



中华人民共和国国家标准

GB/T 15076.16—2008

钽铌化学分析方法 钠量和钾量的测定

Methods for chemical analysis of tantalum and niobium—
Determination of sodium and potassium contents

2008-03-31 发布

2008-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 15076《钽铌化学分析方法》分为 16 个部分：

- GB/T 15076.1 钽铌化学分析方法 铌中钽量的测定
- GB/T 15076.2 钽铌化学分析方法 钽中铌量的测定
- GB/T 15076.3 钽铌化学分析方法 铜量的测定
- GB/T 15076.4 钽铌化学分析方法 铁量的测定
- GB/T 15076.5 钽铌化学分析方法 钼量和钨量的测定
- GB/T 15076.6 钽铌化学分析方法 钽中硅量的测定
- GB/T 15076.7 钽铌化学分析方法 铌中磷量的测定
- GB/T 15076.8 钽铌化学分析方法 碳量和硫量的测定
- GB/T 15076.9 钽铌化学分析方法 钽中铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锡、铅和锆量的测定
- GB/T 15076.10 钽铌化学分析方法 铌中铁、镍、铬、钛、锆、铝和锰量的测定
- GB/T 15076.11 钽铌化学分析方法 铌中砷、锑、铅、锡和铋量的测定
- GB/T 15076.12 钽铌化学分析方法 钽中磷量的测定
- GB/T 15076.13 钽铌化学分析方法 钽中氮量的测定
- GB/T 15076.14 钽铌化学分析方法 氧量的测定
- GB/T 15076.15 钽铌化学分析方法 氢量的测定
- GB/T 15076.16 钽铌化学分析方法 钠量和钾量的测定

本部分为第 16 部分。

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归口。

本部分方法 1 由宁夏东方钽业股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分方法 1 由九江有色金属冶炼厂和从化钽铌冶炼厂参加起草。

本部分方法 1 主要起草人：郝红梅、刘刚、张俊峰、张江峰、黄双。

本部分方法 1 主要验证人：邓延安、房群。

本部分方法 2 由九江有色金属冶炼厂负责起草。

本部分方法 2 由北京有色金属研究总院和从化钽铌冶炼厂参加起草。

本部分方法 2 主要起草人：王静、刘世毅、刘英、黄双。

本部分方法 2 主要验证人：刘红。

测量范围重叠时以方法 1 作为仲裁方法。

钽铋化学分析方法

钠量和钾量的测定

方法 1 火焰原子吸收光谱法

1 范围

本方法规定了钽中钠含量和钾含量的测定方法。

本方法适用于钽中钠含量和钾含量的测定。测量范围： $\geq 0.000 5\% \sim 0.020\%$ 。

2 方法原理

试料以氢氟酸、硝酸溶解，在稀硝酸介质中，以三氯化铝掩蔽氟，于原子吸收光谱仪波长 766.5 nm、589.0 nm 处，使用空气-乙炔火焰，分别测量钾、钠的吸光度。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

3.1 氢氟酸($\rho 1.14 \text{ g/mL}$)，MOS 级。

3.2 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)，MOS 级。

3.3 钽基体(钽含量不小于 99.99%，钾含量不大于 0.000 1%，钠含量不大于 0.000 1%)。

3.4 三氯化铝溶液(77 g/L)：称取 14 g 结晶三氯化铝($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (钾含量不大于 0.000 1%，钠含量不大于 0.000 1%) 于 200 mL 烧杯中，加 60 mL 纯水溶解后，用水稀释至 100 mL。

3.5 钠标准贮存溶液：准确称取 2.542 1 g 基准氯化钠(预先在 450 °C ~ 500 °C 的马弗炉中灼烧到无爆裂声)置于 300 mL 聚乙烯烧杯中，加水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 1 mg 钠。

3.6 钠标准溶液：移取 20.00 mL 钠标准贮存溶液于 200 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀，贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 100 μg 钠。

3.7 钾标准贮存溶液：准确称取 1.906 8 g 优级纯氯化钾(预先在 450 °C ~ 500 °C 的马弗炉中灼烧到无爆裂声)于 300 mL 聚乙烯烧杯中，加水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 1 mg 钾。

3.8 钾标准溶液：移取 20.00 mL 钾标准贮存溶液于 200 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀，贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 100 μg 钾。

3.9 钠、钾混合标准溶液：分别移取钠标准溶液(3.6)和钾标准溶液(3.8)各 10.00 mL 至 200 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀，贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 5 μg 钠和 5 μg 钾。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附钠、钾空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用。

——特征浓度：在与测量溶液基体相一致的溶液中，钠和钾的特征浓度分别不大于 0.018 6 $\mu\text{g/mL}$ 和 0.035 5 $\mu\text{g/mL}$ 。

——精密度：用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.5%；用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过最高