



中华人民共和国国家标准

GB/T 15076.3—2019
代替 GB/T 15076.3—1994

钽铌化学分析方法 第 3 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of tantalum and niobium—
Part 3: Determination of copper content—
Flame atomic absorption spectrometry

2019-06-04 发布

2020-01-01 实施

国家市场监督管理总局
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 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：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 3 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 15076.3—1994《钽铌化学分析方法 铜量的测定》。本部分与 GB/T 15076.3—1994 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了分析方法，由“四氯化碳萃取-分光光度法”改为“火焰原子吸收光谱法”（见第 2 章，1994 年版的第 3 章）；
- 增加了精密度条款（见第 8 章）；
- 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：西北有色金属研究院、宁夏东方钽业股份有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、广东省工业分析检测中心、金堆城钼业股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司。

本部分起草人：周恺、孙宝莲、刘雷雷、郝文婷、张众、覃永振、张煦、王蒋亮、谢明明、王郭亮、卢超培、麦丽碧、柴玉青。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15076.3—1994。

钽铌化学分析方法

第3部分:铜量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 15076 的本部分规定了钽、铌及其氢氧化物中铜量的测定方法。

本部分适用于钽、铌及其氢氧化物中铜量的测定。测定范围:0.000 2%~0.060%。

2 原理

试料以氢氟酸和硝酸溶解。经硫酸冒烟后,加入适量硝酸,煮沸,使钽、铌充分水解并干过滤以除去钽、铌基体。取滤液于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处测量其吸光度并计算铜含量。

3 试剂

除有特殊说明,所用试剂均为优级纯试剂和实验室二级水。

3.1 氢氟酸($\rho=1.14$ g/mL)。

3.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.3 硫酸(1+1)。

3.4 铜标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铜($w_{\text{Cu}}\geq 99.99\%$)于 300 mL 烧杯中,加入 40 mL 硝酸(1+1)微热溶解。煮沸,驱除氮的氧化物,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 80 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铜。

3.5 铜标准溶液:移取 10.00 mL 铜标准贮存溶液(3.4)于 1 000 mL 容量瓶中,补加 50 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铜。

4 仪器设备

原子吸收光谱仪,附铜空心阴极灯。

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:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,铜的特征浓度应不大于 0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$;

——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 1.0%;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浓度标准溶液平均吸光度的 0.6%;

——工作曲线线性:将标准曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.70。

5 样品

5.1 钽、铌粉粒度应小于 180 μm 。