

高纯五氧化二铌化学分析方法
痕量元素含量的测定
电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of high purity niobium pentoxide—
Determination of trace impurity elements content—
Inductively coupled plasma mass spectrometry

(送审稿)

20XX-XX-XX发布

20XX-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。

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：广东广晟稀有金属光电新材料有限公司、九江有色金属冶炼有限公司、浙江创欣新材料有限公司、稀美资源（广东）有限公司、宁夏东方钽业股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、西安汉唐分析检测有限公司、深圳中金岭南有色股份有限公司、承德天大钒业有限责任公司

本文件主要起草人：江腾荣、黄双、邓延安、曾俊雄、许宁辉、吴卓葵、徐清连、赵欢娟、何剑文、谢晓雪、钟朱惠、周丽、周明俊、刘晓明、王翔。

引 言

高纯五氧化二铌广泛应用于铌酸锂晶体、半导体、光学、高端电子、军工、医疗等领域，随着高纯五氧化二铌在高端电子的广泛应用，对其纯度的要求也越来越高，半导体原材料用的高纯五氧化二铌的纯度要求更高，纯度为99.999%以上。YS/T1727旨在通过规定适用范围，规范试剂、材料及仪器设备，经试验研究建立一套完整且切实可行的高纯五氧化二铌化学分析方法标准。

高纯五氧化二铌产品执行YS/T 548-2007《高纯五氧化二铌》，产品的化学成分仲裁分析方法执行GB/T 15076《钽铌化学分析方法》，或按供需双方协商的规定进行，YS/T548-2007中规定了痕量杂质元素钽、铝、砷、硼、铋、钙、钴、铬、铜、铁、钾、镁、锰、钼、钠、镍、铅、铈、镉、锡、钛、钒、钨、锆的含量，特别是晶体级的 FNB_2O_5 -048牌号高纯五氧化二铌中的砷、钴、钼、锆含量要求不大于0.00001%，钨含量要求不大于0.00002%，硼、铋、铬、铜、锰、镍、铅、锡、钒含量要求不大于0.00005%。现行的GB/T15076《钽铌化学分析方法》，杂质元素的测定下限均在0.0001%以上，且无硼、钴、钙、镁、钒杂质元素的测定方法，无法完全满足高纯五氧化二铌产品对痕量杂质元素的分析要求。

本文件的制定解决了高纯五氧化二铌产品中痕量杂质元素的测定问题，对我国多家高纯五氧化二铌生产企业已有的检测方法进行完善、统一及标准化，有助于高纯五氧化二铌产品质量的提升及纯度的判定，是对现行GB/T 15076《钽铌化学分析方法》的有效补充，也是产品贸易的有效保障。

高纯五氧化二铌化学分析方法

痕量元素含量的测定

电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本标准规定了高纯五氧化二铌产品中痕量元素含量的测定方法。

本文件适用于高纯五氧化二铌中硼、钠、镁、铝、钾、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、砷、锆、钼、镉、锡、锑、钽、钨、钨、铋含量的测定。钴、砷、锆、钼、钨测定范围：0.00001%~0.0020%；硼、钠、镁、铝、钾、钙、钛、钒、铬、锰、铁、镍、铜、镉、锡、锑、钽、钨、铋测定范围：0.00002%~0.0020%。

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微波消解溶解，以基体匹配法补偿基体效应，在稀酸介质中，使用电感耦合等离子体质谱仪直接测定。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为 MOS 级的试剂。

- 5.1 水，GB/T 6682，一级。
- 5.2 氢氟酸（ ρ 1.14 g/mL）。
- 5.3 硝酸（ ρ 1.42 g/mL）。
- 5.4 氢氟酸-硝酸混合溶液：1%（V/V）硝酸及 1%（V/V）氢氟酸。
- 5.5 高纯五氧化二铌基体（ $w_{\text{Nb}_{205}} \geq 99.998\%$ ， $w_{\text{Ta}} \leq 0.0003\%$ ，单一的其他被测元素含量 $w_{\text{x}} \leq 0.0001\%$ ）。
- 5.6 硼、钠、镁、铝、钾、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、砷、锆、钼、镉、锡、锑、钽、钨、铋单元素标准贮存溶液（市售有证），质量浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$ 。
- 5.7 混合标准溶液 A：分别移取 1.00 mL 各元素标准贮存溶液（5.6）于预先加入 40 mL 氢氟酸-硝酸溶液（5.4）的 100 mL 聚四氟乙烯容量瓶中，用氢氟酸-硝酸溶液（5.4）稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含硼、钠、镁、铝、钾、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、砷、锆、钼、镉、锡、锑、钽、钨、铋各 10 μg 。

