

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 896-202X

高纯铌化学分析方法 痕量杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of high purity niobium—
Determination of trace impurities elements contents —
Inductively coupled plasma mass spectrometry

(讨论稿)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

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》的规则起草。

本文件代替 YS/T 896—2013《高纯铈化学分析方法 痕量杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法》，与 YS/T 896—2013 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了铝、铬元素的测定（见第 1 章）；
- b) 修改元素 Cd 质量数由 114 改为 111；
- c) 增加了规范性引用文件（见第 2 章）；
- d) 增加了术语和定义（见第 3 章）；
- e) 增加了精密度试验原始数据（见附录 A）

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：国标（北京）检验认证有限公司、XXX、XXXX、XXXX、XXXXX。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX、XXX。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2013 年首次发布；
- 本次为第 1 次修订。

高纯铈化学分析方法

痕量杂质元素的测定

电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本文件规定了高纯铈中锂、铍、硼、镁、铝、钛、钒、锰、铬、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、锶、锆、钼、钨、锡、锑、铋、钨、铅和铷含量的测定方法。

本文件适用于高纯铈中锂、铍、硼、镁、铝、钛、钒、锰、铬、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、锶、锆、钼、钨、锡、锑、铋、钨、铅和铷含量的测定。测定范围0.0010%~0.010%。

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

3 规范性引用文件

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法提要

样品用硝酸和氢氟酸溶解，以钪、铯为内标进行校正，用电感耦合等离子体质谱仪直接测定，按工作曲线法计算各元素的质量浓度，以质量分数表示测定结果。

5 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蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.1 氢氟酸 ($\rho=1.16\text{ g/mL}$)。

5.2 硝酸 ($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。

5.3 硝酸 (1+1)。

5.4 锂、铍、硼、镁、铝、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、锶、锆、钼、钨、锡、锑、铋、钨、铅、铷、铯的标准贮存溶液（国家标准样品/国家标准物质），质量浓度为1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.5 混合标准溶液 A：分别移取10.00 mL各元素标准贮存溶液（钪、铯除外）（5.4）于1000 mL塑料容量瓶中，加入2 mL氢氟酸（5.1）和20 mL硝酸（5.3），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL分别含10 μg 锂、铍、硼、钠、镁、铝、钙、钾、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、锆、砷、锶、锆、铈、钼、银、钨、锡、锑、铋、钨、铅和铷。

5.6 混合标准溶液 B：移取10.00 mL混合标准溶液 A（5.5）于100 mL塑料容量瓶中，加入2 mL氢氟

酸(5.1)和10 mL硝酸(5.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL分别含1 μg 锂、铍、硼、钠、镁、铝、钙、钾、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、锗、砷、锑、锆、铌、钼、银、镉、锡、锑、铈、钨、铅和铋。

5.7 铟、铯内标溶液:移取1.00 mL铟、铯标准贮存溶液(5.4)于1000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 μg 铟、铯。

6 仪器设备

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

6.2 各元素推荐的同位素质量数见表1。锂、铍、硼、镁、铝、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、锑、锆、钽、钼、镉、锡、锑、铈、钨、铅、铋和铟、铯

表1 各杂质元素推荐质量数

元素	同位素质量数	元素	同位素质量数	元素	同位素质量数
Li	7	Co	59	Sn	118
Be	9	Ni	58/60	Sb	121
B	11	Cu	63	Hf	178/179
Mg	24	Zn	64	Ta	181
Al	27	Ga	69	W	184/182
Ti	47/49	As	75	Pb	208
V	51	Sr	88	Bi	209
Mn	55	Zr	90	Sc	45
Cr	52	Mo	95/97	Cs	133
Fe	56	Cd	114		

注:元素 Fe 采用氦气模式进行测定;Cd 采用干扰方程进行校正,方程如下:
 $[^{114}\text{Cd}] = [^{114}\text{I}] - 0.08594[^{117}\text{I}]$
 式中: $[^{114}\text{Cd}]$ 表示 ^{114}Cd 同位素产生的质谱信号强度, cps;
 $[^{114}\text{I}]$ 表示质量数为114处测得的质谱信号强度, cps;
 $[^{117}\text{I}]$ 表示质量数为117处测得的质谱信号强度, cps。

7 样品

样品应加工成边长不超过2 mm的碎屑。

8 试验步骤

8.1 试料

称取0.10 g样品,精确至0.0001g。

8.2 平行试验

平行做两份试验。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将试料(8.1)置于50 mL塑料烧杯中,加入少量水,2 mL硝酸(5.2)和2 mL氢氟酸(5.1),加热使试料溶解完全,冷却。移入100 mL塑料容量瓶中,加入1 mL铟、铯内标溶液(5.7),用水稀释至刻度,混匀。

8.4.2 于电感耦合等离子体质谱仪上,在仪器运行稳定后,在选定的仪器工作条件下,按表1推荐的同位素质量数,用配制好的系列标准溶液进行标准化或校准工作曲线,各元素工作曲线相关系数应在0.999以上,否则需重新进行标准化或重新配制标准系列溶液进行标准化。

8.4.3 依次测定空白溶液(8.3)及样品溶液(8.4.1)。仪器根据工作曲线,自动进行数据处理,计算并输出空白溶液及样品溶液中各元素的质量浓度。

8.5 工作曲线的绘制

分别移取0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL混合标准溶液B(5.6)于一组100 mL塑料容量瓶中,分别加入1.00 mL铟、铯内标溶液(5.7),用水稀释至刻度,混匀。

9 试验数据处理

各元素含量以质量分数 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 ——样品溶液中被测元素的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

ρ_0 ——空白溶液中被测元素的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V ——溶液的总体积,单位为毫升(mL);

m ——样品的质量的数值,单位为克(g)。

当质量分数 $<0.0010\%$ 时,计算结果保留1位有效数字;质量分数 $\geq 0.0010\%$ 时,保留两位有效数字。

10 精密度

10.1 重复性

精密度数据是在202x年由X家试验室对X个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的杂质元素含量在重复性条件下独立测定7次。测量的原始数据见表A.1。在重复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2数据采用线性内插法或外延法求得。

表2 重复性限

元素质量分数/%					
----------	--	--	--	--	--

$r/\%$					
--------	--	--	--	--	--

10.2 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，在以下给出的平均值范围内，这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 ）的情况不超过 5%，再现性限（ R ）按表 3 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3 再现性限

元素质量分数/%					
$R/\%$					

11 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）；
- 所使用的方法（如果标准中包括几个方法）；
- 结果；
- 观测到的异常现象；
- 试验日期。