

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 898—202X
代替GB/T 900—2013

高纯钽化学分析方法 痕量杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of high purity tantalum—
Determination of trace impurity elements content—
Inductively coupled plasma mass spectrometry
(预审稿)

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》的规定起草。

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) 修改了混合标准溶液的配制方法（见 5.5，2013 年版的 3.5 和 3.6）；
- e) 增加了钪和铊为内标元素（见 5.6，2013 年版的 3.7）；
- f) 增加了样品为粉状（见第 7 章，2013 年版的第 5 章）；
- g) 修改了镉推荐的同位素质量数（见第 6.2，2013 年版的 4.2）；
- h) 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、广东省科学院工业分析检测中心、宝钛集团有限公司、金川集团股份有限公司、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、西安西部新锆科技股份有限公司、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：墨淑敏、李爱娣、郑佳乐、邱长丹、潘元海、陈浩楠、卢凡、金川、刘凯、刘朝方、刘琼、中金、王小龙、郝晶晶、陈飞、牛嘉源、马超、曾云斌。

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

痕量杂质元素含量的测定

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、锶、锆、铌、钼、银、镉、锡、锑、铋、钨、铅和铋含量的测定方法。

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、锶、锆、铌、钼、银、镉、锡、锑、铋、钨、铅和铋含量的测定。钙测定范围为0.0010%~0.010%，其余元素测定范围为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

试料用硝酸和氢氟酸溶解，于电感耦合等离子体质谱仪上直接测定，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。以内标法校正仪器漂移和基体效应对测定的影响。

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及以上的试剂。

5.1 水：符合GB/T 6682规定的一级水。

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、铌、钼、银、镉、锡、锑、铋、钨、铅、铋、钐、铷和铯采用市售有证单元素标准溶液，质量浓度为1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.5 银标准溶液：移取1.00 mL银标准贮存溶液（5.4）于1000 mL容量瓶中，加入50 mL硝酸（5.2）用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含银1 μg 。避光保存。

5.6 混合标准溶液：分别移取1.00 mL锂、铍、硼、镁、铝、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、锗、砷、锶、锆、铌、钼、镉、锡、锑、钨、铅和铋元素标准贮存溶液（5.4）于1000 mL塑料容量瓶中，加入20 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含锂、铍、硼、镁、铝、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、锗、砷、锶、锆、铌、钼、镉、锡、锑、钨、铅和铋各1 μg 。

注：配制混合标准溶液时，根据选用的标准贮存溶液（5.4）可分组配制，避免生成难溶、微溶物质。

5.7 混合内标溶液：分别移取1.00 mL钪、铯和铊标准贮存溶液（5.4）于1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含钪、铯和铊各1 μg 。

6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体质谱仪：质量分辨率不大于0.8 u；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。

6.2 各元素推荐的同位素质量数见表1。

表1 各元素推荐的同位素质量数

元素	同位素质量数	元素	同位素质量数	元素	同位素质量数
Li	7	Co	59	Ag	107
Be	9	Ni	60	Cd	111
B	11	Cu	63	Sn	118
Mg	24	Zn	66	Sb	121
Al	27	Ga	69	Hf	178
Ca	40 / 44	Ge	72	W	184
Ti	47	As	75	Pb	208
V	51	Sr	88	Bi	209
Cr	52 / 53	Zr	90	Sc（内标）	45
Mn	55	Nb	93	Cs（内标）	133
Fe	56	Mo	95	Tl（内标）	205

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混合内标溶液(5.7),用水稀释至刻度,混匀。

注:混合内标溶液(5.7)可稀释2~5倍后在线加入。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银标准溶液(5.5)和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(5.6)于两组100 mL塑料容量瓶中,混合内标溶液(5.7)的加入量及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,至少包括5个标准点。

8.6 测定

8.6.1 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,测定标准系列溶液(8.5)。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。各元素工作曲线相关系数应大于0.999。

8.6.2 依次测定空白试液(8.3)及分析试液(8.4)。仪器根据标准工作曲线,自动进行数据处理,计算并输出空白试液及分析试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，在表 3 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的内容：

- 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