

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 898-202X

**高纯钽化学分析方法
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 tantalum—
Determination of trace impurity element content—
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 898—2013《高纯钽化学分析方法 痕量杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法》，与 YS/T 898—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、钙、铬、锆、银含量的测定（见第 1 章）；
- b) 增加了规范性引用文件（见第 2 章）；
- c) 增加了术语和定义（见第 3 章）；
- d) 增加了样品为粉状（见第 7 章，2013 年版的第 5 章）；
- e) 修改了镉推荐的同位素质量数（见第 6.2，2013 年版的 4.2）；
- f) 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、金川集团股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、宝钛集团有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、有研亿金新材料有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、钢研纳克检测技术股份有限公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、宁夏东方钽业股份有限公司。

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。

高纯钽化学分析方法 痕量杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本文件规定了高纯钽中锂、铍、硼、镁、铝、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、锗、砷、锑、锆、铌、钼、银、镉、锡、锑、铟、铊、铋和铷含量的测定方法。

本文件适用于高纯钽中锂、铍、硼、镁、铝、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、锗、砷、锑、锆、铌、钼、银、镉、锡、锑、铟、铊、铋和铷含量的测定。钙测定范围0.0010%~0.010%，其余元素测定范围0.0001%~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 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

GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

3 术语和定义

GB/T 17433 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

样品用硝酸和氢氟酸溶解，以铯为内标进行校正，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 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，一级。

5.2 硝酸（ $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ）。

5.3 氢氟酸（ $\rho=1.16\text{ g/mL}$ ）。

5.4 标准贮存溶液：锂、铍、硼、镁、铝、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、锗、

砷、锶、锆、铈、钼、银、镉、锡、锑、钨、钨、铅、铋和铯采用有效期内证书的单元素标准贮存溶液，质量浓度为1000 μg/mL。

5.5 混合标准溶液：分别移取1.00 mL各元素标准贮存溶液（铯除外）（5.4）于1000 mL塑料容量瓶中，加入50 mL硝酸（5.2）和2 mL氢氟酸（5.3），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL分别含锂、铍、硼、镁、铝、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、锗、砷、锶、锆、铈、钼、银、镉、锡、锑、钨、钨、铅和铋各1 μg。

注：根据标准贮存溶液（5.4）的介质和元素间相互干扰的情况，混合标准溶液可分组配制，并选择合适的介质。

5.6 铯内标溶液：移取1.00 mL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 铯。

6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体质谱仪：配备耐氢氟酸进样系统和能够消除 $^{40}\text{Ar}^+$ 和 $^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$ 等干扰离子的碰撞反应系统。质量分辨率不大于0.8 u。

6.2 各元素推荐的同位素质数见表1。

表1 各杂质元素推荐质量数

元素	同位素质数	元素	同位素质数	元素	同位素质数
Li	7	Fe	56	Nb	93
Be	9	Co	59	Mo	95
B	11	Ni	60	Ag	107
Mg	24	Cu	63	Cd	111
Al	27	Zn	66	Sn	118
Ca	40	Ga	69	Sb	121
Ti	47	Ge	72	Hf	178
V	51	As	75	W	184
Cr	52 / 53	Sr	88	Pb	208
Mn	55	Zr	90	Bi	209

7 样品

样品为粉状或加工成边长不超过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 分析试液的制备

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(5.3),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铯内标溶液(5.6),用水稀释至刻度,混匀。

注:内标溶液(5.6)也可采用在线方式加入。根据所用仪器的灵敏度,分析试液可适当稀释后测定。

8.5 标准系列溶液的制备

分别移取0 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL混合标准溶液(5.5)于一组100 mL塑料容量瓶中,内标溶液(5.6)的加入方式与分析试液(8.4)保持一致,用水稀释至刻度,混匀。工作曲线的浓度梯度可根据分析试液中待测元素的质量浓度进行调整,应至少包括5个标准点。

8.6 测定

在选定的仪器工作条件下,按表1推荐的同位素质量数,依次测定系列标准溶液(8.5)、空白试液(8.3)及分析试液(8.4)。以待测元素的质量浓度为横坐标,待测元素与内标元素信号强度的比值为纵坐标,绘制标准工作曲线。工作曲线线性相关系数应不小于0.999。

仪器根据标准工作曲线,自动进行数据处理,计算并输出空白溶液及样品溶液中各杂质元素的质量浓度。

9 试验数据处理

待测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 ——分析试液中待测元素的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

ρ_0 ——空白试液中待测元素的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V ——试液的总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

当质量分数小于0.010%时,计算结果表示到小数点后4位;当质量分数大于或等于0.010%时,计算结果表示到小数点后3位。数值修约按照GB/T 8170规定执行。

10 精密度

10.1 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 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。实验室间试验结果得到的统计数据见附录 A。

表 2 重复性限

$w_x/\%$					
$r/\%$					

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

$w_x/\%$					
$R/\%$					

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；
- 本文件编号；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观测到的异常现象；
- 试验日期。

附录 A
(资料性)
从实验室间试验结果得到的统计数据

精密度数据是在 2023 年由 XX 家试验室对 XX 不同水平钽样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的锂、铍、硼、镁、铝、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、锗、砷、锶、锆、铌、钼、银、镉、锡、锑、铋、钨、铅和铀含量在重复性条件下独立测定 7 次。数据统计结果见表 A.1。

表A.1 实验室间数据统计结果
