



中华人民共和国国家标准

GB/T ×××××—20××

铌钪合金化学分析方法 痕量杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of niobium hafnium alloys
—Determination of trace impurity element contents—
Inductively coupled plasma mass spectrometry

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 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。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本标准起草单位：西安汉唐分析检测有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、有色金属经济研究院、国标（北京）检验认证有限公司、宝钛集团有限公司、钢研纳克检测技术股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、承德天大钒业有限责任公司、甘肃精普检测科技有限公司、西安诺博尔稀贵金属材料股份有限公司。

本标准主要起草人：

铌钎合金化学分析方法

痕量杂质元素的测定

电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本文件规定了铌钎合金中锂、铍、硼、镁、铝、钒、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、锶、钼、铬、镉、锡、锑、铅、铋、铀含量的测定方法。

本文件适用于铌钎合金中锂、铍、硼、镁、铝、钒、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、锶、钼、铬、镉、锡、锑、铅、铋、铀含量的测定。其中铁的测定范围为 0.0010%~0.010%；其他元素的测定范围为 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
- GB/T 37837 四极杆电感耦合等离子体质谱方法通则

3 术语和定义

GB/T 17433 和 GB/T 37837 确立的术语和定义适用于本部分。

4 原理

试料用氢氟酸和硝酸溶解，采用电感耦合等离子体质谱法，测定锂、铍、硼、镁、铝、钒、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、锶、钼、铬、镉、锡、锑、铅、铋、铀的发射光谱强度，用工作曲线法计算各杂质元素的质量分数。

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和符合 GB/T 6682 要求的实验室一级水。

- 5.1 氢氟酸 ($\rho=1.13 \text{ g/mL}$)。
- 5.2 硝酸 ($\rho=1.42 \text{ g/mL}$)。
- 5.3 锂、铍、硼、镁、铝、钒、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、锶、钼、铬、镉、锡、锑、铅、铋、铀和钎标准贮存溶液：国家标准样品/标准物质，质量浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.4 标准溶液 A: 分别移取 1.00 mL 锂、铍、硼、镁、铝、钒、锰、钴、镍、铜、锌、镓、砷、锶、钼、铬、镉、锡、铈、钇、铈、铀标准贮存溶液 (5.3) 于 100 mL 聚乙烯容量瓶中, 加入 2 mL 硝酸 (5.2) 和 1 mL 氢氟酸 (5.1), 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 锂、铍、硼、镁、铝、钒、锰、钴、镍、铜、锌、镓、砷、锶、钼、铬、镉、锡、铈、钇、铈、铀。

5.5 标准溶液 B: 移取 1.00 mL 铁标准贮存溶液 (5.3) 于 100 mL 聚乙烯容量瓶中, 补加 2 mL 硝酸 (5.2) 和 1 mL 氢氟酸 (5.1), 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 铁。

5.6 钪内标溶液: 移取 1.00 mL 钪元素标准贮存液 (5.3) 于 100 mL 聚乙烯容量瓶内, 补加 2 mL 硝酸 (5.2), 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 钪。

5.7 高纯氩气 (>99.99%)。

6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体质谱仪: 质量分辨率优于 (0.8 ± 0.1) amu; 配备耐氢氟酸进样系统; 配备能够消除干扰离子如 $^{38}\text{Ar}^1\text{H}^+$ 、 $^{40}\text{Ar}^+$ 和 $^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$ 等的部件。

6.2 待测元素推荐的同位素质量数见表 1。

表 1 同位素质量数

元素	同位素质量数 amu	元素	同位素质量数 amu	元素	同位素质量数 amu
Li	7	Fe ^a	56	Mo	95
Be	9	Co	59	Cd	114
B	11	Ni	60	Sn	118
Mg	26	Cu	63	Sb	121
Al	27	Zn	66	Pb	208
V	51	Ga	71	Bi	209
Cr	52	As	75	U	238
Mn	55	Sr	87	Sc	45

注: 铁元素采用碰撞模式消除干扰。

7 样品

将样品加工成长度不大于 5 mm 的碎屑。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.10 g 样品 (7), 精确至 0.0001 g。

8.2 测定次数

平行测定两份试料, 结果取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 试料溶液的制备

将试料（8.1）置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加少量水润湿。加 2 mL 氢氟酸（5.1）、1 mL 硝酸（5.2），盖上杯盖，低温加热，待试料溶解完全后，取下，冷却至室温。移入 100 mL 聚乙烯容量瓶中，加入 2.00 mL 钪内标溶液（5.6），用水稀释至刻度，混匀。

