



# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 896-202X  
代替YS/T 896-2013

---

## 高纯铌化学分析方法 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 niobium—  
Determination the contents of trace impurity elements —  
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》的规则起草。

本文件代替 YS/T 896—2013《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》，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) 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、5.6、5.7 和 5.8，2013 年版的 3.5 和 3.6）；
- e) 增加了样品为粉状（见第 7 章，2013 版第 5 章）；
- f) 增加 Cd 元素的干扰方程；增加 Ti、Ni、Mo、Hf、W 的第二条推荐质量数（见 6.2 表 1，2013 版的 4.2）；
- g) 增加了实验室间试验结果的统计数据（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、金川集团股份有限公司、宝鸡钛业股份有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、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、有研亿金新材料有限公司、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、稀美资源（贵州）科技有限公司、承德天大钒业有限责任公司参与起草。

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

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

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、镉、锡、锑、钨、钽、钨、铅和铋含量的测定。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

样品用硝酸和氢氟酸溶解，以铯、钪混合内标进行校正，于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 6682，一级水。

5.2 氢氟酸 ( $\rho=1.16\text{ g/mL}$ )。

5.3 硝酸 ( $\rho=1.42\text{ g/mL}$ )。

5.4 硝酸 (1+1)。

5.5 锂、铍、硼、镁、铝、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、锶、锆、钼、镉、锡、锑、钨、钽、钨、铅、铋、铯、钪、铯的采用有效期内有效单元素标准贮存溶液，质量浓度为 1000  $\mu\text{g/mL}$ 。

5.6 混合标准溶液 A: 分别移取1.00 mL锂、铍、硼、镁、铝、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、锑、镉、锡、锇、铅、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),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL分别含1 μg 锂、铍、硼、镁、铝、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、锑、镉、锡、锇、铅和铋。

5.7 混合标准溶液 B: 移取1.00 mL钛、锆、钼、钨、铪、钽标准贮存溶液(5.4)于1000 mL塑料容量瓶中,加入20 mL氢氟酸(5.1)和20 mL硝酸(5.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL分别含1 μg 钛、锆、钼、钨、铪和钽。

5.8 混合内标溶液C: 移取1.00 mL铯、钐、铷标准贮存溶液(5.4)于1000 mL容量瓶中,加入20 mL硝酸(5.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL分别含1 μg 铯、钐、铷。

## 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和内标元素见表1。

表1 各待测元素推荐质量数

| 元素 | 同位素质数 | 元素 | 同位素质数 | 元素      | 同位素质数   |
|----|-------|----|-------|---------|---------|
| Li | 7     | Ni | 58/60 | Hf      | 178/179 |
| Be | 9     | Cu | 63    | Ta      | 181     |
| B  | 11    | Zn | 64    | W       | 182/184 |
| Mg | 24    | Ga | 69    | Pb      | 208     |
| Al | 27    | As | 75    | Bi      | 209     |
| Ti | 47/49 | Sr | 88    | Rh      | 103     |
| V  | 51    | Zr | 90    | Sc (内标) | 45      |
| Mn | 55    | Mo | 95/97 | Rh (内标) | 103     |
| Cr | 52    | Cd | 114   | Cs (内标) | 133     |
| Fe | 56    | Sn | 118   | -       | -       |
| Co | 59    | Sb | 121   | -       | -       |

## 7 样品

样品应加工成粉状或边长不超过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(5.3)和2 mL氢氟酸(5.2),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C(5.8),用水稀释至刻度,混匀。

## 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A(5.6)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B(5.7)于两组100 mL塑料容量瓶中,混合内标溶液C(5.8)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 依次测定空白溶液(8.3)及样品溶液(8.4)。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。

## 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:

$\rho_x$ ——样品溶液中被测元素的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

$\rho_0$ ——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。

表 2 重复性限

|          |  |  |  |  |  |
|----------|--|--|--|--|--|
| $w_s/\%$ |  |  |  |  |  |
| $r/\%$   |  |  |  |  |  |

## 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

|          |  |  |  |  |  |
|----------|--|--|--|--|--|
| $w_s/\%$ |  |  |  |  |  |
| $R/\%$   |  |  |  |  |  |

## 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；
- 使用的标准；
- 使用的方法；
- 分析结果及其表示；
- 观测到的异常现象；
- 试验日期。



附录 A  
(资料性)  
精密度试验原始数据

精密度数据是在 2023 年由 X 家实验室对锂、铍、硼、镁、铝、钛、钒、锰、铬、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、锶、锆、钼、镉、锡、锑、钨、钽、钨、铅和铋含量的 3 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锂、铍、硼、镁、铝、钛、钒、锰、铬、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、锶、锆、钼、镉、锡、锑、钨、钽、钨、铅和铋含量在重复性条件下独立测定 7 次。统计数据见表 A.1~A.9。

---