



中华人民共和国国家标准

GB/T 15076.13—2017
代替 GB/T 15076.13—1994

钽铌化学分析方法 第 13 部分：氮量的测定 惰气熔融热导法

Methods for chemical analysis of tantalum and niobium—
Part 13: Determination of nitrogen content—
Inert gas fusion thermal conductivity method

2017-10-14 发布

2018-08-01 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：

- 第 1 部分：铌中钼量的测定 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 萃取、色层分离-DSPCF 分光光度法和色层分离重量法；
- 第 3 部分：铜量的测定 四氯化碳萃取分离二乙基二硫代氨基甲酸钠分光光度法；
- 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：钽中硅量的测定 阴离子交换分离硅钼蓝分光光度法和 4-甲基-戊酮-[2]萃取分离硅钼蓝分光光度法；
- 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；
- 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 直流电弧载体分馏原子发射光谱法；
- 第 11 部分：铌中砷、锑、铅、锡和铋量的测定 直流电弧载体分馏原子发射光谱法；
- 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：钠量和钾量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分为 GB/T 15076 的第 13 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 15076.13—1994《钽铌化学分析方法 钽中氮量的测定》。本部分与 GB/T 15076.13—1994 相比，主要技术内容变化如下：

- 改变了测定方法，由分光光度法改为惰气熔融热导法；
- 扩大了测定范围，测定范围由 0.002%~0.2% 修改为 0.000 5%~0.400%；
- 补充了精密度与试验报告条款。

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、宝钛集团有限公司、西部金属材料股份有限公司、九江有色金属冶炼公司、西北稀有金属材料研究院。

本部分主要起草人：张俊峰、李剑、杨军红、翟文霞、王菊香、康琼、李晖、翟通德、刘瑞、王治道、卢思瑜、高亚明、陈红。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15076.13—1994。

钽铌化学分析方法

第 13 部分:氮量的测定

惰气熔融热导法

1 范围

GB/T 15076 的本部分规定了钽、铌中氮量的测定方法。

本部分适用于钽、铌中氮量的测定。测定范围:0.000 5%~0.400%。

2 方法提要

将试料与助熔剂加入高纯石墨坩埚中,在惰性气体(氮气)保护下加热熔融,其中氧与坩埚中碳结合形成一氧化碳和二氧化碳的混合气,氮以氮气形式释放。一氧化碳被部分氧化成二氧化碳,气路中的一氧化碳和二氧化碳分别被吸收分离,剩余氮气随载气(氮气)进入热导检测器,检测器输出信号,计算机系统根据样品质量计算氮含量。

3 材料

3.1 氮气:体积分数不小于 99.995%。

3.2 氩气/氮气(动力气):体积分数不小于 99.9%。

3.3 高纯镍箔/镍囊: $w_N \leq 0.000 2\%$, 镍箔厚度 ≤ 0.10 mm。

3.4 高纯石墨坩埚。

3.5 标准物质/标准样品:应选用相应的标准物质,原则上标准物质与分析样品的化学组成类似。

4 仪器装置

惰性气体熔融热导检测系统,包括一个电极炉、载气净化及分析气流转化系统、氮热导检测器、电脑及软件控制系统。

5 试样

5.1 铌粉粒度小于 $180 \mu\text{m}$;钽粉应预先在 $80 \text{ }^\circ\text{C} \sim 150 \text{ }^\circ\text{C}$ 真空烘干 4 h,冷却至室温,并用复合铝箔袋真空包装。

5.2 粉末试样装入预先处理并称量的高纯镍箔/镍囊(3.3),封口,赶尽高纯镍箔/镍囊(3.3)中的空气,再称量试样和高纯镍箔/镍囊(3.3)的总量,差减得试样的质量。试样应当天分析。

5.3 块状样品去掉表皮,从样品芯部剪切,加工成质量不大于 0.03 g 的颗粒,称重,装入高纯镍箔/镍囊,封口,赶尽高纯镍箔/镍囊(3.3)中的空气。

5.4 处理好的试样在分析检测前不能有任何污染,检测过程中应使用干净的镊子夹取。