5.8 混合标准溶液 B: 移取 1.00 mL 混合标准溶液 A (5.7) 于 100 mL 聚四氟乙烯容量瓶中, 用氢氟酸-硝酸溶液 (5.4) 稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含硼、钠、镁、铝、钾、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、砷、锆、钼、镉、锡、锑、钽、钨、铅、铋各 100 ng。

5.9 高纯氩气 (体积分数不小于 99.999%)。

5.10 50 mL 聚全氟乙丙烯容量瓶。

6 仪器设备

6.1 密闭加压微波消解装置, 包括微波消解仪、氟塑料 (如 PTFE, PFA, TFM 等) 高压消解罐。微波消解仪应有可编程温度/压力-时间控制功能, 可以在消解过程中监测温度或压力。温度控制型微波消解装置标称最高温度不低于 200 °C; 压力控制型微波消解装置标称最大压力不低于 10 MPa。微波消解仪应有合格的安全保护装置和卸压装置。

6.2 电感耦合等离子体质谱仪: 质量分辨率优于 0.8u (在 10%峰高处); 配耐氢氟酸进样系统; 配备能够消除干扰离子如 $^{39}\text{ArH}^+$ 、 $^{40}\text{Ar}^+$ 、 $^{56}\text{ArO}^+$ 等的部件。

6.3 待测元素测定同位素质量数见表 1。

表 1 待测元素推荐测定同位素质量数

元素	同位素质量数	元素	同位素质量数
B	11	Ni	60
Na	23	Cu	63
Mg	24	As	75
Al	27	Zr	91
K	39	Mo	95
Ca	40	Cd	114
Ti	47/49	Sn	118
V	51	Sb	121/123
Cr	52	Ta	181
Mn	55	W	184
Fe	56	Pb	208
Co	59	Bi	209

注: Na、Mg、Al、K、Ca、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu 推荐采用 cool plasma 模式; Cd 采用干扰方程进行校正, 方程如下:

$$[^{114}\text{Cd}] = [^{114}\text{I}] - 0.02725[^{118}\text{I}]$$

式中: $[^{114}\text{Cd}]$ 表示 ^{114}Cd 同位素产生的质谱信号强度, cps;

$[^{114}\text{I}]$ 表示质量数为 114 处测得的质谱信号强度, cps;

$[^{118}\text{I}]$ 表示质量数为 118 处测得的质谱信号强度, cps。

7 样品

样品为白色粉末状, 储存于阴凉、干燥处。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.25 g 样品 (7), 精确至 0.0001 g。

8.2 平行试验

平行做两份试验。

8.3 空白试验

随同试料（8.1）做空白试验。

8.4 试料溶液的制备

将试料（8.1）置于微波消解罐中，依次加入 2.5 mL 氢氟酸（5.2），2.5 mL 硝酸（5.3），旋紧密封，置于微波消解仪中，消解至溶液清亮，转入 50 mL 聚全氟乙丙烯容量瓶中，用水定容，摇匀，用移液器准确吸取定容摇匀后的样品溶液 5.00 mL 置于预先加入 20 mL 氢氟酸-硝酸混合溶液（5.4）的 50 mL 聚全氟乙丙烯容量瓶中，用氢氟酸-硝酸混合溶液（5.4）稀释至刻度，混匀。

8.5 标准系列溶液的制备

称取 0.2500 g 高纯五氧化二铌基体（5.5），置于微波消解罐中，依次加入 2.5 mL 氢氟酸（5.2）、2.5 mL 硝酸（5.3），旋紧密封，置于微波消解仪中，消解至溶液清亮，转入 50 mL 聚全氟乙丙烯容量瓶中，用水定容，摇匀，用移液器准确吸取定容摇匀后的基体溶液 5.00 mL 分别置于预先加入 20 mL 氢氟酸-硝酸混合溶液（5.4）的 7 个 50 mL 聚全氟乙丙烯容量瓶中，分别加入 0 mL、0.10 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL 混合标准溶液 B（5.8），用氢氟酸-硝酸混合溶液（5.4）稀释至刻度，混匀。