8.5 工作曲线溶液的制备

8.5.1 工作曲线 A 的制备：分别移取 0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 标准溶液 A（5.4），置于一组 100 mL 聚乙烯容量瓶中，加入 2 mL 氢氟酸（5.1）、1 mL 硝酸（5.2）及 2.00 mL 钪内标溶液（5.6），用水稀释至刻度，混匀。此系列溶液中含锂、铍、硼、镁、铝、钒、锰、钴、镍、铜、锌、镓、砷、锶、钼、铬、镉、锡、锑、铅、铋、铀各为 0 ng/mL、1.0 ng/mL、5.0 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL，内标钪为 20 ng/mL。

8.5.2 工作曲线 B 的制备：分别移取 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 标准溶液 B（5.5），置于一组 100 mL 聚乙烯容量瓶中，加入 2 mL 氢氟酸（5.1）、1 mL 硝酸（5.2）及 2.00 mL 钪内标溶液（5.6），用水稀释至刻度，混匀。此系列溶液中含铁各为 0 ng/mL、10 ng/mL、30 ng/mL、50 ng/mL、80 ng/mL、100 ng/mL，内标钪为 20 ng/mL。

8.6 测定

8.6.1 启动电感耦合等离子体质谱仪，调整仪器各项参数，待仪器稳定后，将工作曲线溶液（8.5）引入电感耦合等离子体质谱仪，在表 1 推荐的同位素质量数处，测定待测元素的响应强度，以待测元素的质量浓度为横坐标，响应强度为纵坐标，绘制工作曲线，工作曲线的线性相关系数应不小于 0.999。

8.6.2 将空白试验溶液（8.3）和试料溶液（8.4）引入电感耦合等离子体质谱仪中，测定各元素的响应强度，从工作曲线计算出各元素的质量浓度。

9 试验数据处理

待测元素的含量以质量分数 w_x 计，按公式（1）计算：

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

式中：

w_x ——试料中待测元素的质量分数；

ρ_x ——试料溶液中待测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

ρ_0 ——空白试验溶液中待测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

V ——试液体积，单位为毫升（mL）；

m ——试料质量，单位为克（g）。

计算结果保留至小数点后第四位，按 GB/T 8170 的规定修约。

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，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) 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。从实验室间试验结果得到的统计数据见附录 A。

表 2 重复性限

$w_x/\%$				
$r/\%$				

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，在表 3 给出的平均值范围内，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) 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。从实验室间试验结果得到的统计数据见附录 A。

表 3 再现性限

$w_x/\%$				
$R/\%$				

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；
- 本文件编号；
- 结果；
- 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)

从实验室间试验结果得到的统计数据

各实验室对 4 个不同水平铌钎合金进行共同试验，每个实验室对每个水平在重复性条件下独立测定 9 次。数据统计结果见表 A.1~A.4。

表 A.1 铌钎合金水平 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 $R/\%$
Li							
Be							
B							
Mg							
Al							
V							
Mn							
Fe							
Co							
Ni							
Cu							
Zn							
Ga							
As							
Sr							
Mo							
Cr							
Cd							
Sn							
Sb							
Pb							
Bi							
U							

表 A.2 铌钎合金水平 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 $R/\%$
Li							

表 A.2 铌钎合金水平 2 统计结果表 (续)

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 $R/\%$
Be							
B							
Mg							
Al							
V							
Mn							
Fe							
Co							
Ni							
Cu							
Zn							
Ga							
As							
Sr							
Mo							
Cr							
Cd							
Sn							
Sb							
Pb							
Bi							
U							

表 A.3 铌钎合金水平 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 $R/\%$
Li							
Be							
B							
Mg							
Al							
V							
Mn							
Fe							
Co							
Ni							
Cu							

表 A.3 铌钎合金水平 3 统计结果表 (续)

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 /%
Zn							
Ga							
As							
Sr							
Mo							
Cr							
Cd							
Sn							
Sb							
Pb							
Bi							
U							

表 A.4 铌钎合金水平 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 /%
Li							
Be							
B							
Mg							
Al							
V							
Mn							
Fe							
Co							
Ni							
Cu							
Zn							
Ga							
As							
Sr							
Mo							
Cr							
Cd							
Sn							
Sb							
Pb							

表 A.4 铋铅合金水平 4 统计结果表 (续)

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 <i>Sr</i> /%	重复性限 <i>r</i> /%	再现性标准差 <i>S_R</i> /%	再现性限 <i>R</i> /%
Bi							
U							

