

ICS 77.120.99

CCS H 14

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 897—202X

代替 YS/T897-2013

高纯铌化学分析方法 痕量元素含量的测定 辉光放电质谱法

Method for chemical analysis of high purity niobium —
Determination of trace impurity elements content —
Glow discharge 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 897-2013《高纯铌化学分析方法 痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法》，与 YS/T 897-2013 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了方法的测定范围（见第 1 章，2013 年版的第 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) 更改了方法原理的描述（见第 4 章，2013 年版的第 2 章）；
- e) 更改了部分测定同位素和分辨率（见 6.2，2013 年版的 4.2）；
- f) 更改了样品的制备要求和清洗步骤（见第 7 章，2013 年版的第 5、6 章）；
- g) 增加了“仪器准备”（见 8.1）；
- h) 更改了“相对灵敏度因子的测定”（见 8.3，2013 年版的 6.3）
- i) 删除了“分析结果的计算”，增加了“试验数据处理”（见第 9 章，2013 年版的第 7 章）；
- j) 更改了“精密度”（见第 9 章，2013 年版的第 8 章）；
- k) 增加了“附录”（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、有色金属技术经济研究院有限责任公司、国核锆铪理化检测有限公司、金川集团股份有限公司、昆明冶金研究院、国合通用测试评价认证股份有限公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、宁夏东方钽业公司、有研亿金、山东恒邦冶炼股份有限公司、福建阿石创新材料股份有限公司。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX、XXX。

本文件首次发布为 YS/T 897-2013；

——本次为第一次修订。

高纯铌化学分析方法

痕量元素含量的测定 辉光放电质谱法

1 范围

本文件规定了高纯铌中痕量元素含量的测定方法。

本文件适用于高纯铌中痕量元素含量的测定。测定范围：硫、氯、汞 0.050 mg/kg~10 mg/kg，钨、钼 0.001mg/kg~100 mg/kg，钽元素 0.001mg/kg~300 mg/kg，其他元素 0.001mg/kg~50mg/kg。测定元素见表 1。

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

样品作为阴极进行辉光放电，在惰性气体(氩气)条件下，其表面原子被溅射而脱离样品进入辉光放电等离子体中，在等离子体中离子化后被导入质谱仪。在各元素同位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，并通过公式计算得到各杂质元素的含量。

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 无水乙醇 ($\rho=0.789\text{g/mL}$)。

5.3 硝酸 (1+5)。

5.4 氢氟酸 (1+9)。

5.5 背景监控样品。

5.6 高纯铌标准物质/样品。

5.7 氮气 (体积分不小于 99.99%)。

5.8 氩气 (工作用氩气，体积分不小于 99.999%；吹扫用氩气，体积分不小于 99.99%)。

6 仪器设备

- 6.1 辉光放电质谱仪，中分辨模式下质量分辨率大于 3500，高分辨模式下分辨率可达 9000~10000。
- 6.2 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 ^{93}Nb 的信号强度不小于 $1 \times 10^8 \text{cps}$ ，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	Eu	153	中分辨
Be	9	中分辨	Se	77	高分辨	Gd	157	中分辨
B	11	中分辨	Br	79	高分辨	Tb	159	中分辨
F	19	中分辨	Rb	85	中分辨	Dy	163	中分辨
Na	23	中分辨	Sr	88	中分辨	Ho	165	中分辨
Mg	24	中分辨	Y	89	中分辨	Er	166	中分辨
Al	27	中分辨	Zr	90	中分辨	Tm	169	中分辨
Si	28	中分辨	Mo	95	中分辨	Yb	172	中分辨
P	31	中分辨	Ru	101	中分辨	Lu	175	中分辨
S	32	中分辨	Rh	103	中分辨	Hf	178	中分辨
Cl	35	中分辨	Pd	104	中分辨	Ta	181	中分辨
K	39	高分辨	Ag	107	中分辨	W	182	中分辨
Ca	44	中分辨	Cd	114	中分辨	Re	185	中分辨
Sc	45	中分辨	In	115	中分辨	Os	189	中分辨
Ti	48	中分辨	Sn	118	中分辨	Ir	193	中分辨
V	51	中分辨	Sb	123	高分辨	Pt	195	中分辨
Cr	52	中分辨	Te	130	中分辨	Au	197	中分辨
Mn	55	中分辨	I	127	中分辨	Hg	202	中分辨
Fe	56	中分辨	Cs	133	高分辨	Tl	205	中分辨
Co	59	中分辨	Ba	137	中分辨	Pb	208	中分辨
Ni	60	中分辨	La	139	中分辨	Bi	209	中分辨
Cu	63	中分辨	Ce	140	中分辨	Th	232	中分辨
Zn	66	中分辨	Pr	141	中分辨	U	238	中分辨
Ga	69	中分辨	Nd	146	中分辨			
Ge	72	高分辨	Sm	147	中分辨			

