

ICS 77.120.50

CCS H 64

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 891—202X

高纯钛化学分析方法 痕量元素含量的测定 辉光放电质谱法

Method for chemical analysis of high purity titanium—
Determination of trace impurity element content—
Glow Discharge 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 第一部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 YS/T 891-2013《高纯钛化学分析方法 痕量杂质元素的测定辉光放电质谱法》，与 YS/T 891-2013 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“警示”；
- 增加了“2 规范性引用文件”见（2）；
- 增加了“3 术语和定义”见（3）；
- 更改了方法的测定范围，由“各元素测定范围为 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~5000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ”调整为“硫、氯 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~10000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，其它元素 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~10000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ”（见 1，2013 版的 1）；
- 更改了方法原理的描述（见 4，2013 版的 2）；
- 增加了仪器检测器校正标准样品（见 5.6）；
- 更改了样品的制备要求和清洗步骤（见 7，2013 版的 5，6）；
- 增加了“8.1 仪器准备”（见 8.1）；
- 更改了部分测定同位素和分辨率（见 8.2，2013 版的 4.2）；
- 增加了“8.3 相对灵敏度因子的测定”见（8.3）
- 增加了“9 试验数据处理”见（9）；
- 增加了“附录 A 精密度试验原始数据”（见附录）。

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）检验认证有限公司负责起草，有色金属技术经济研究院有限责任公司、金川集团股份有限公司、昆明冶金研究院、宁波创润新材料有限公司、国核锆铪理化检测有限公司、国合通用测试评价认证股份有限公司、钢研纳克、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司等。

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。

高纯钛化学分析方法

痕量元素含量的测定

辉光放电质谱法

警示—使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了高纯钛中痕量元素含量的测定方法。测定元素见表 1。

本文件适用于高纯钛中痕量元素含量的测定。拟定测定范围：硫、氯 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~10000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，其它元素 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~10000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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，凡是注日期的引用文件，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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

将一个作为阴极的试样安装到等离子体放电室，利用惰性气体（氩气）在高压条件下电离产生的离子撞击样品表面使之发生溅射，从试样表面溅射出来的原子被离子化，通过双聚焦扇形磁场质量分析仪聚焦为离子束，进而被质谱分析器收集检测。在每一元素质量数处以预设的扫描点数和积分时间对相应谱峰积分，所得面积即为谱峰强度。进行半定量分析时，控制仪器操作的计算机中的软件中的“典型相对灵敏度因子”自动计算出各元素的质量分数；进行定量分析时，通过在与被测试样相同的分析条件、离子源结构以及测试条件下对标准样品进行独立测定获得相对灵敏度因子，应用该相对灵敏度因子计算出各元素的质量分数。

5 试剂或材料

5.1 无水乙醇（ $\rho=0.789\text{g}/\text{mL}$ ），优级纯。

5.2 硝酸（1+5）。

5.3 氢氟酸（1+9）。

5.4 高纯钛标准物质/样品：条件允许的情况下，利用有证或具有溯源性的高纯钛标准物质生成待测元素的相对灵敏度因子 RSF_x 。

5.5 背景空白样品：条件允许的情况下，利用纯度不低于 99.999%的钛样品（比被测杂质元素含量更低）作为背景空白样品，检测仪器的背景空白。

5.6 仪器检测器校正标准样品：对于可以利用某些高纯金属材料（例如：高纯钛或高纯钽材

料),能使仪器产生同时位于不同检测器线性动态范围内的稳定信号,用于在相同分析中使用不同的离子收集器测量离子流的情况下,检定高分辨率辉光放电质谱仪检测系统的离子计数效率。

