



中华人民共和国国家标准

GB/T 15076.11—2020
代替 GB/T 15076.11—1994

钽铌化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of tantalum and niobium—
Part 11: Determination of arsenic, antimony, lead, tin and bismuth contents in niobium—
Direct current arc atomic emission spectrometry

2020-03-06 发布

2021-02-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

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：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 11 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 15076.11—1994《钽铌化学分析方法 铌中砷、锑、铅、锡和铋量的测定》。本部分与 GB/T 15076.11—1994 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 改变了测定方法，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，锑的测定范围由“0.000 4%~0.010%”修改为“0.000 4%~0.030%”；铅的测定范围由“0.000 3%~0.010%”修改为“0.000 3%~0.030%”；锡的测定范围由“0.000 1%~0.010%”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）；
- 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、王大平、王玉宝、魏红楠、墨淑敏、谢玉琴、孙洪涛、张丽娜。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15076.11—1994。

钽铌化学分析方法

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

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砷、锑、铅、锡和铋含量。本部分适用于铌及氢氧化铌、氧化铌和碳化铌中砷、锑、铅、锡和铋含量的测定。测定范围见表 1。

表 1 元素与测定范围

元素	测定范围/%
砷	0.001 0~0.030
锑	0.000 4~0.030
铅	0.000 3~0.030
锡、铋	0.000 1~0.030

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： $w_{\text{Nb}_2\text{O}_5} \geq 99.99\%$ ($w_{\text{As}} \leq 0.000 1\%$,其他单一被测元素含量 $w_x \leq 0.000 01\%$),于马弗炉中,850 °C灼烧 2 h~3 h,放入干燥器中冷却至室温,备用。
- 3.2 三氧化二砷 ($w_{\text{As}_2\text{O}_3} \geq 99.99\%$)。
- 3.3 三氧化二锑 ($w_{\text{Sb}_2\text{O}_3} \geq 99.99\%$)。
- 3.4 二氧化铅 ($w_{\text{PbO}_2} \geq 99.99\%$)。
- 3.5 二氧化锡 ($w_{\text{SnO}_2} \geq 99.99\%$)。
- 3.6 三氧化二铋 ($w_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \geq 99.99\%$)。
- 3.7 氟化钠:优级纯。
- 3.8 石墨粉:光谱纯。
- 3.9 缓冲剂:称取 9.40 g 石墨粉(3.8),加入 0.60 g 氟化钠(3.7),磨匀。
- 3.10 压模:用有机玻璃棒车制成,顶端 $\phi 2.9 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ 。
- 3.11 氩气(体积分数不小于 99.99%)。
- 3.12 石墨电极:光谱纯,上电极和下电极的结构及尺寸见图 1。