



中华人民共和国国家标准

GB/T 15076.15—××××

代替GB/T 15076.15-2008

钽铌化学分析方法 第 15 部分：氢量的测定 惰气熔融-热导法和红外吸收法

Methods for chemical analysis of tantalum and niobium

Part15: Determination of hydrogen content

Inert gas fusion-thermal conductivity method and infrared absorption 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：钽中钽量的测定 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：钽中磷量的测定 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：钽中铁、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：钽中砷、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-热导法和红外吸收法
 - 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15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 15076.15-2008《钽铌化学分析方法 氢量的测定》，本文件与GB/T 15076.15-2008相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 增加了测定方法，由惰气熔融热导法修改为惰气熔融-热导法和红外吸收法；
- 扩大了测定范围：测定范围由0.0005%~0.060%修改为0.0002%~0.150%（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6.6.2）
- 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。

本文件起草单位：宁夏东方钽业股份有限公司，广东省科学院工业分析检测中心、九江有色金属冶炼有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、稀美资源（广东）有限公司、西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、浙江创欣新材料有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、承德天大钒业有限责任公司、宝钛集团实验中心等。

本文件主要起草人：张仁惠、刘瑞、许宁辉、李晖、叶燕芳、张白鼎、张健康等。

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 15076.15-1994，2008年第一次修订；
- 本次为第二次修订。

钽铌化学分析方法

第 15 部分：氢量的测定

惰性气体熔融-热导法和红外吸收法

1 范围

本文件规定了钽、铌中氢量的测定方法。

本文件适用于钽、铌中氢量的测定。测定范围：0.0002%~0.150%。

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（氩气）保护下加热熔融，试料中的氢以氢气形式析出，氢气被氧化为水，用热导检测池或红外检测池检测氢含量，计算系统根据试料质量计算氢含量，结果以百分含量表示。

5 试剂和材料

5.1 氩气（ $\psi_{\text{Ar}} \geq 99.99\%$ ）。

5.2 高纯镍箔/镍囊： $\omega_{\text{H}} \leq 0.0001\%$ ，镍箔厚度 $\leq 0.10\text{mm}$ 。

5.3 锡片/锡粒： $\omega_{\text{H}} \leq 0.0001\%$ 。

5.4 高纯石墨坩埚： $\omega_{\text{H}} \leq 0.00001\%$ 。

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

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

7 样品

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

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（5.2）连同锡片/锡粒（5.3）置入进样器中，至少平行测定3次。所用高纯镍箔/镍囊（5.2）助熔剂质量符合仪器说明书要求（一般高纯镍箔/镍囊（5.2）与试料质量比大于6:1），每次更换新坩埚。仪器显示的空白值应稳定且不大于0.0001%，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），其氢量接近于或高于被测试料中的氢量，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，取其平均值以确定氢量校准曲线的斜率。

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。氢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 如果氢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氢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，以多个氢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。氢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 如果氢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0.08g~0.12g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（5.2）包好，连同锡片/锡粒（5.3）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

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

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。