8.6 测定

于电感耦合等离子体质谱仪上，仪器运行达分析状态后，在选定的仪器工作条件下，按表 1 所示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，对应的信号强度值为纵坐标，计算机自动绘制工作曲线。当工作曲线的线性相关系数达到 0.999 以上时，测量试料空白溶液（8.3）与试料溶液（8.4），计算机自动由工作曲线计算出被测元素的质量浓度。

9 试验数据处理

各待测元素含量以其质量分数 w_x 计，按公式（1）计算：

$$w_x = \frac{(\rho_x - \rho_0) \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-9}}{m \cdot V_1} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ_x ——试液中被测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）。

ρ_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_0 ——试液总体积，单位为毫升（mL）。

V_1 ——分取试液体积，单位为毫升（mL）。

V_2 ——测定溶液体积，单位为毫升（mL）。

m ——试料的质量，单位为克（g）。

当质量分数小于 0.0020% 时，计算结果保留到小数点后五位；当质量分数等于 0.0020% 时，计算结果保留到小数点后四位。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

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

元素质量分数（ w_i ） %	重复性限（ r ） %
0.00004	0.00002
0.00020	0.00003
0.00050	0.00005
0.00100	0.00007
0.0020	0.00014

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。试验结果得到的统计数据见附录 A。

表 3 再现性限

元素质量分数（ w_i ） %	再现性限（ R ） %
0.00004	0.00004
0.00020	0.00005
0.00050	0.00006
0.00100	0.00009
0.0020	0.00018

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；
- 观察到的异常现象；
- 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

各实验室对5个不同水平高纯五氧化二铌样品进行共同试验，每个实验室对每个水平在重复性条件下独立测定7次。数据统计结果见表A.1~A.5。

表 A.1 高纯五氧化二铌水平 1 统计结果表

元素	结果可接受的 实验室个数	可接受的数 据个数	平均值 %	重复性标准差 (S_r) %	重复性限 (r) %	再现性标准差 (S_R) %	再现性限 (R) %
11B	9	63	<0.00002	/	/	/	/
23Na	8	56	<0.00002	/	/	/	/
24Mg	8	56	<0.00002	/	/	/	/
27Al	8	56	<0.00002	/	/	/	/
39K	8	56	<0.00002	/	/	/	/
40Ca	8	56	0.00006	0.000004	0.00001	0.000005	0.00001
47Ti	8	56	<0.00002	/	/	/	/
49Ti	7	49	<0.00002	/	/	/	/
51V	9	63	<0.00002	/	/	/	/
52Cr	9	63	<0.00002	/	/	/	/
55Mn	9	63	<0.00002	/	/	/	/
56Fe	8	56	0.00005	0.000004	0.00001	0.000009	0.00002
59Co	9	63	<0.00001	/	/	/	/
60Ni	9	63	<0.00002	/	/	/	/
63Cu	9	63	<0.00002	/	/	/	/
75As	9	63	<0.00001	/	/	/	/
91Zr	9	63	<0.00001	/	/	/	/
95Mo	9	63	<0.00001	/	/	/	/
114Cd	9	63	<0.00002	/	/	/	/
118Sn	9	63	<0.00002	/	/	/	/
121Sb	9	63	<0.00002	/	/	/	/
123Sb	8	56	<0.00002	/	/	/	/
181Ta	8	56	0.00028	0.000009	0.00003	0.000022	0.00006
184W	9	63	<0.00001	/	/	/	/
208Pb	9	63	<0.00002	/	/	/	/
209Bi	9	63	<0.00002	/	/	/	/

