

高纯钽化学分析方法
痕量元素含量的测定
辉光放电质谱法

编 制 说 明

(预审稿)

国标（北京）检验认证有限公司

2023 年 8 月

《高纯钽化学分析方法 痕量元素含量的测定 辉光放电质谱法》

行业标准编制说明

一、工作简况

1. 任务来源

根据工信厅科函《工业和信息化部办公厅关于印发 2022 年第二批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》（〔2022〕158 号）文件精神，行业标准《高纯钽化学分析方法 痕量元素含量的测定 辉光放电质谱法》的制定工作由国标（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、国核锆铪理化检测有限公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司。项目计划编号为：2022-0837T-YS，计划完成年限 2023 年。

2. 主要参加单位和小组成员及分工

本文件起草单位有：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、国核锆铪理化检测有限公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司。国标（北京）检验认证有限公司负责统一样品的收集和分发，分析方法的实验研究，样品测试结果的收集和处理，标准文本、试验报告和编制说明的撰写。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、国核锆铪理化检测有限公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司同时负责对试验报告中的条件实验进行验证，并对标准文本提出修改建议和意见。本文件主要起草人保证该项目计划的顺利完成。

起草单位国标（北京）检验认证有限公司是中国权威的第三方检验认证服务机构，隶属于北京有色金属研究总院，管理并运营着国家有色金属及电子材料分析测试中心（1983 年由原国家科委批准建立）与国家有色金属质量监督检验中心（1985 年由国家质量技术监督局批准建立）。中心于 1992 年通过计量认证（CMA），2001 年通过中国合格评定国家认可委员会（CNAS）认可，是我国金属及电子材料的权威检测机构，同时是我国有色金属行业分析测试标准的主要起草单位之一。公司拥有一支基础理论扎实、实践经验丰富的研究和服务队伍。建立了以分析化学、材料力学与表面性能、显微组织结构、无损检测为核心的分析测试服务平台，具备了对产品开展多参数、多尺度、高精度、全成分范围检验评价的能力。拥有辉光放电质谱仪、电感耦合等离子体质谱仪、电感耦合等离子体光谱仪、原子吸收光谱仪、原子荧光光谱仪、超高压电子显微镜、大景深激光共聚焦显微镜、波长色散 X 射线荧光光谱仪等国内外先进仪器，仪器设备在国内实验室处于领先水平。在高纯金属的检测标准制修订中本单位积累了丰富的经验，已经颁布实施的高纯铜、高纯铝、高纯铪等金属的辉光放电质谱法均由本单位负责起草。

表1 各起草单位及其工作职责

序号	起草单位	工作职责
1	国标（北京）检验认证有限公司	试验方案制定、试验样品收集和分发，分析方法研究，试验结果处理，标准文本、试验报告和编制说明撰写等。
2	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、国核锆铪理化检测有限公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司	试验方案验证；提供精密度和准确度测试数据；对标准文本提出修改意见和建议。 提供精密度测试数据；对标准文本提出修改意见和建议。

3. 主要工作过程

国标（北京）检验认证有限公司组织骨干技术人员成立项目编制组，制定研究技术路线和实施方案，并组织开展该项目的试验研究与验证工作。主要工作过程经历如下阶段：

3.1 立项阶段

2020年11月，国标（北京）检验认证有限公司向全国有色金属标准化技术委员会稀有分标委会提交了YS/T 899-2013《高纯钽化学分析方法 痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法》项目修订的建议书、立项报告及标准草案，经过各位与会专家和全体委员热烈讨论后，同意修订的建议。随后由秘书处组织全体委员网络投票，投票通过后转报给工业和信息化部科技司，并挂网向社会公开征求意见。

2022年7月工业和信息化部发布了根据工信厅科函〔2022〕158号《工业和信息化部办公厅关于印发2022年第二批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》，正式下达该标准的修订任务，标准名称为《高纯钽化学分析方法 痕量元素含量的测定 辉光放电质谱法》，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会，项目计划编号为2022-0837T-YS，项目周期为18个月，完成年限为2023年12月。

3.2 起草阶段

2022年11月1日~11月5日在福建省厦门市全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分标委组织召开了《高纯钽化学分析方法 痕量元素含量的测定 辉光放电质谱法》的任务落实会。会上确定了由国标（北京）检验认证有限公司牵头负责《高纯钽化学分析方法 痕量元素含量的测定 辉光放电质谱法》的起草工作，由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、国核锆铪理化检测有限公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司等单位协助起草，共同完成。明确了所采用的分析方法，同时确定了样品提供单位、进度安排等事项。

2022年10月~2023年3月编制组充分调研了高纯钽生产和应用情况，与此同时编制组开展大量试验工作，完成了仪器工作条件的选择，包括放电电流、放电电压、放电气体流速；仪器稳定性考察，预溅射时间，分析同位素的选择和干扰消除等条件的研究，完成了方法研究报告的条件实验、标准文本和编制说明的讨论稿。并将研究报告、编制说明、标准文本发给验证单位。

2023年4月24日~4月27日全国有色金属标准化技术委员会在湖北省武汉市组织召开了《高纯钽化学分析方法 痕量元素含量的测定 辉光放电质谱法》标准方法的讨论会。来自全国有色金属标准化技术委

员会、宝鸡钛业股份有限公司、崇义章源钨业股份有限公司、国核锆铪理化检测有限公司、河南中源钛业有限公司、广东省科学院工业分析检测中心等三十余家单位的代表参加了会议。各位代表对标准讨论稿和编制说明进行了细致认真地讨论，并提出了修改意见和建议，形成了会议纪要。会后完善了标准征求意见稿和编制说明，形成征求意见稿，并挂网征集意见。起草单位按照会议要求进行部署，将完善后的研究报告、编制说明、标准文本及统一样品发给验证单位，完成精密度和准确度试验，并进行方法验证，试验数据统计及计算。

二、标准编制原则

1. 规范性原则

标准格式严格按照 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》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》等文件的要求编写，并按照 GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 2 部分：确定标准测试方法重复性与再现性的基本方法》的要求进行试验数据的统计及重复性线和再现性限的计算。

2. 先进性原则

本文件是对 YS/T 899-2013《高纯钽化学分析方法 痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法》的修订起草。在修订过程中充分的考虑了高纯钽生产企业生产技术发展、变化和在各应用领域中的实际需求，同时又体现了化学成分分析的技术水平，具有前瞻性和引领性。

3. 适用性原则

YS/T 899-2013《高纯钽化学分析方法 痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法》自发布实施以来，文件经过在充分调研国内外高纯钽相关产品标准及行业内高纯钽分析检测实际需求的基础上，对原标准的测定范围、试验操作的技术细节、精密度数据进行修改或补充，进一步规范了辉光放电质谱法测定高纯钽痕量元素含量的分析方法，修订涉及以下几个方面：

- 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 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 8.2）；
- 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 10 章，2013 年版的第 8 章）；
- k) 增加了附录（见附录 A）。