

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 568.12—202X

氧化锆、氧化铪化学分析方法
第12部分：氧化锆中硼、钠、镁、铝、硅、
钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、
锌、钼、钨、钨、铋含量的测定
电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of zirconium oxide and hafnium oxide —
Part 12: Determination of B, Na, Mg, Al, Si, Ca, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni,
Cu, Zn, Mo, Cd, Hf, Pb and Bi contents in zirconium oxide —
Inductively coupled plasma mass spectrometry

(报批稿)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

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。

本文件是 YS/T 568《氧化锆、氧化钪化学分析方法》的第12部分。YS/T 568已经发布了以下部分：

- 第1部分：氧化锆和氧化钪含量的测定 苦杏仁酸重量法；
- 第2部分：铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法；
- 第3部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第4部分：铝量的测定 铬天青 S-氯化十四烷基吡啶分光光度法；
- 第5部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第6部分：钛量的测定 二安替吡啶甲烷分光光度法；
- 第7部分：磷量的测定 钼盐-抗坏血酸-磷钼蓝分光光度法；
- 第8部分：氧化锆中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、钪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第9部分：氧化钪中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、锆量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第10部分：锰量的测定 高碘酸钾分光光度法；
- 第11部分：镍量的测定 α -联吡啶甲酰二肟分光光度法；

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：国合通用测试评价认证股份公司、国标（北京）检验认证有限公司、国核锆钪理化检测有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、有研亿金新材料有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、有研资源环境技术研究院（北京）有限公司。

本文件主要起草人：墨淑敏、李爱娣、祝利红、潘元海、汪澜、任洁、王长华、顾续盛、刘朝方、李娜、王津、陈雄飞、邱长丹、石志霞、张鑫、郑佳乐。

引 言

氧化锆、氧化钪具有化学性质稳定、耐高温、抗腐蚀等优良特征，被广泛的应用于国防建设和国民经济建设中，在陶瓷、耐火材料、核工业等领域发挥重要作用。YS/T 568《氧化锆、氧化钪化学分析方法》系列标准旨在通过规定适用范围，规范试剂、材料及仪器设备并列详细试验步骤等建立一套完整且切实可行的氧化锆及氧化钪的化学分析方法，拟由13个部分构成。

- 第1部分：氧化锆和氧化钪含量的测定 苦杏仁酸重量法；
- 第2部分：铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法；
- 第3部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第4部分：铝量的测定 铬天青S-氯化十四烷基吡啶分光光度法；
- 第5部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第6部分：钛量的测定 二安替吡啶甲烷分光光度法；
- 第7部分：磷量的测定 钼盐-抗坏血酸-磷钼蓝分光光度法；
- 第8部分：氧化锆中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、钪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第9部分：氧化钪中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、钪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第10部分：锰量的测定 高碘酸钾分光光度法；
- 第11部分：镍量的测定 α -联吡啶甲酰二肼分光光度法；
- 第12部分：氧化锆中硼、钠、镁、铝、硅、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、钨、镉、钨、铋含量的测定 电感耦合等离子体质谱法。
- 第13部分：氧化钪中硼、钠、镁、铝、硅、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、钨、铋、钨、铋、钨、铋含量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

电感耦合等离子体质谱仪具有多元素同时测定、检出限低等优点，已广泛应用于有色金属及其化合物中痕量杂质元素的测定。本文件完善了YS/T 568《氧化锆、氧化钪化学分析方法》标准体系，有助于氧化锆产品质量的提升，对促进氧化锆产品的生产与贸易具有重要意义。

氧化锆、氧化钪化学分析方法

第12部分：氧化锆中硼、钠、镁、铝、硅、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、钼、镉、铟、铋含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本文件规定了氧化锆中硼、钠、镁、铝、硅、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、钼、镉、铟、铋含量的测定方法。

本文件适用于氧化锆中硼、钠、镁、铝、硅、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、钼、镉、铟、铋含量的测定。硼、钠、硅、钙、镉测定范围 0.0010%~0.010%，其余元素测定范围 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 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料用硝酸、氢氟酸分解，电感耦合等离子体质谱仪直接测定，按工作曲线法计算各元素的含量。以内标法校正仪器漂移和基体效应对测定的影响。

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。所用超纯水25℃时电阻率在18 MΩ·cm以上。

5.1 硝酸（ $\rho=1.42$ g/mL），MOS级。

5.2 氢氟酸（ $\rho=1.13$ g/mL），MOS级。

5.3 标准贮存溶液：硼、钠、镁、铝、硅、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、钼、镉、铟、铋采用有效期内证书的单元素标准贮存溶液，质量浓度为1000 μ g/mL。

5.4 混合标准溶液 A：分别移取1.00 mL硼、钠、镁、铝、钙、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、钼、镉、铟、铋标准贮存溶液（5.3）于1000 mL容量瓶中，加入50 mL硝酸（5.1），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL分别含1 μ g 硼、钠、镁、铝、钙、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、钼、镉、铟、铋。