表 A.2 高纯五氧化二铌水平 2 统计结果表

元素	结果可接受的 实验室个数	可接受的数 据个数	平均值 %	重复性标准差(S_r) %	重复性限 (r) %	再现性标准差 (S_R) %	再现性限 (R) %
11B	9	63	0.00017	0.000007	0.00002	0.000008	0.00002
23Na	8	56	0.00026	0.000011	0.00003	0.000015	0.00004
24Mg	8	56	0.00016	0.000007	0.00002	0.000008	0.00002
27Al	8	56	0.00040	0.000012	0.00003	0.000014	0.00004
39K	8	56	0.00026	0.000009	0.00003	0.000013	0.00004
40Ca	8	56	0.00018	0.000006	0.00002	0.000008	0.00002
47Ti	8	56	0.00018	0.000006	0.00002	0.000007	0.00002
49Ti	7	49	0.00017	0.000005	0.00002	0.000009	0.00003
51V	9	63	0.00017	0.000007	0.00002	0.000011	0.00003
52Cr	9	63	0.00016	0.000007	0.00002	0.000008	0.00002
55Mn	9	63	0.00026	0.000008	0.00002	0.000009	0.00003
56Fe	8	56	0.00015	0.000008	0.00002	0.000009	0.00003
59Co	9	63	0.00014	0.000006	0.00002	0.000010	0.00003
60Ni	9	63	0.00014	0.000007	0.00002	0.000007	0.00002
63Cu	9	63	0.00018	0.000006	0.00002	0.000010	0.00003
75As	9	63	0.00018	0.000007	0.00002	0.000010	0.00003
91Zr	9	63	0.00018	0.000006	0.00002	0.000011	0.00003
95Mo	9	63	0.00017	0.000006	0.00002	0.000008	0.00002
114Cd	9	63	0.00018	0.000007	0.00002	0.000008	0.00002
118Sn	9	63	0.00037	0.000009	0.00003	0.000014	0.00004
121Sb	9	63	0.00038	0.000011	0.00003	0.000012	0.00003
123Sb	8	56	0.00028	0.000009	0.00003	0.000013	0.00004
181Ta	8	56	0.00018	0.000007	0.00002	0.000009	0.00003
184W	9	63	0.00019	0.000008	0.00002	0.000008	0.00002
208Pb	9	63	0.00017	0.000007	0.00002	0.000011	0.00003
209Bi	9	63	0.00017	0.000007	0.00002	0.000008	0.00002

表 A.3 高纯五氧化二铌水平 3 统计结果表

元素	结果可接受的 实验室个数	可接受的数 据个数	平均值 %	重复性标准差 (S_r) %	重复性限 (r) %	再现性标准差 (S_R) %	再现性限 (R) %
11B	9	63	0.00054	0.000015	0.00004	0.000017	0.00005
23Na	8	56	0.00072	0.000019	0.00005	0.000019	0.00006
24Mg	8	56	0.00055	0.000012	0.00003	0.000022	0.00006
27Al	8	56	0.00072	0.000020	0.00006	0.000021	0.00006
39K	8	56	0.00067	0.000022	0.00006	0.000030	0.00008
40Ca	8	56	0.00056	0.000017	0.00005	0.000017	0.00005
47Ti	8	56	0.00054	0.000010	0.00003	0.000016	0.00005
49Ti	7	49	0.00054	0.000014	0.00004	0.000017	0.00005
51V	9	63	0.00061	0.000016	0.00004	0.000022	0.00006
52Cr	9	63	0.00057	0.000013	0.00004	0.000013	0.00004
55Mn	9	63	0.00066	0.000023	0.00007	0.000024	0.00007
56Fe	8	56	0.00056	0.000016	0.00005	0.000020	0.00006
59Co	9	63	0.00053	0.000016	0.00005	0.000019	0.00006
60Ni	9	63	0.00054	0.000014	0.00004	0.000015	0.00004
63Cu	9	63	0.00055	0.000014	0.00004	0.000015	0.00004
75As	9	63	0.00059	0.000016	0.00004	0.000022	0.00006
91Zr	9	63	0.00058	0.000014	0.00004	0.000021	0.00006
95Mo	9	63	0.00055	0.000014	0.00004	0.000019	0.00006
114Cd	9	63	0.00058	0.000015	0.00004	0.000025	0.00007
118Sn	9	63	0.00074	0.000013	0.00004	0.000018	0.00005
121Sb	9	63	0.00074	0.000013	0.00004	0.000018	0.00005
123Sb	8	56	0.00075	0.000015	0.00004	0.000023	0.00006
181Ta	8	56	0.00060	0.000018	0.00005	0.000024	0.00007
184W	9	63	0.00061	0.000015	0.00004	0.000019	0.00005
208Pb	9	63	0.00059	0.000013	0.00004	0.000017	0.00005
209Bi	9	63	0.00054	0.000015	0.00004	0.000017	0.00005

