225	0.448
s	0.00006	0.00011	0.00079	0.0086	0.0141
RSD	5.85	2.21	3.35	3.81	3.16
G_1	2.235	2.014	1.985	1.191	1.574
G_n	1.303	1.365	1.668	1.947	2.068
$\lambda(0.05,11,11)$	2.355	2.355	2.355	2.355	2.355
$\lambda(0.01,11,11)$	2.564	2.564	2.564	2.564	2.564
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 B.4 钨含量组间格拉布斯离群值检验结果（%）

单位编号	钽中杂-1	钽中杂-2	钽中杂-3	钽中杂-4	钽中杂-7	钽中杂-8	钽中杂-9
1	0.00099	0.00933	0.129	0.768	2.513	10.549	15.390
2	0.00096	0.00891	0.115	0.795	2.505	10.410	15.569
3	0.00097	0.00936	0.127	0.764	2.507	10.537	15.373
4	0.00092	0.00940	0.131	0.781	2.543	10.561	15.469
5	0.00102	0.00938	0.126	0.770	2.517	10.547	15.392
6	0.00088	0.00958	0.129	0.746	2.486	10.484	15.335
7	0.00097	0.00917	0.131	0.770	2.499	10.541	15.331
8	0.00089	0.00913	0.121	0.770	2.460	10.433	15.391
9	0.00103	0.00963	0.127	0.785	2.478	10.584	15.412
10	0.00085	0.00926	0.114	0.754	2.523	10.675	15.587
11	0.00093	0.00953	0.126	0.764	2.507	10.531	15.304
总平均值	0.00094	0.0093	0.125	0.770	2.503	10.532	15.414
s	0.00006	0.00021	0.0060	0.014	0.023	0.072	0.092

RSD	6.13	2.28	4.79	1.80	0.90	0.68	0.60
G_1	1.702	2.019	1.826	1.736	1.941	1.696	1.185
G_n	1.484	1.398	0.970	1.826	1.739	1.993	1.241
$\lambda(0.05,11,11)$	2.355	2.355	2.355	2.355	2.355	2.355	2.355
$\lambda(0.01,11,11)$	2.564	2.564	2.564	2.564	2.564	2.564	2.564
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 B.5 钼含量组间格拉布斯离群值检验结果（%）

单位编号	钽中杂-10	钽中杂-2	钽中杂-3	钽中杂-4	钽中杂-5	钽中杂-6
1	0.00064	0.00990	0.101	0.649	1.202	2.296
2	0.00066	0.01014	0.110	0.672	1.262	2.398
3	0.00072	0.00996	0.100	0.651	1.201	2.296
4	0.00064	0.00950	0.093	0.633	1.183	2.281
5	0.00068	0.00995	0.099	0.656	1.193	2.308
6	0.00066	0.01005	0.100	0.653	1.232	2.313
7	0.00067	0.01010	0.101	0.657	1.211	2.300
8	0.00068	0.00961	0.100	0.654	1.242	2.378
9	0.00068	0.01002	0.103	0.651	1.196	2.310
10	0.00068	0.00984	0.110	0.629	1.176	2.379
11	0.00060	0.00981	0.105	0.657	1.218	2.397
总平均值	0.00066	0.00990	0.102	0.651	1.211	2.333
s	0.00003	0.00020	0.0048	0.012	0.026	0.045
RSD	4.57	2.01	4.75	1.80	2.16	1.94
G_1	2.044	1.465	1.847	1.889	1.334	1.135
G_n	1.842	1.197	1.661	1.780	1.972	1.448
$\lambda(0.05,11,11)$	2.355	2.355	2.355	2.355	2.355	2.355
$\lambda(0.01,11,11)$	2.564	2.564	2.564	2.564	2.564	2.564
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

从表 B.1～表 B.5 中 Grubbs 检验结果可知，10 个样品无离群值。

附录 C

采用柯克伦（*Cochran*）检验对每个样品水平剔除离群值后的测试数据进行等精度检验，结果见表 C.1~表 C.5 所示。将一个数据组中的最大方差与该数据的方差和进行比较，按照下式计算统计量 C_{max} ：

$$C_{max} = s^2_{max} / \sum_{i=1}^{m} s_i^2$$

根据索取显著性水平 σ、数据组数 m 和重复性次数 n，查的 *Cochran* 临界值 $C(\sigma, m, n)$。当统计量 C_{max} 小于显著性水平 σ=0.05 下的临界值，则判定为正确值；

