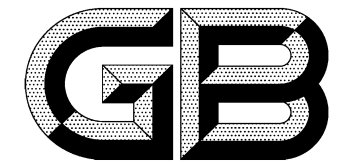


ICS 77.120
H 66



中华人民共和国国家标准

GB/T 23362.4—2009

GB/T 23362.4—2009

高纯氢氧化铟化学分析方法 第4部分：铝、铁、铜、锌、镉、铅和 铊量的测定 电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of high purity indium hydroxide—
Part 4: Determination of aluminum, iron, copper, zinc,
cadmium, lead and thallium content—
Inductively coupled plasma mass spectrometry

中华人民共和国
国家标准
高纯氢氧化铟化学分析方法
第4部分：铝、铁、铜、锌、镉、铅和
铊量的测定 电感耦合等离子体质谱法
GB/T 23362.4—2009

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn
电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2009年5月第一版 2009年5月第一次印刷

*
书号：155066·1-37091 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533



GB/T 23362.4—2009

2009-03-19 发布

2010-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 23362《高纯氢氧化铟化学分析方法》分为6个部分：

- 第1部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；
- 第2部分：锡量的测定 苯基荧光酮分光光度法；
- 第3部分：铈量的测定 原子荧光光谱法；
- 第4部分：铝、铁、铜、锌、镉、铅和铊量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第5部分：氯量的测定 硫氰酸汞分光光度法；
- 第6部分：灼减量的测定 称量法。

本部分为第4部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由广西冶金产品质量监督检验站、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由广西铟业协会、广西华锡集团有限责任公司、桂林矿产地质研究院参加起草。

本部分主要起草人：黄肇敏、何焕全、韦莉、覃祚明、黄旭升、杨仲平、伍祥武、施意华。

7 分析结果的计算

待测元素的含量以其质量分数 w_M 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_M = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ ——待测元素的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

V ——试液的体积,单位为毫升(mL)。

8 精密度

8.1 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,在以下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4数据采用线性内插法求得。

表4 重复性限

| 元 素 | 质量分数/% | 重复性限(r)/% |
|-----|----------|---------------|
| Al | 0.000 12 | 0.000 03 |
| | 0.001 25 | 0.000 05 |
| | 0.002 75 | 0.000 09 |
| Fe | 0.000 16 | 0.000 02 |
| | 0.001 28 | 0.000 03 |
| | 0.002 84 | 0.000 06 |
| Cu | 0.000 03 | 0.000 01 |
| | 0.000 51 | 0.000 01 |
| | 0.001 36 | 0.000 04 |
| | 0.003 33 | 0.000 07 |
| Zn | 0.000 10 | 0.000 02 |
| | 0.000 81 | 0.000 03 |
| | 0.001 27 | 0.000 07 |
| Cd | 0.000 15 | 0.000 01 |
| | 0.000 25 | 0.000 01 |
| | 0.000 85 | 0.000 02 |
| Pb | 0.000 08 | 0.000 01 |
| | 0.000 82 | 0.000 05 |
| | 0.001 59 | 0.000 08 |
| | 0.003 46 | 0.000 07 |
| Tl | 0.000 29 | 0.000 01 |
| | 0.001 39 | 0.000 05 |

高纯氢氧化钢化学分析方法 第4部分:铝、铁、铜、锌、镉、铅和 铊量的测定 电感耦合等离子体质谱法

1 范围

GB/T 23362 的本部分规定了高纯氢氧化钢中铝、铁、铜、锌、镉、铅和铊量的测定方法。

本部分适用于高纯氢氧化钢中铝、铁、铜、锌、镉、铅和铊量的测定。测定范围(质量分数)为铝、铁、锌、铅 0.000 05%~0.004 0%,铜、镉、铊 0.000 02%~0.004 0%。

2 方法提要

试料经硝酸溶解后,铝、铁以铊为内标,在碰撞/反应池工作模式下测定其同位素的信号强度(离子计数);铜、锌、镉、铅、铊以铊为内标,在正常工作模式下采用耐高盐接口测定其同位素的信号强度(离子计数),计算各元素含量。

3 试剂

除非另有说明,仅使用确认为优级纯的试剂和二次蒸馏水或与其纯度相当的水;标准溶液、试剂溶液贮存于塑料瓶中。

- 3.1 硝酸(ρ 约 1.42 g/mL),经亚沸蒸馏提纯。
- 3.2 盐酸(ρ 约 1.19 g/mL),经亚沸蒸馏提纯。
- 3.3 铝标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铝(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 盐酸(1+1),盖上表面皿,微热使之完全溶解,用水洗涤表面皿及杯壁,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 20 mL 硝酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铝。
- 3.4 铁标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铁(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 盐酸(1+1)和 0.5 mL 过氧化氢,盖上表面皿,微热至完全溶解,用水洗涤表面皿及杯壁,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 50 mL 硝酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铁。
- 3.5 铜标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铜(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 硝酸(1+1),盖上表面皿,微热使之完全溶解,用水洗涤表面皿及杯壁,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 50 mL 硝酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铜。
- 3.6 锌标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属锌(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 硝酸(1+1),盖上表面皿,低温加热至完全溶解,用水洗涤表面皿及杯壁,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 100 mL 硝酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 锌。
- 3.7 镉标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属镉(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 硝酸(1+2),盖上表面皿,微热使之完全溶解,用水洗涤表面皿及杯壁,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 100 mL 硝酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 镉。
- 3.8 铅标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铅(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 硝酸(1+1),盖上表面皿,低温加热完全溶解,用水洗涤表面皿及杯壁,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 100 mL 硝酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铅。
- 3.9 铊标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铊(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,