

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX-202X

高纯铱化学分析方法
痕量杂质元素含量的测定
辉光放电质谱法

Method for chemical analysis of high purity osmium—
Determination of trace impurity elements content—
Glow discharge mass spectrometry

(送审稿)

2025-XX-XX 发布

2025-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：国标（北京）检验认证有限公司、有研工程技术研究院有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、金川集团股份有限公司、国核锆铪理化检测有限公司、深圳汇铂贵金属检测科技有限公司、集萃新材料研发有限公司、钢研纳克检测技术股份有限公司、东方电气集团峨嵋半导体材料有限公司、贵研检测科技（云南）有限公司。

本文件主要起草人：潘元海、刘智鹏、夏杨、张超、谢元锋、向磊、墨淑敏、李宝城、李甜、王祥德、张振清、李瑞、甘建壮、王桃霞、陈沛沛、赵旭东、杨雪茹、马旭利、闫博雨、王应进、李爱嫦、王长华、祝利红、郭晶。

高纯钪化学分析方法

痕量杂质元素含量的测定

辉光放电质谱法

1 范围

本文件规定了高纯钪中痕量杂质元素的测定方法。测定元素见表 2。

本文件适用于高纯钪中痕量杂质元素含量的测定。铷、铯、铊、铅测定范围为 0.5 mg/kg~50 mg/kg，氯、硫、汞、铋测定范围为 0.05 mg/kg~50 mg/kg，其它元素测定范围为 0.01 mg/kg~50 mg/kg。

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 数据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

将试样作为阴极进行辉光放电，在氩气气氛条件下，从试样表面溅射出来的原子被离子化，通过双聚焦扇形质量分析器聚焦为离子束，进而被质谱分析器收集检测。在每一待测元素选择的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。

无标准样品时，计算机根据仪器软件中的“典型相对灵敏度因子”自动计算出各元素的质量分数；有标准样品时，在与样品相同测定条件下对标准样品进行独立测定获得相对灵敏度因子，仪器软件调用该相对灵敏度因子并自动计算出各元素的质量分数。

被测元素的含量以质量分数 w_X 计，按式(1)计算：

$$w_X = \text{RSF} (X / \text{Os}) \frac{A_{\text{Os}_j} I_{X_i}}{A_{X_i} I_{\text{Os}_j}} w_{\text{Os}} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- w_X ——元素 X 的质量分数，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- $RSF (X/Os)$ ——在特定辉光放电条件下测定 Os 中 X 元素的相对灵敏的因子；
- A_{Os_j} ——基体元素 Os 的 j 同位素丰度；
- I_{X_i} ——元素 X 的 i 同位素谱峰强度，单位为 cps；
- A_{X_i} ——元素 X 的 i 同位素丰度；
- I_{Os_j} ——基体元素 Os 的 j 同位素谱峰强度，单位为 cps；
- w_{Os} ——基体元素 Os 的质量分数，定义为 1.00×10^6 ，单位为毫克每千克（mg/kg）。

5 试剂

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 6682，二级。
- 5.2 无水乙醇（ $\rho = 0.789 \text{g/mL}$ ）。
- 5.3 盐酸（ $\rho = 1.19 \text{g/mL}$ ）。
- 5.4 质量校正标准样品：已知化学成分的黄铜合金材料，用于对辉光放电质谱仪进行精确质量校正。
- 5.5 检测器校正标准样品：高纯钽材料（纯度 $\geq 99.99\%$ ），能使仪器的不同检测器同时产生稳定信号，用于校正辉光放电质谱仪检测系统的离子计数效率。
- 5.6 仪器背景监控样品：被测元素质量分数低于被测试样的 10 倍以上，用于确定分析中的背景贡献。
- 5.7 钽标准样品，被测元素含量范围 $0.5 \text{mg/kg} \sim 50 \text{mg/kg}$ 。
- 5.8 氩气：等离子体工作用氩气（ $\varphi \geq 99.999\%$ ）；吹扫用氩气（ $\varphi \geq 99.99\%$ ）。
- 5.9 氮气：（ $\varphi \geq 99.99\%$ ）。

6 仪器设备

- 6.1 辉光放电质谱仪：中分辨率模式下分辨率可达 $3000 \sim 4000$ ，高分辨率模式下分辨率可达 $9000 \sim 10000$ 。
- 6.2 制样设备：将样品加工成满足仪器测试要求的试样所需要的设备，包括切割机、压片机、磨抛机、超声清洗机等。

7 样品

- 7.1 将样品制备成为所需要的几何形状（块状或棒状），待分析面应平坦光滑。能放入辉光放电离子

源内，并且能稳定地进行辉光放电。

7.2 需要时，在装样之前，试样的表面应通过腐蚀清洗：用乙醇(5.2)清洗样品表面上的油污后用水(5.1)清洗，用盐酸(5.3)腐蚀 5min~8min，再用水(5.1)反复冲洗，用氮气(5.9)吹干。

8 试验步骤

8.1 校准仪器

8.1.1 质量校正：必要时使用质量校正标准样品(5.4)对辉光放电质谱仪进行精确质量校正，确定质量峰的位置。

8.1.2 检测器校正：必要时用检测器校正标准样品(5.5)测定不同检测器间的相对效率，确保仪器检测系统性能正常。

8.1.3 调节辉光放电质谱仪参数，获得分析所需的质量分辨率和合适的质谱峰形状，中分辨率下 1920s 的每秒钟计数 $\geq 5 \times 10^9$ 。

