



中华人民共和国国家标准

GB/T 15076.6—2020
代替 GB/T 15076.6—1994

钽铌化学分析方法 第 6 部分：硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of tantalum and niobium—
Part 6: Determination of silicon content—
Inductively coupled plasma 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 6 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 15076.6—1994《钽铌化学分析方法 钽中硅量的测定》。本部分与 GB/T 15076.6—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“分光光度法”修改为“电感耦合等离子体原子发射光谱法”；
- 扩大了测定范围，测定范围由“0.000 5%~0.070%”修改为“0.000 5%~0.50%”（见第 1 章，1994 年版的第 1 章和第 9 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、广东广晟稀有金属光电新材料有限公司、西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司、九江有色金属冶炼有限公司、西安汉唐分析检测有限公司。

本部分主要起草人：张俊峰、黄双、许宁辉、张众、王巧、谢璐、贾梦琳、刘刚、张金菊。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15076.6—1994。

钽铌化学分析方法

第6部分：硅量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

GB/T 15076 的本部分规定了电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钽、铌中硅含量。

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硅含量的测定。测定范围：0.000 5%~0.50%。

2 原理

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 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为 MOS 级试剂和实验室二级水。

3.1 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.2 氢氟酸($\rho=1.14$ g/mL)。

3.3 金属钽($w_{Ta}\geq 99.99\%$, $w_{Si}\leq 0.000 1\%$)。

3.4 金属铌($w_{Nb}\geq 99.99\%$, $w_{Si}\leq 0.000 1\%$)。

3.5 硅标准贮存溶液：称取 2.139 4 g 二氧化硅($w_{SiO_2}\geq 99.99\%$)于铂坩埚中，加入 10 g 碳酸钠-碳酸钾混合熔剂，混匀，在喷灯上熔融至清亮，再灼烧 10 min。冷却后用热水浸取，加热到溶液澄清，冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释到刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 硅。贮存于聚乙烯瓶中。

3.6 硅标准溶液：移取 10.00 mL 硅标准贮存溶液(3.5)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 硅。贮存于聚乙烯瓶中。

3.7 氩气(体积分数不小于 99.99%)。

4 仪器设备

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 推荐硅元素分析线为 251.612 nm。

5 样品

5.1 钽粉粒度小于 700 μ m；铌粉粒度小于 180 μ m；钽铌碳化物粒度小于 150 μ m。

5.2 钽粉应预先在 80 $^{\circ}$ C~150 $^{\circ}$ C 真空烘干 4 h，冷却至室温，并用复合铝箔袋真空包装；钽铌的氢氧化物、氧化物以及氟钽酸钾应预先在 105 $^{\circ}$ C~110 $^{\circ}$ C 烘 2 h，置于干燥器中冷却至室温，备用。