当 C_{max} 大于显著性水平α=0.05 下的临界值时，且小于显著性水平α=0.01 下的临界值时，则判定为岐离值，此时该测量值若非技术错误导致，则仍可计入后续统计；当 C_{max} 大于显著性水平α=0.01 下的临界值时，则判定为离群值，应当剔除。

表 C.1 柯克伦（Cochran）等精度检验结果（铌元素）

单位编号	钽中杂-1	钽中杂-2	钽中杂-3	钽中杂-4	钽中杂-5	钽中杂-6
	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)
1	0.00007	0.00034	0.0025	0.0072	0.0262	0.0278
2	0.00006	0.00041	0.0016	0.0105	0.0233	0.0281
3	0.00007	0.00038	0.0028	0.0081	0.0269	0.0277
4	0.00006	0.00031	0.0024	0.0098	0.0194	0.0299
5	0.00004	0.00033	0.0028	0.0071	0.0216	0.0269
6	0.00006	0.00016	0.0036	0.0055	0.0275	0.0326
7	0.00004	0.00038	0.0030	0.0098	0.0254	0.0339
8	0.00007	0.00039	0.0027	0.0113	0.0191	0.0441
9	0.00008	0.00032	0.0032	0.0088	0.0197	0.0185
10	0.00004	0.00033	0.0025	0.0084	0.0208	0.0272
11	0.00008	0.00056*	0.0016	0.0055	0.0234	0.0358
s_{max}	0.000084	0.00056	0.0036	0.0113	0.0275	0.0441
s^2_{max}	0.00000001	0.00000032	0.000013	0.000129	0.000756	0.001943
$\sum_{i=1}^{m} s_i^2$	0.00000004	0.00000148	0.000078	0.000808	0.005928	0.010461
$C_{max}=s^2_{max}/\sum_{i=1}^{m} s_i^2$	0.1684	0.2144	0.1667	0.1594	0.1275	0.1857
$C(\alpha, m, n)$	$C(0.05, 11, 11)$=0.2020，$C(0.01, 11, 11)$=0.2320					
判定结果	无离群值	岐离值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值
*表示岐离值，**表示离群值						

表 C.2 柯克伦（Cochran）等精度检验结果（磷元素）

单位编号	钽中杂-1	钽中杂-2	钽中杂-3	钽中杂-4	钽中杂-5
	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)
1	0.000049	0.000069	0.000805	0.001243	0.000669
2	0.000042	0.000126	0.000758	0.000427	0.001186
3	0.000054	0.000065	0.000555	0.001132	0.000808
4	0.000031	0.000079	0.000590	0.000756	0.001238
5	0.000024	0.000072	0.000606	0.000784	0.001027

6	0.000061	0.000085	0.000837	0.000848	0.000710
7	0.000008	0.000112	0.000706	0.001455	0.001756
8	0.000053	0.000134	0.000353	0.001184	0.001178
9	0.000053	0.000085	0.000596	0.000851	0.001396
10	0.000038	0.000095	0.000699	0.000953	0.001091
11	0.000064	0.000149	0.000556	0.001354	0.001738
s_{max}	0.000064	0.000149	0.000837	0.001455	0.001756
s^2_{max}	0.000000004	0.000000022	0.00000070	0.0000021	0.0000031
$\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.00000002	0.00000011	0.00000472	0.000012	0.000016
$C_{max}=s^2_{max}/\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.1722	0.1966	0.1485	0.1780	0.1900
$C(\alpha,m,n)$	$C(0.05,11,11)$=0.2020，$C(0.01,11,11)$=0.2320				
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 C.3 柯克伦（Cochran）等精度检验结果（硅元素）