表 A.4 高纯五氧化二铌水平 4 统计结果表

元素	结果可接受的 实验室个数	可接受的数 据个数	平均值 %	重复性标准差(S_r) %	重复性限 (r) %	再现性标准差 (S_R) %	再现性限 (R) %
11B	9	63	0.00121	0.000024	0.00007	0.000029	0.00008
23Na	8	56	0.00115	0.000032	0.00009	0.000033	0.00009
24Mg	9	63	0.00129	0.000023	0.00007	0.000033	0.00009
27Al	8	56	0.00124	0.000031	0.00009	0.000031	0.00009
39K	8	56	0.00114	0.000027	0.00008	0.000030	0.00009
40Ca	8	56	0.00120	0.000022	0.00006	0.000036	0.00010
47Ti	8	56	0.00117	0.000021	0.00006	0.000025	0.00007
49Ti	7	49	0.00114	0.000019	0.00005	0.000025	0.00007
51V	9	63	0.00115	0.000029	0.00008	0.000029	0.00008
52Cr	9	63	0.00125	0.000027	0.00008	0.000030	0.00009
55Mn	9	63	0.00126	0.000031	0.00009	0.000036	0.00010
56Fe	8	56	0.00121	0.000029	0.00008	0.000042	0.00012
59Co	9	63	0.00119	0.000028	0.00008	0.000030	0.00009
60Ni	9	63	0.00124	0.000024	0.00007	0.000026	0.00007
63Cu	9	63	0.00125	0.000021	0.00006	0.000023	0.00007
75As	9	63	0.00119	0.000027	0.00008	0.000034	0.00010
91Zr	9	63	0.00119	0.000028	0.00008	0.000032	0.00009
95Mo	9	63	0.00117	0.000020	0.00006	0.000023	0.00007
114Cd	9	63	0.00119	0.000026	0.00007	0.000029	0.00008
118Sn	9	63	0.00133	0.000024	0.00007	0.000044	0.00013
121Sb	9	63	0.00132	0.000029	0.00008	0.000029	0.00008
123Sb	8	56	0.00125	0.000026	0.00008	0.000027	0.00008
181Ta	8	56	0.00117	0.000025	0.00007	0.000027	0.00008
184W	9	63	0.00117	0.000025	0.00007	0.000036	0.00010
208Pb	9	63	0.00117	0.000019	0.00006	0.000030	0.00008
209Bi	9	63	0.00121	0.000024	0.00007	0.000029	0.00008

表 A.5 高纯五氧化二铌水平 5 统计结果表

元素	结果可接受的 实验室个数	可接受的数 据个数	平均值 %	重复性标准差 (S_r) %	重复性限 (r) %	再现性标准差 (S_R) %	再现性限 (R) %
11B	9	63	0.00164	0.000030	0.00009	0.000030	0.00009
23Na	8	56	0.00167	0.000050	0.00014	0.000052	0.00015
24Mg	8	56	0.00192	0.000039	0.00011	0.000039	0.00011
27Al	8	56	0.00183	0.000047	0.00013	0.000061	0.00017
39K	8	56	0.00171	0.000048	0.00014	0.000052	0.00015
40Ca	8	56	0.00168	0.000035	0.00010	0.000041	0.00012
47Ti	8	56	0.00165	0.000028	0.00008	0.000033	0.00009
49Ti	7	49	0.00154	0.000033	0.00009	0.000042	0.00012
51V	9	63	0.00170	0.000036	0.00010	0.000046	0.00013
52Cr	9	63	0.00184	0.000039	0.00011	0.000052	0.00015
55Mn	9	63	0.00176	0.000042	0.00012	0.000059	0.00017
56Fe	8	56	0.00169	0.000043	0.00012	0.000054	0.00015
59Co	9	63	0.00170	0.000044	0.00013	0.000053	0.00015
60Ni	9	63	0.00167	0.000038	0.00011	0.000043	0.00012
63Cu	9	63	0.00171	0.000030	0.00008	0.000043	0.00012
75As	9	63	0.00169	0.000030	0.00009	0.000036	0.00010
91Zr	9	63	0.00168	0.000033	0.00009	0.000036	0.00010
95Mo	9	63	0.00163	0.000029	0.00008	0.000030	0.00008
114Cd	9	63	0.00163	0.000038	0.00011	0.000051	0.00014
118Sn	9	63	0.00179	0.000035	0.00010	0.000052	0.00015
121Sb	9	63	0.00178	0.000034	0.00010	0.000057	0.00016
123Sb	8	56	0.00173	0.000044	0.00013	0.000050	0.00014
181Ta	8	56	0.00167	0.000030	0.00009	0.000043	0.00012
184W	9	63	0.00166	0.000031	0.00009	0.000038	0.00011
208Pb	9	63	0.00166	0.000031	0.00009	0.000032	0.00009
209Bi	9	63	0.00164	0.000030	0.00009	0.000030	0.00009