5.5 混合标准溶液 B：分别移取1.00 mL硅、钛、钼、铅标准贮存溶液（5.3）于1000 mL容量瓶中，加入50 mL硝酸（5.1）和20 mL氢氟酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL分别含1 μg 硅、钛、钼、铅。

5.6 铯内标溶液：移取1.00 mL铯标准贮存溶液（5.3）于1000 mL容量瓶中，加入50 mL硝酸（5.1），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 μg 铯。

6 仪器设备

6.1 微波消解仪。

6.2 电感耦合等离子体质谱仪。配备耐氢氟酸进样系统及碰撞反应池系统。在仪器最佳工作条件下，凡达到下列指标者均可使用：

——质量分辨率不大于0.8 u；

——精密度：10 ng/mL的铯标准溶液连续测量10次，信号强度的相对标准偏差不超过5%。

7 样品

样品为粉末状，阴凉、干燥处储存。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.10 g 样品，精确至 0.0001g。

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 分析试液的制备

将试料（8.1）置于微波消解罐中，加入 2 mL 硝酸（5.1）和 2 mL 氢氟酸（5.2），微波辅助消解直至样品溶解完全，取下冷却。移入 100 mL 塑料容量瓶中，加入 1 mL 铯内标溶液（5.6），用水稀释至刻度，混匀。

注：铯内标溶液（5.6）也可采用在线方式加入。

8.5 系列标准溶液的制备

通过稀释混合标准溶液 A（5.4）和混合标准溶液 B（5.5）配制待测元素系列标准溶液，浓度范围为 1 ng/mL~100 ng/mL。系列标准溶液至少包括 5 个标准点。溶液中的酸性成分及铯内标溶液（5.6）的加入方式应与分析试液（8.4）保持一致。系列标准溶液应每天配制。

8.6 测定

8.6.1 校准仪器，并建立数据采集方案。该方案包括但不限于：选择测定模式、输入干扰方程、选择待测元素同位素（推荐质量数见表1）、设定积分时间等。

表1 各元素推荐质量数

元素	同位素质量数	元素	同位素质量数
B	11	Fe	56
Na	23	Co	59
Mg	24	Ni	60
Al	27	Cu	63
Si	28	Zn	64 / 66
Ca	40 / 44	Mo	98
Ti	49	Cd	113 / 114
V	51	Hf	178
Cr	52	Pb	208
Mn	55	Bi	209

注： ^{114}Cd 信号强度用干扰方程进行校正： $[^{114}\text{Cd}] = [^{114}\text{I}] - 0.085937 \times [^{117}\text{I}]$ 。

8.6.2 由低浓度到高浓度依次测定系列标准溶液（8.5）。以待测元素的质量浓度为横坐标，待测元素与内标元素信号强度的比值为纵坐标，绘制标准工作曲线。各元素工作曲线线性相关系数应 ≥ 0.995 。

8.6.3 依次测定空白溶液（8.3）及分析试液（8.4），软件自动进行数据处理，计算并输出空白溶液及样品溶液中各杂质元素的质量浓度。

9 试验数据处理

各元素含量以质量分数 w_x 计，按式（1）计算：

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

式中：

ρ_x ——分析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 ——溶液的总体积，单位为毫升（mL）；

m ——试料的质量，单位为克（g）。

当质量分数 $< 0.0010\%$ 时，计算结果保留1位有效数字；当质量分数 $\geq 0.0010\%$ 时，保留两位有效数字。数值修约按照 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。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

$w_i/\%$	0.0001	0.0010	0.0025	0.0050	0.0080
$r/\%$	0.0001	0.0002	0.0003	0.0004	0.0006

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。

表3 再现性限

$w_i/\%$	0.0001	0.0010	0.0025	0.0050	0.0080
$R/\%$	0.0002	0.0003	0.0004	0.0007	0.0009

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；
- 所使用的方法（如果标准中包括几个方法）；
- 结果；
- 观测到的异常现象；
- 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

精密度数据是在2020年由6家试验室对4个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的杂质元素含量在重复性条件下独立测定7次。共同试验数据按GB/T 6379.2进行统计分析。数据统计结果见表A.1~A.4。

表 A.1 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 %	再现性标准差 S_R %	重复性限 r %	再现性限 R %
B	6	42	0.00066	0.00005	0.00007	0.00014	0.00018
Na	6	42	0.00058	0.00005	0.00010	0.00015	0.00028
Mg	5	35	0.00015	0.00001	0.00002	0.00003	0.00005
Ca	6	42	0.00109	0.00007	0.00010	0.00019	0.00027
Ti	5	35	0.00024	0.00003	0.00005	0.00008	0.00015
V	6	42	0.00010	0.00001	0.00001	0.00002	0.00003
Fe	6	42	0.00039	0.00003	0.00008	0.00008	0.00023
Cu	6	42	0.00019	0.00002	0.00004	0.00006	0.00012
Mo	6	42	0.00012	0.00001	0.00001	0.00002	0.00003
Hf	6	42	0.00033	0.00002	0.00004	0.00006	0.00010