8.2 空白试验

在与试样相同的条件下测量仪器背景监控样品(5.6)，观察被测元素的仪器背景情况。

8.3 相对灵敏度因子的确定

无标准样品时，直接调用仪器软件中的“典型相对灵敏度因子”。有标准样品时，在与试样相同的测定条件下对铁标准样品(5.7)进行试验，当连续 4 次的测定数据满足表 1 要求时，取其平均值，确定各被测元素的相对灵敏度因子。具备系列标准样品时，可按 8.5 进行。

表 1 相对灵敏度因子测定所需的相对标准偏差 (RSD)

| 测定范围 mg/kg | 相对标准偏差 % |
|---------------|-------------|
| 0.5~5 | 20 |
| >5~50 | 10 |

8.4 测定

8.4.1 试样预溅射

在正式采集数据前，选择适当电流进行 5 min~10 min 预溅射，清除样品表面残存的污染。

8.4.2 同位素与分辨率的选择

调节辉光放电质谱仪(6.1)参数直到分析时所需的质量分辨率，合适的基体信号强度和基体质量扫描峰形状。测定元素、同位素质量数和分辨率见表 2。

表 2 测定元素、同位素质量数及质量分辨率

| 元素 | 同位素质量数 | 分辨率 | 元素 | 同位素质量数 | 分辨率 | 元素 | 同位素质量数 | 分辨率 |
|----|--------|-----|----|--------|-----|---------|--------|---------|
| Li | 7 | 中分辨 | As | 75 | 高分辨 | Eu | 151 | 中分辨 |
| Be | 9 | 中分辨 | Br | 79 | 高分辨 | Sm | 152 | 中分辨 |
| B | 11 | 中分辨 | Se | 82 | 高分辨 | Gd | 157 | 中分辨 |
| F | 19 | 中分辨 | Rb | 85 | 中分辨 | Tb | 159 | 中分辨 |
| Na | 23 | 中分辨 | Sr | 88 | 中分辨 | Dy | 163 | 中分辨 |
| Mg | 24 | 中分辨 | Y | 89 | 中分辨 | Ho | 165 | 中分辨 |
| Al | 27 | 中分辨 | Zr | 90 | 中分辨 | Er | 166 | 中分辨 |
| Si | 28 | 中分辨 | Nb | 93 | 中分辨 | Tm | 169 | 中分辨 |
| P | 31 | 中分辨 | Mo | 95 | 中分辨 | Yb | 174 | 中分辨 |
| S | 32 | 中分辨 | Ru | 101 | 中分辨 | Lu | 175 | 中分辨 |
| Cl | 35 | 中分辨 | Rh | 103 | 中分辨 | Hf | 178 | 中分辨 |
| K | 39 | 高分辨 | Pd | 105 | 中分辨 | Ta | 181 | 中分辨 |
| Ca | 44 | 中分辨 | Ag | 107 | 中分辨 | W | 182 | 中分辨 |
| Sc | 45 | 中分辨 | Cd | 111 | 中分辨 | Re | 185 | 高分辨 |
| Ti | 48 | 中分辨 | In | 115 | 中分辨 | Os (基体) | 192 | 高/中/低分辨 |
| V | 51 | 中分辨 | Sn | 118 | 中分辨 | Ir | 193 | 高分辨 |
| Cr | 52 | 中分辨 | Sb | 121 | 中分辨 | Pt | 195 | 中分辨 |
| Mn | 55 | 中分辨 | I | 127 | 中分辨 | Au | 197 | 高分辨 |
| Fe | 56 | 中分辨 | Te | 128 | 中分辨 | Hg | 199 | 高分辨 |
| Co | 59 | 中分辨 | Cs | 133 | 中分辨 | Tl | 203 | 高分辨 |
| Ni | 60 | 中分辨 | Ba | 138 | 中分辨 | Pb | 208 | 高分辨 |
| Cu | 63 | 中分辨 | La | 139 | 中分辨 | Bi | 209 | 高分辨 |
| Zn | 66 | 中分辨 | Ce | 140 | 中分辨 | Th | 232 | 中分辨 |
| Ga | 69 | 中分辨 | Pr | 141 | 中分辨 | U | 238 | 中分辨 |
| Ge | 72 | 高分辨 | Nd | 146 | 中分辨 | | | |

8.4.3 样品测量

将辉光放电离子源溅射条件调节到分析所需条件，测定所有选定同位素的谱峰强度。测定次数不少于 3 次，当连续 3 次的测定数据满足表 3 要求时，3 次数据的平均值作为测量结果。被测元素的含量以质量分数计量，计算机直接给出计算结果。

8.5 工作曲线的绘制

当具备钨的系列标准样品时，在与样品相同的测量条件下测定系列标准样品，得到待测元素与基体钨元素的离子束比（IBR），绘制待测元素质量分数 w 与 IBR 之间的工作曲线。根据工作曲线，计算样品中待测元素的含量。系列标准样品的个数一般要求 $n \geq 3$ 。

9 允许差

分析结果的相对标准偏差不超过表 3 所列的允许相对标准偏差。

表 3 相对允许标准偏差

| 元素含量范围 mg/kg | 重复性条件下的相对允许标准偏差 % | 再现性条件下的相对允许标准偏差 % |
|-----------------|----------------------|----------------------|
| 0.01~0.10 | 150 | 200 |
| ≥0.10~1.0 | 100 | 150 |
| ≥1.0~5.0 | 75 | 100 |
| ≥5.0~50.0 | 50 | 75 |

10 试验报告

试验报告至少应包括：

- a) 试验对象；
 - b) 本文件编号；
 - c) 试验结果；
 - d) 观察到的异常现象；
 - e) 试验日期；
 - f) 实验人员。
-