5.7 氮气(体积分数 $\geq 99.99\%$)。

5.8 氩气(等离子体工作用氩气,体积分数 $\geq 99.99\%$;吹扫用氩气,体积分数 $\geq 99.99\%$)。

6 仪器设备

6.1 高分辨率辉光放电质谱仪(GDMS):质量分辨率可达到9000。

6.2 机械加工设备,能够使样品制成所需的几何形状并得到光滑的表面。

7 样品

7.1 将样品制备成所需要的几何形状(块状或棒状),尺寸要求能放入辉光放电离子源内,并且分析面应平坦光滑能够稳定地进行辉光放电。

7.2 通常高纯钛经过机械切割加工成合适尺寸的块状样品后,采用无水乙醇(5.1)先将样品加工过程中带入的有机物清除干净;然后使用硝酸(5.2)和氢氟酸(5.3)清洗,用去离子水冲洗干净、用氮气(5.7)吹干或晾干后备用。应使样品的清洁表面在实验室环境的暴露时间最小化。

8 试验步骤

8.1 仪器准备工作

8.1.1 首先将辉光放电质谱仪调节到分析所需的质量分辨能力和合适的质量峰形状。如果该仪器在相同分析中使用不同的离子收集器测量离子流,则需要用仪器检测器校正标准样品(5.6)测定每个检测器相对于其他检测器的测量效率以确保检测系统性能正常。

8.1.2 将辉光放电离子源溅射条件调节到分析所需要的条件。应调节仪器参数直到分析时所需的质量分辨率(中分辨率达到3000~4000,高分辨率达到9000~10000)、合适的信号强度和合适的基体质量扫描峰形状。

8.2 同位素质量数与分辨率的选择

推荐测定的同位素质量数和分辨率见表1。测定时要求同位素 ^{48}Ti 的谱峰强度不小于 $1 \times 10^8 \text{cps}$,峰形符合分辨率要求。

表1 测定同位素和分辨率选择

元素	同位素质量数	分辨率	元素	同位素质量数	分辨率	元素	同位素质量数	分辨率
Li	7	中分辨	As	75	中分辨	Sm	147	中分辨
Be	9	中分辨	Se	77	高分辨	Eu	151	中分辨
B	11	中分辨	Br	79	高分辨	Gd	157	中分辨

F	19	中分辨	Rb	87	高分辨	Tb	159	中分辨
Na	23	中分辨	Sr	88	高分辨	Dy	163	中分辨
Mg	24	中分辨	Y	89	高分辨	Ho	165	中分辨
Al	27	中分辨	Zr	90	中分辨	Er	166	中分辨
Si	28	中分辨	Nb	93	中分辨	Tm	169	中分辨
P	31	中分辨	Mo	98	中分辨	Yb	172	中分辨
S	32	中分辨	Ru	102	中分辨	Lu	175	中分辨
Cl	35	中分辨	Rh	103	中分辨	Hf	177	中分辨
K	39	高分辨	Pd	106	中分辨	Ta	181	中分辨
Ca	44	中分辨	Ag	107	中分辨	W	184	中分辨
Sc	45	中分辨	Cd	114	中分辨	Re	187	中分辨
Ti	48	Matrix	In	115	中分辨	Os	190	中分辨
V	51	中分辨	Sn	118	中分辨	Ir	193	高分辨
Cr	52	中分辨	Sb	123	中分辨	Pt	194	高分辨
Mn	55	中分辨	Te	128	中分辨	Au	197	高分辨
Fe	56	中分辨	I	127	中分辨	Hg	202	中分辨
Co	59	中分辨	Cs	133	高分辨	Tl	205	高分辨
Ni	60	中分辨	Ba	138	中分辨	Pb	208	中分辨
Cu	63	中分辨	La	139	中分辨	Bi	209	高分辨
Zn	64	中分辨	Ce	140	中分辨	Th	232	中分辨
Ga	69	中分辨	Pr	141	中分辨	U	238	中分辨

8.3 相对灵敏度因子的测定

8.3.1 半定量分析

半定量分析时,根据仪器软件中的“典型相对灵敏度因子”可用作被测元素的相对灵敏度因子。

8.3.2 定量分析

定量分析时,使用高纯钛标准样品(5.7),连续5次的测定数据满足表2要求时,取4次测定数据的平均值,按式(1)得出被测元素相对灵敏度因子 $RSF_{X/Ti}$ 。