

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 897—2013

高纯铌化学分析方法 痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法

Methods for chemical analysis of high purity niobium—
Determination of trace impurity element content—
Glow discharge mass spectrometry

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准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:北京有色金属研究总院、金川集团股份有限公司、东方电气集团峨嵋半导体材料有限公司。

本标准主要起草人:李艳芬、李宝城、刘英、孙泽明、童坚、李继东、臧慕文、李娜、程紫辉、张江峰、邱平、秦芳林、文英、王攀峰。

高纯铌化学分析方法

痕量杂质元素的测定

辉光放电质谱法

1 范围

本标准规定了高纯铌中痕量杂质元素的测定方法,测定元素见表 1。

本标准适用于高纯铌中痕量杂质元素的测定。除钽、钼、钨外各元素测定范围为 $1.0 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 5\,000 \mu\text{g}/\text{kg}$,钽的测定范围为 $1.0 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 300\,000 \mu\text{g}/\text{kg}$,钼和钨的测定范围为 $1.0 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 100\,000 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2 方法原理

试料作为阴极进行辉光放电,其表面原子被溅射而脱离试料进入辉光放电等离子体中,离子化后再被导入质谱仪中进行测定。在每一元素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。在缺少标准样品时,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,则需要通过在与被测样品相同的分析条件、离子源结构以及测试条件下对标准样品进行独立测定获得相对灵敏度因子,应用该相对灵敏度因子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:

$$w(X) = \frac{\text{RSF}(X/\text{Nb}) \cdot I_X \cdot A_{\text{Nb}}}{I_{\text{Nb}} \cdot A_X} \cdot w(\text{Nb}) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $w(X)$ ——待测元素质量分数,单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);
- $\text{RSF}(X/\text{Nb})$ ——在特定辉光放电条件下测定 Nb 中 X 元素的校正系数;
- I_X ——待测元素 X 的同位素谱峰强度,cps;
- A_{Nb} ——Nb 元素的同位素丰度;
- I_{Nb} ——Nb 元素的同位素谱峰强度,cps;
- A_X ——待测元素 X 的同位素丰度;
- $w(\text{Nb})$ ——Nb 的质量分数定义为 $1.00 \times 10^9 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

3 试剂与材料

除非另有说明,分析中所用的试剂均为优级纯;所用的水为一级水。

- 3.1 无水乙醇。
- 3.2 氩气($\varphi \geq 99.999\%$)。
- 3.3 氢氟酸(1+9)。
- 3.4 铌标准样品,被测元素质量分数在 $50 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 500 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。
- 3.5 铌空白样品,要求被测元素质量分数低于被测试样的 10 倍以上。

4 仪器

- 4.1 高质量分辨率辉光放电质谱仪,中分辨率模式下分辨率可达 $3\,000 \sim 4\,000$,高分辨率模式下分辨