

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.12—20XX

钪化学分析方法
第 12 部分：痕量杂质元素的测定

Methods for chemical analysis of hafnium—
Part 12: Determination of trace impurities content

(征求意见稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T ××××《钪化学分析方法》拟分为如下部分：

- 第1部分：铅量的测定；
- 第2部分：铀量的测定；
- 第3部分：硼量的测定；
- 第4部分：氯量的测定；
- 第5部分：镉量的测定；
- 第6部分：磷量的测定；
- 第7部分：硅量的测定；
- 第8部分：钠量的测定；
- 第9部分：氢量的测定；
- 第10部分：氧量、氮量的测定；
- 第11部分：碳量的测定；
- 第12部分：痕量杂质元素的测定。

本部分为YS/T ××××的第12部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本部分起草单位：西安汉唐分析检测有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、广东省工业分析检测中心、国核宝钛锆业股份公司、宝鸡钛业股份有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、长沙矿冶研究院。

本部分主要起草人：马晓敏、×××、×××。

钎化学分析方法

第 12 部分：痕量杂质元素的测定

1 范围

YS/T ××××的本部分规定了钎中铝、硼、镉、钴、铬、铜、铁、镁、锰、钼、铌、镍、铅、锡、钽、钛、铀、钒和钨含量的测定方法。

本部分适用于钎中铝、硼、镉、钴、铬、铜、铁、镁、锰、钼、铌、镍、铅、锡、钽、钛、铀、钒和钨含量测定。测定范围：0.0001 % ~ 0.010 %。

2 原理

试料用氢氟酸-硝酸溶解。添加铟作为内标元素以校正仪器的信号漂移并消除基体效应的影响。在正常模式下测量铝、硼、镉、钴、铬、铜、铁、镁、锰、钼、铌、镍、铅、锡、钽、钛、铀、钒和钨的含量；在碰撞池模式下测量铁的含量。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和实验室一级水。

3.1 硝酸 (ρ 1.42 g/mL)。

3.2 氢氟酸 (ρ 1.13 g/mL)。

3.3 铝、硼、镉、钴、铬、铜、铟、铁、镁、锰、钼、铌、镍、铅、锡、钽、钛、铀、钒和钨标准贮存溶液（国家标准样品/国家标准物质），质量浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

3.4 混合标准溶液 A：分别移取 1.00 mL 铝、硼、镉、钴、铬、铜、铁、镁、锰、钼、铌、镍、铅、锡、钽、钛、铀、钒和钨标准贮存溶液（3.3）于 100 mL 塑料容量瓶中，补加 2 mL 硝酸（3.1）和 1 mL 氢氟酸（3.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 分别含铝、硼、镉、钴、铬、铜、铁、镁、锰、钼、铌、镍、铅、锡、钽、钛、铀、钒和钨各 10 μg 。

3.5 混合标准溶液 B：移取 10.00 mL 混合标准溶液 A（3.4）于 100 mL 塑料容量瓶中，补加 2 mL 硝酸（3.1）和 1 mL 氢氟酸（3.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 分别含铝、硼、镉、钴、铬、铜、铁、镁、锰、钼、铌、镍、铅、锡、钽、钛、铀、钒和钨各 1 μg 。

3.6 铟内标溶液：移取 1.00 mL 铟元素标准贮存溶液（3.3）于 1000 mL 塑料容量瓶内，补加 2 mL 硝酸（3.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含铟 1 μg 。

3.7 氩气（体积分数 \geq 99.99%）。

4 仪器设备

4.1 电感耦合等离子体质谱仪：质量分辨率优于 (0.8 ± 0.1) u；配备耐氢氟酸进样系统；配备能够消除干扰离子如 $^{38}\text{Ar}^1\text{H}^+$ 、 $^{40}\text{Ar}^+$ 和 $^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$ 等的部件。

4.2 各元素测定推荐同位素见表 1。

表 1 各元素同位素质量数

元素	同位素质量数	元素	同位素质量数	元素	同位素质量数
Al	27	Mg	24	Ta	181
B	11	Mn	55	Tm	169
Cd	116	Mo	98	Ti	49
Co	59	Nb	93	U	238
Cr	52	Ni	60	V	51
Cu	63	Pb	208	W	184
Fe	57	Sn	118	-	-

注：铁元素采用碰撞模式消除干扰。

5 样品

将样品加工成长度不大于 5 mm 的碎屑。

6 试验步骤

6.1 试料

称取 0.100 g 样品 (5)，精确至 0.0001 g。

6.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料 (6.1) 置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，以 5 mL 水润湿。加入 2 mL 氢氟酸 (3.2)，0.5 mL 硝酸 (3.1)，低温加热至试料溶解完全。移入 100 mL 塑料容量瓶中，加入 2.00 mL 铕内标溶液 (3.6)，用水稀释至刻度，混匀。

6.4.2 于电感耦合等离子体质谱仪上选定的质量数处，测量试液及随同试料空白试验溶液的强度值，从工作曲线计算出被测元素的质量浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 于一组 100 mL 塑料容量瓶中，分别加入 0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 混合标准溶液 B (3.5)，加入 1 mL 氢氟酸 (3.2)，加入 0.5 mL 硝酸 (3.1)，加入 2.00 mL 铕内标溶液 (3.6)，用水稀释至刻度，混匀。

6.5.2 于质谱仪上选定的质量数处进行测定。以各待测元素的浓度为横坐标，强度值为纵坐标绘制工作曲线，工作曲线的线性相关系数应 ≥ 0.9995 。

7 试验数据处理

待测元素含量以元素的质量分数 w_x 计，按式 (1) 计算：

$$w_x = \frac{(\rho_x - \rho_0) \cdot V \times 10^{-9}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ_x ——试液中被测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升 (ng/mL)；

ρ_0 ——空白试验溶液中待测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升 (ng/mL)；

V ——试液总体积，单位毫升 (mL)；

m ——试料质量，单位为克 (g)。

当计算结果 $< 0.0010\%$ 时，保留至小数点后第四位；当计算结果 $\geq 0.0010\%$ ，保留两位有效数字。

8 精密度

8.1 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，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) 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

杂质元素的质量分数/%	0.0005	0.0010	0.0050
重复性限/%			

8.2 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，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限 (R)，超过再现性限 (R) 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

杂质元素的质量分数/%	0.0005	0.0010	0.0050
再现性限/%			

9 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容：

- 试验对象；
- 所使用的标准 (包括发布或出版年号)；
- 结果；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。