



中华人民共和国国家标准

GB/T 15076.5—2017
代替 GB/T 15076.5—1994

钽铌化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of tantalum and niobium—
Part 5: Determination of molybdenum and tungsten contents—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2017-10-14 发布

2018-05-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钽铌化学分析方法
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
GB/T 15076.5—2017

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址：www.spc.org.cn

服务热线：400-168-0010

2017 年 10 月第一版

*

书号：155066·1-55314

版权专有 侵权必究

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 5 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 15076.5—1994《钽铌化学分析方法 钼量和钨量的测定》。

本部分与 GB/T 15076.5—1994 相比，主要技术内容变化如下：

- 改变了测定方法，由分光光度法改为电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 测定范围由 0.000 3%~0.10%修改为 0.000 5%~3.00%；
- 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、西北稀有金属材料研究院、西部金属材料股份有限公司。

本部分主要起草人：郝红梅、李佗、孙洪涛、郝文婷、杨军红、伏军胜、陈锐、张静。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15076.5—1994。

钽铌化学分析方法

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

1 范围

GB/T 15076 的本部分规定了钽、铌中钼量和钨量的测定方法。

本部分适用于钽、铌及其氢氧化物、氧化物、碳化物和氟钽酸钾中钼量和钨量的测定。测定范围：0.000 5%~3.00%。

2 方法提要

试料用硝酸和氢氟酸溶解，在稀酸介质中，以氩等离子体为离子化源，直接进行电感耦合等离子体原子发射光谱测定。

3 试剂和材料

除非另有说明，本部分所用试剂均为符合国家标准或行业标准的优级纯试剂，所用水为二级水。

3.1 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.2 氢氟酸($\rho=1.14$ g/mL)。

3.3 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

3.4 钽基体： $w_{Ta} \geq 99.99\%$ ， $w_W \leq 0.000 01\%$ ， $w_{Mo} \leq 0.000 01\%$ 。

3.5 铌基体： $w_{Nb} \geq 99.99\%$ ， $w_W \leq 0.000 01\%$ ， $w_{Mo} \leq 0.000 01\%$ 。

3.6 钨标准贮存溶液：称取 1.261 1 g 预先于 105 °C 烘 1 h 并置于干燥器中冷却至室温的三氧化钨($w_{W_{O_3}} \geq 99.99\%$)于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 20 mL 氢氧化钠溶液(3.3)，加热使其溶解，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钨。贮存于聚乙烯容量瓶中。

3.7 钨标准溶液：移取 10.00 mL 钨标准贮存溶液(3.6)于 100 mL 容量瓶中，加入 1.8 mL 氢氧化钠溶液(3.3)，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 钨。贮存于聚乙烯容量瓶中。

3.8 钼标准贮存溶液：称取 1.840 3 g 钼酸铵[$w_{(NH_4)_2MoO_4 \cdot 4H_2O} \geq 99.99\%$]于 250 mL 烧杯中，以少量水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钼。

3.9 钼标准溶液：移取 10.00 mL 钼标准贮存溶液(3.8)于 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 钼。

3.10 氩气：体积分数不小于 99.99%。

4 仪器

4.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪，配耐氢氟酸进样系统，分辨率 <0.006 nm(200 nm 处)。

4.2 推荐各元素分析线的选择见表 1。