7 样品

样品应制备成所需要的几何形状,分析面应平坦光滑,尺寸应能放入辉光放电离子源内。

8 试验步骤

8.1 样品预处理

样品经过机械切割加工成合适尺寸的块状样品后,用无水乙醇(5.2)清洗样品表面油污,后用水(5.1)清洗,用硝酸(5.3)、氢氟酸(5.4)腐蚀清洗,用水(5.1)反复冲洗后,分析前用氮气(5.6)吹干待测。

8.2 仪器准备

优化辉光放电条件,调节仪器参数,得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。测定仪器背景监控样品(5.5),观察被测元素的背景情况。

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

在相同测试条件下对高纯铌标准物质/样品(5.6)进行独立测定,获得相应的相对灵敏度因子,按公式(1)得出被测元素相对灵敏度因子 $RSF_{X/Nb}$ 。

$$RSF_{X/Nb} = \frac{w_X \cdot A_{X_i} \cdot I_{Nb_j}}{w_{Nb} \cdot A_{Nb_j} \cdot I_{X_i}} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$RSF_{X/Nb}$ —— 在特定辉光放电条件下测定 Nb 中元素 X 的相对灵敏度因子;

w_X —— 元素 X 的质量分数,单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);

A_{X_i} —— 元素 X 的 i 同位素丰度;

I_{Nb_j} —— 元素 Nb 的 j 同位素谱峰强度;

w_{Nb} —— 基体元素 Nb 的质量分数定义为 1.00×10^9 , 单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);

A_{Nb_j} —— 基体元素 Nb 的 j 同位素丰度;

I_{X_i} —— 元素 X 的 i 同位素谱峰强度;

8.4 测定

8.4.1 试样清洗吹干完毕后,应迅速装载到辉光放电离子源中,并使试样的清洁表面在实验室环境的暴露时间最小化。将制备好的试样装入到高分辨率辉光放电质谱仪离子源中,开

启辉光放电。

8.4.2 在正式采集数据前选择适当的电流进行预溅射,预溅射时间大于 10min,以清除样品表面的污染。

8.4.3 将辉光放电离子源溅射条件调节到分析所需的条件,在氩气(5.7)气氛条件下,进行测量。待信号稳定后,同一溅射点连续采集的三个测量数据,精密度满足表 2 的要求时,取其平均值作为测量结果。被测元素的含量以质量分数计,计算机直接给出计算结果。

9 试验数据处理

被测元素含量以 mg/kg 表示,含量小于 0.010 mg/kg 时,保留一位有效数字;含量范围 0.010 mg/kg~100 mg/kg 之间,保留两位有效数字;含量大于 100 mg/kg,保留三位有效数字。数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

10 精密度

10.1 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按照相同的方法,并在短时间内对同一被测对象进行测试,获得的两次独立测试结果的相对偏差不超过表 2 所列的重复性条件下的相对允许偏差。精密度试验原始数据见附录 A。

表 2 重复性条件下的允许差

分析含量范围 $w / (\text{mg/kg})$	相对允许偏差/%
0.001~0.010	
>0.010~0.050	
>0.050~0.50	
>0.50 ~5.0	
>5.0~10	
>10~300	

10.2 再现性

在不同的实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的相对偏差不超过表 3 所列的再现性条件下的允许相对偏差。精密度试验原始数据见附录 A。

表 3 再现性条件下的允许差

分析含量范围 $w / (\mu\text{g/kg})$	相对允许偏差/%
0.001~0.010	
>0.010~0.050	
>0.050~0.50	
>0.50 ~5.0	
>5.0~10	
>10~300	

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；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附 录 A
(资料性)
精密度试验原始数据

精密度数据是由 X 家实验室对 2 个不同水平的样品共同试验确定的。每个实验室对每个水平样品独立测定 3 次，各实验室测定数据平均值见下表 A.1。

表 A.1 精密度实验原始数据

