

## 中华人民共和国国家标准

**GB/T 15076.10—2019** 代替 GB/T 15076.10—1994

# 钽铌化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of tantalum and niobium—

Part 10: Determination of iron, nickel, chromium, titanium, zirconium, aluminum and manganese contents in niobium—

Direct current arc atomic emission spectrometry

2019-12-31 发布 2020-11-01 实施

### 前 言

GB/T 15076《钽铌化学分析方法》分为 16 个部分:

- ——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:钼量和钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- ——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:银中磷量的测定 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 高频燃烧红外吸收法;
- ——第9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 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 乙酸乙酯萃取分离磷钼蓝分光光度法;
- ——第13部分:氮量的测定 惰气熔融热导法;
- ——第 14 部分:氧量的测定 惰气熔融红外吸收法;
- ——第 15 部分:氢量的测定 惰气熔融热导法;
- ——第16部分:钠量和钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分为 GB/T 15076 的第 10 部分。

本部分按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 15076.10—1994《钽铌化学分析方法 铌中铁、镍、铬、钛、锆、铝和锰量的测定》。 本部分与 GB/T 15076.10—1994 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- ——改变了测试方法,由"直流电弧载体分馏原子发射光谱法"修改为"直流电弧原子发射光谱法";
- ——扩大了测定范围, 锆和锰含量的测定范围由"0.000 1%~0.010%"修改为"0.000 1%~0.030%"; 铝含量的测定范围由"0.000 2%~0.010%"修改为"0.000 2%~0.030%"; 钛含量的测定范围由"0.000 1%~0.020%"修改为"0.000 1%~0.030%"(见第 1 章, 1994 年版的第 1 章);
- ——删除了引用标准(见 1994 年版的第 2 章);
- ——增加了样品条款(见第5章);
- ——增加了精密度条款(见第8章);
- 一一增加了试验报告条款(见第9章)。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位:宁夏东方钽业股份有限公司、西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司、西安汉唐 分析检测有限公司、九江有色金属冶炼有限公司、西北有色金属研究院、国标(北京)检验认证有限公司。

本部分主要起草人:张俊峰、许宁辉、王志萍、张仁惠、翟通德、王玉宝、魏红楠、王长华、孙洪涛、周燕。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

----GB/T 15076.10-1994.

### 钽铌化学分析方法 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

### 1 范围

GB/T 15076 的本部分规定了直流电弧原子发射光谱法测定铌中铁、镍、铬、钛、锆、铝和锰含量。本部分适用于铌及氢氧化铌、氧化铌和碳化铌中铁、镍、铬、钛、锆、铝和锰含量的测定。测定范围见表 1。

元素	测定范围/%
铁、镍、铬	0.000 3~0.030
钛、锆、锰	0.000 1~0.030
铝	0.000 2~0.030

表 1 元素与测定范围

#### 2 原理

将金属铌及其氢氧化物和碳化物灼烧转化成五氧化二铌,用一定比例的石墨粉和氟化钠混合做缓冲剂,直流电弧阳极激发,进行光谱测定。

### 3 试剂或材料

- 3.1 五氧化二铌: $w_{Nb_2O_5}$ ≥99.99%(单一的其他被测元素含量  $w_x$ ≤0.000 01%),于马弗炉中,850 ℃灼烧 2 h,放入干燥器中冷却至室温,备用。
- 3.2 三氧化二铁(w<sub>Fea Oo</sub>≥99.99%)。
- 3.3 氧化亚镍(w<sub>NiO</sub>≥99.99%)。
- 3.4 三氧化二铬(w<sub>Cr₂O₂</sub>≥99.99%)。
- 3.5 二氧化钛(w<sub>TiO₂</sub>≥99.99%)。
- 3.6 二氧化锆(w<sub>ZrO₂</sub>≥99.99%)。
- 3.7 三氧化二铝(w<sub>Al<sub>2</sub>O<sub>2</sub></sub>≥99.99%)。
- 3.8 二氧化锰(w<sub>MnO<sub>3</sub></sub>≥99.99%)。
- 3.9 氟化钠:优级纯。
- 3.10 石墨粉:光谱纯。
- 3.11 缓冲剂:称取 9.40 g 石墨粉(3.10),加入 0.60 g 氟化钠(3.9),磨匀。
- 3.12 压模:用有机玻璃棒车制成,顶端 φ2.9 mm×2 mm。