



中华人民共和国国家标准

GB/T 15076.14—××××
代替GB/T 15076.14-2008与GB/T 15076.13-2017

钽铌化学分析方法 第 14 部分：氧量和氮量的测定 惰气熔融—红外吸收法/热导法

Methods for chemical analysis of tantalum and niobium

Part 14: Determination of oxygen content and nitrogen content

Inert gas fusion -infrared absorption method/thermal conductivity method

(讨论稿)

××××-××-××发布

××××-××-××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15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：
 - 第14部分：氧量和氮量的测定 惰气熔融—红外吸收法/热导法
 - 第15部分：氢量的测定 惰气熔融—红外吸收法和热导法
 - 第16部分：钠量和钾量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 本文件为GB/T 15076的第13部分。

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件代替GB/T 15076.14-2008《钽铌化学分析方法 氧量的测定》与GB/T 15076.13-2017《钽铌化学分析方法 第13部分：氮量的测定 惰气熔融热导法》，本文件与GB/T 15076.14-2008与GB/T 15076.13-2017相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 扩大了氧量的测定范围：测定范围由“0.0050%~1.20%”修改为“0.0010%~1.50%”（见第1章，2008年版的第1章）；
- 增加了“规范性引用文件”（见第2章）；
- 增加了“术语和定义”（见第3章）；
- 增加了“样品条款”（见第7章）；
- 增加了“仪器准备”（见8.1）；
- 增加了“校准程序”（见8.5）；
- 将“测定次数”修改为“平行试验”（见8.7，2008年版的6.5.2）
- 增加了“精密度”条款（见第9章）；
- 增加了“试验报告”条款（见第10章）。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

GB/T xxxx—xxxx

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件所代替标准的历次版本发布情况为：

——本文件首次发布为GB/T 15076.13-1994与GB/T 15076.14-1994，其中GB/T 15076.13-1994文件2017年第一次修订为GB/T 15076.13-2017，GB/T 15076.14-1994文件2008年第一次修订为GB/T 15076.14-2008；

——本次为第二次合并修订。

钽铋化学分析方法

第 14 部分：氧量和氮量的测定

惰性气体熔融—红外吸收法/热导法

1 范围

本文件规定了钽、铋中氧量和氮量的测定方法。

本文件适用于钽、铋中氧量和氮量的测定。测定范围：氧量0.0010%~1.50%，氮量0.0005%~0.400%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

3 术语和定义

GB/T 17433确立的术语和定义适用于本文件。

4 原理

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，经稀土氧化铜，一氧化碳被氧化成二氧化碳，所生成的二氧化碳进入红外池检测器，剩余氮气随载气（氮气）进入热导检测器，检测器输出信号，计算系统根据样品质量计算氧量和氮量。

5 试剂和材料

5.1 氮气（ $\psi_{N_2} \geq 99.999\%$ ）。

5.2 氩气（ $\psi_{Ar} \geq 99.99\%$ ）。

5.3 高纯镍箔/镍囊： $\omega_{O} \leq 0.0010\%$ ， $\omega_{S} \leq 0.0002\%$ ，镍箔厚度 $\leq 0.10\text{mm}$ 。

5.4 高纯石墨坩埚： $\omega_{O} \leq 0.0001\%$ ， $\omega_{S} \leq 0.00002\%$ 。

5.5 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。

6 仪器设备

惰性气体熔融脉冲红外/热导检测系统，包括一个脉冲加热炉、载气净化及分析气流转化系统、红外检测器、热导检测器、电脑及软件控制系统。

7 样品

7.1 钽粉粒度小于 $700\mu\text{m}$ ；铋粉粒度小于 $180\mu\text{m}$ 。

7.2 对于铸锭样品，从顶部10cm处至中部任一部位，用刨床去除表皮后刨屑取样。

8 试验步骤

8.1 仪器准备

按仪器制造商的要求装配好所有部件，按要求连接电源、载气、动力气。根据要求更换化学试剂管和过滤装置。

8.2 仪器预热

仪器分析前要充分预热，使仪器的各项指标达到设定值。

8.3 仪器检漏

使用仪器检漏程序或其他辅助设备确定仪器无漏气现象。

8.4 空白分析

将高纯镍箔/镍囊（5.3）投入进样器中，至少平行测定3次。所用高纯镍箔/镍囊（5.3）助熔剂质量符合仪器说明书要求（一般高纯镍箔/镍囊（5.3）与试料质量比大于6:1），每次更换新坩埚。仪器显示的氧量空白值应稳定且不大于0.0010%，氮量空白值应稳定且不大于0.0002%，取平均值，然后进行空白补偿。

8.5 校准程序

8.5.1 单标准点校准程序

8.5.1.1 选取一种标准物质/标准样品（5.5），其氧量和氮量接近于或高于被测试料中的氧量和氮量，且不超过本方法的测定范围。

8.5.1.2 按照仪器说明书的要求执行单标准点校准程序，对该标准物质/标准样品（5.5）至少连续分析3次，取其平均值以确定氧量和氮量校准曲线的斜率。

8.5.1.3 用标准物质/标准样品（5.5）作为试料进行分析以验证校准。氧量和氮量的测定结果处于该标准物质/标准样品（5.5）标准值的不确定度范围内，执行8.5.1.5程序。

8.5.1.4 如果氧量和氮量的结果超出该标准物质/标准样品（5.5）标准值不确定度范围，分析原因并改正，重复8.5.1.1~8.5.1.3程序。

8.5.1.5 按照仪器说明书的程序以方法形式保存此校准，并对方法命名。

8.5.2 多标准点校准程序

8.5.2.1 至少准备两种以上的氧量和氮量标准值不同的标准物质/标准样品（5.5）。

8.5.2.2 按照仪器说明书的要求执行多标准点校准程序，对该标准物质/标准样品（5.5）至少连续分析3次，取其平均值，以多个氧量和氮量点确定校准曲线的斜率（校准曲线不一定过原点）。

8.5.2.3 用中间含量或参与校准的任意一种标准物质/标准样品（5.5）作为试料进行分析以验证校准。氧量和氮量的测定结果处于该标准物质/标准样品（5.5）标准值的不确定度范围内，执行8.5.2.5程序。

8.5.2.4 如果氧量和氮量的结果超出该标准物质/标准样品（5.5）标准值不确定度范围，分析原因并改正，重复8.5.2.1~8.5.2.3程序。

8.5.2.5 按照仪器说明书的程序以方法形式保存此校准，并对方法命名。

8.6 试料

称取0.07g~0.11g样品（7），精确至0.0001g。

8.7 平行试验

平行做两份试验。

8.8 测定

选择优化的分析条件，将称好的试料（8.6）用高纯镍箔/镍囊（5.3）包好，置入进样器中，升起机械装置，关闭炉门，开始检测，由仪器自动显示出测定结果。记录或打印分析结果。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 1 给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（ r ），超过重复性限（ r ）的情况不超过 5%，重复性限（ r ）按表 1 数据采用线性内插法或外延法求得。

表1 重复性限

氧的质量分数/%							
r /%							
氮的质量分数/%							
r /%							

9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 2 给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不应超过再现性限（ R ），超过再现性限（ R ）的情况不超过 5%，再现性限（ R ）按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表2 再现性限

氧的质量分数/%							
R /%							
氮的质量分数/%							
R /%							

10 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 使用的方法；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。