表 A.2 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 %	再现性标准差 S_R %	重复性限 r %	再现性限 R %
B	6	42	0.00151	0.00006	0.00007	0.00018	0.00021
Na	6	42	0.00215	0.00007	0.00009	0.00020	0.00026
Mg	6	42	0.00160	0.00004	0.00006	0.00011	0.00017
Al	6	42	0.00155	0.00005	0.00005	0.00013	0.00015
Si	5	35	0.00234	0.00009	0.00010	0.00024	0.00028
Ca	5	35	0.00256	0.00011	0.00013	0.00030	0.00037
Ti	5	35	0.00187	0.00007	0.00017	0.00016	0.00020
V	6	42	0.00149	0.00005	0.00006	0.00014	0.00016
Cr	6	42	0.00151	0.00006	0.00008	0.00017	0.00022
Mn	6	42	0.00152	0.00006	0.00006	0.00016	0.00017
Fe	6	42	0.00199	0.00006	0.00008	0.00018	0.00023
Co	6	42	0.00152	0.00008	0.00010	0.00024	0.00028
Ni	6	42	0.00150	0.00006	0.00006	0.00017	0.00017
Cu	6	42	0.00160	0.00005	0.00008	0.00013	0.00022
Zn	6	42	0.00153	0.00005	0.00006	0.00015	0.00017
Mo	6	42	0.00151	0.00005	0.00006	0.00014	0.00016
Cd	6	42	0.00155	0.00006	0.00011	0.00017	0.00032
Hf	6	42	0.00202	0.00008	0.00012	0.00022	0.00034
Pb	6	42	0.00152	0.00005	0.00008	0.00013	0.00022
Bi	6	42	0.00150	0.00005	0.00006	0.00016	0.00018

表 A.3 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 %	再现性标准差 S_R %	重复性限 r %	再现性限 R %
B	6	42	0.00405	0.00010	0.00020	0.00029	0.00058
Na	5	35	0.00449	0.00011	0.00020	0.00031	0.00057
Mg	6	42	0.00410	0.00011	0.00020	0.00030	0.00056
Al	5	35	0.00391	0.00008	0.00010	0.00023	0.00029
Si	5	35	0.00472	0.00011	0.00016	0.00030	0.00045
Ca	5	35	0.00500	0.00013	0.00022	0.00037	0.00062
Ti	5	35	0.00420	0.00008	0.00009	0.00023	0.00027
V	6	42	0.00386	0.00008	0.00013	0.00022	0.00037
Cr	6	42	0.00399	0.00009	0.00012	0.00025	0.00034
Mn	5	35	0.00397	0.00010	0.00011	0.00029	0.00031
Fe	5	35	0.00424	0.00009	0.00019	0.00025	0.00055
Co	6	42	0.00394	0.00008	0.00014	0.00023	0.00040
Ni	6	42	0.00399	0.00009	0.00012	0.00027	0.00034
Cu	6	42	0.00396	0.00009	0.00020	0.00027	0.00056
Zn	6	42	0.00387	0.00011	0.00015	0.00032	0.00041
Mo	6	42	0.00394	0.00009	0.00010	0.00025	0.00029
Cd	6	42	0.00402	0.00009	0.00011	0.00024	0.00031
Pb	6	42	0.00388	0.00007	0.00014	0.00021	0.00039
Bi	6	42	0.00406	0.00008	0.00017	0.00023	0.00049

表 A.4 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 %	再现性标准差 S_R %	重复性限 r %	再现性限 R %
B	6	42	0.00795	0.00012	0.00032	0.00033	0.00091
Na	6	42	0.00870	0.00008	0.00012	0.00022	0.00033
Mg	6	42	0.00828	0.00008	0.00016	0.00022	0.00046
Al	5	35	0.00808	0.00012	0.00015	0.00034	0.00041
Si	6	42	0.00866	0.00018	0.00020	0.00050	0.00056
Ca	6	42	0.00911	0.00015	0.00018	0.00042	0.00051
Ti	5	35	0.00828	0.00014	0.00017	0.00038	0.00047
V	6	42	0.00797	0.00009	0.00017	0.00025	0.00048
Cr	6	42	0.00804	0.00010	0.00011	0.00027	0.00032
Mn	5	35	0.00802	0.00010	0.00015	0.00028	0.00042
Fe	5	35	0.00830	0.00011	0.00016	0.00031	0.00046
Co	6	42	0.00791	0.00012	0.00016	0.00035	0.00045
Ni	6	42	0.00792	0.00016	0.00027	0.00046	0.00078
Cu	5	35	0.00800	0.00009	0.00015	0.00025	0.00043
Zn	6	42	0.00790	0.00011	0.00021	0.00030	0.00060
Mo	6	42	0.00802	0.00018	0.00025	0.00052	0.00070
Cd	6	42	0.00804	0.00010	0.00018	0.00027	0.00052

表 A.4 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 S_r %	再现性标准差 S_R %	重复性限 r %	再现性限 R %
Hf	5	35	0.00703	0.00013	0.00021	0.00036	0.00058
Pb	6	42	0.00798	0.00010	0.00015	0.00028	0.00042
Bi	6	42	0.00810	0.00011	0.00017	0.00031	0.00047