单位编号	钽中杂-10	钽中杂-1	钽中杂-3	钽中杂-4	钽中杂-5
	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)
1	0.000014	0.000092	0.00043	0.00328	0.00776
2	0.000026	0.000072	0.00045	0.00380	0.00858
3	0.000021	0.000092	0.00038	0.00493	0.00350
4	0.000024	0.000047	0.00068	0.00535	0.00996
5	0.000031	0.000098	0.00082	0.00660	0.01128
6	0.000034	0.000062	0.00056	0.00129	0.01004
7	0.000032	0.000077	0.00064	0.00493	0.00953
8	0.000043	0.000111	0.00019	0.00336	0.00844
9	0.000025	0.000059	0.00042	0.00455	0.00599
10	0.000027	0.000054	0.00034	0.00383	0.00640
11	0.000045	0.000124	0.00082	0.00612	0.01134
s_{max}	0.000045	0.000124	0.00082	0.00660	0.01134
s^2_{max}	0.000000002	0.000000015	0.00000067	0.0000436	0.0001287
$\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.00000001	0.00000008	0.00000338	0.00023	0.00084
$C_{max}=s^2_{max}/\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.1966	0.1976	0.1991	0.1881	0.1530
$C(\alpha,m,n)$	$C(0.05,11,11)$=0.2020，$C(0.01,11,11)$=0.2320				
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 C.4 柯克伦（Cochran）等精度检验结果（钨元素）

单位编号	钽中杂-1	钽中杂-2	钽中杂-3	钽中杂-4	钽中杂-7	钽中杂-8	钽中杂-9
	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)
1	0.00004	0.00010	0.0022	0.0131	0.0165	0.0653	0.0728
2	0.00005	0.00006	0.0013	0.0108	0.0167	0.0487	0.0836
3	0.00003	0.00009	0.0021	0.0132	0.0131	0.0626	0.0696
4	0.00003	0.00010	0.0026	0.0127	0.0192	0.0590	0.0608

5	0.00005	0.00008	0.0022	0.0081	0.0060	0.0076	0.0073
6	0.00004	0.00010	0.0016	0.0056	0.0087	0.0751	0.0837
7	0.00004	0.00008	0.0023	0.0094	0.0204	0.0398	0.0387
8	0.00002	0.00014	0.0023	0.0136	0.0218	0.0720	0.0806
9	0.00003	0.00012	0.0019	0.0107	0.0093	0.0328	0.0386
10	0.00002	0.00007	0.0034	0.0072	0.0173	0.0285	0.0503
11	0.00002	0.00015	0.0027	0.0073	0.0180	0.0686	0.0899
s_{max}	0.00005	0.00015	0.0022	0.0132	0.0218	0.0751	0.0899
s^2_{max}	0.000000002	0.00000002	0.000005	0.0002	0.0005	0.0056	0.0081
$\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.000000014	0.00000012	0.000058	0.0012	0.0028	0.0331	0.0480
$C_{max}=s^2_{max}/\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.1764	0.1819	0.0868	0.1438	0.1691	0.1704	0.1684
$C(\alpha,m,n)$	$C(0.05,11,11)$=0.2020，$C(0.01,11,11)$=0.2320						
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 C.5 柯克伦（Cochran）等精度检验结果（钼元素）

单位编号	钼中杂-10	钼中杂-2	钼中杂-3	钼中杂-4	钼中杂-5	钼中杂-6
	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)
1	0.000022	0.00013	0.0025	0.0084	0.0045	0.0104
2	0.000030	0.00009	0.0029	0.0072	0.0105	0.0197
3	0.000025	0.00015	0.0025	0.0077	0.0054	0.0129
4	0.000029	0.00010	0.0028	0.0055	0.0117	0.0187
5	0.000027	0.00007	0.0016	0.0043	0.0105	0.0218
6	0.000030	0.00008	0.0007	0.0070	0.0090	0.0157
7	0.000028	0.00014	0.0015	0.0074	0.0108	0.0157
8	0.000024	0.00012	0.0014	0.0096	0.0135	0.0248
9	0.000026	0.00018	0.0023	0.0050	0.0143	0.0123
10	0.000030	0.00011	0.0019	0.0054	0.0104	0.0151
11	0.000027	0.00015	0.0031	0.0075	0.0114	0.0220
s_{max}	0.000030	0.00018	0.0031	0.0096	0.0135	0.0248
s^2_{max}	0.000000001	0.000000031	0.000009	0.000092	0.000183	0.000615
$\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.00000	0.00000	0.00005	0.00054	0.00123	0.00346
$C_{max}=s^2_{max}/\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.1127	0.1843	0.1748	0.1707	0.1485	0.1777
$C(\alpha,m,n)$	$C(0.05,11,11)$=0.2020，$C(0.01,11,11)$=0.2320					
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

从表 C.1～表 C.5 中 *Cochran* 检验结果可知，10 个样品无离群值。