

高纯锑化学分析方法 镁、锌、镍、铜、银、镉、铁、硫、砷、金、 锰、铅、铋、硅、硒含量的测定 高质量分辨率辉光放电质谱法

Method for chemical analysis of high purity antimony—Determination of
magnesium, zinc, nickel, copper, silver, cadmium, iron, sulfur, arsenic,
gold, manganese, lead, bismuth, silicon, selenium—High-mass
resolution glow discharge mass spectrometry

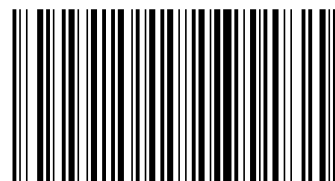
中华人民共和国有色金属
行业标准
高纯锑化学分析方法
镁、锌、镍、铜、银、镉、铁、硫、砷、金、
锰、铅、铋、硅、硒含量的测定
高质量分辨率辉光放电质谱法
YS/T 35—2012

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
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 14 千字
2013年4月第一版 2013年4月第一次印刷

*
书号: 155066·2-25020 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)68510107



YS/T 35-2012

2012-12-28 发布

2013-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

9.2 再现性

由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,对同一被测对象进行两次独立测试所获得的测试结果的极差不大于表 5 所列的允许差。

表 5 再现性条件下的允许差

分析含量范围/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	再现性条件下的允许差/($\mu\text{g}/\text{kg}$)
500~1 500	150
100~500	80
20~100	40
5~20	20
1~5	10

10 质量保证和控制

每周或每两周应用标准样品或控制样品对本分析方法标准的有效性进行校验。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校验。

前 言

本标准是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

本标准代替 YS/T 35.1~35.4—1992《高纯铽化学分析方法》。

本标准与 YS/T 35.1~35.4—1992 相比主要变化如下:

——对原标准进行了整合修订,合四为一,采用高质量分辨率辉光放电质谱仪测定高纯铽的化学成分。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准主要起草单位:峨嵋半导体材料厂。

本标准参与起草单位:北京有色金属研究总院、兰州金川新材料科技股份有限公司。

本标准主要起草人:程高明、李继东、孙平、秦芳林、杨卫东、丁国江、廖敏、丁翠、邱平。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——YS/T 35.1~35.4—1992。

所选择的同位素可显著降低干扰。

补充内容可以依照各方之间的协议进行测定和报告。

表 2 同位素选择

测定元素	选择同位素质量数	存在的干扰
银	107,109	
砷	75	ArArH ⁺ 干扰 ⁷⁵ As ⁺
铋	209	
铜	63	
铁	54,56,57	⁴⁰ Ar ¹⁶ O ⁺ 干扰 ⁵⁶ Fe ⁺
镁	24	
锰	55	
镍	58,60	
铅	208	
铈	121	
硅	28	
锌	64,66	
镉	114	
硫	32	¹⁶ O ¹⁶ O ⁺ 干扰 ³² S ⁺
金	197	¹⁸¹ Ta ¹⁶ O ⁺ 干扰 ¹⁹⁷ Au ⁺
硒	77,82	ArArH ⁺ 干扰 ⁷⁷ Se ⁺

本文质量干扰表的用途仅限于一些普通实例,应该仔细研究干扰,由于高纯铈的杂质含量或纯度各不相同,因而每个样品与其他样品的干扰也不相同。

7.6.1.3 为同位素测量所选定的仪器参数必须满足以下分析所需的要求:

- (a) 离子流积分时间达到所期望的精度和检测限值;
- (b) 为确定质量干扰,需要测量被测元素质量峰的质量范围。

7.6.1.4 将制备好的试样装入到高质量分辨率辉光放电质谱仪(HR-GDMS)离子源中,并在预分析溅射条件下开始辉光放电。

7.6.1.5 在预分析溅射之后,将辉光放电离子源溅射条件调节到分析所需要的条件。

7.6.1.6 采用建立的分析方法分析试样时,所得到的质量分数仅作为最终的检测限。

7.6.2 测量方案

7.6.2.1 根据 7.6.2.1 的结果制定一个测量方案(MDAP),包括只测定试样中存在的元素。

7.6.2.2 应根据测量方案(MDAP)至少对试样再测量两次,直到满足 7.6.2.3 的判据为止。

7.6.2.3 如果最后两个测量数据的质量分数差小于 5%,10%或 50%(见表 3),则应对测量数据进行确认,并计算最后两个测量数据的平均值。

高纯铈化学分析方法 镁、锌、镍、铜、银、镉、铁、硫、砷、金、 锰、铅、铋、硅、硒含量的测定 高质量分辨率辉光放电质谱法

1 范围

本方法规定了纯度 $w(\text{Sb}) \geq 99.999\%$ 高纯铈中镁、锌、镍、铜、银、镉、铁、硫、砷、金、锰、铅、铋、硅、硒含量的测定方法。

本方法适用于纯度 $w(\text{Sb}) \geq 99.999\%$ 高纯铈中镁、锌、镍、铜、银、镉、铁、硫、砷、金、锰、铅、铋、硅、硒含量的测定。各元素测定范围为 $1.0 \times 10^{-7}\% \sim 1.5 \times 10^{-4}\%$ ($w\%$)。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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。

ASTM E 135 金属、矿石及相关材料中涉及分析化学的相关术语

3 术语和定义

ASTM E 135 界定的以及下列术语适用于本文件。

3.1

高质量分辨率 high-mass resolution

大于 3 500 的质量分辨率。

4 方法提要

4.1 方法原理

将一个试样安装到等离子体放电室,并对样品进行溅射。从试样表面飞溅出来的原子被离子化,聚焦为离子束通过双聚焦扇形磁场质量分析仪。此时,质谱(离子流)按磁场或加速电压(或二者)进行扫描收集。

4.2 结果分析

4.2.1 质量 M_i 的同位素的离子流是测量的总离子流减去来自所有其他干扰源的贡献部分。一部分所测量离子流可能仅源自离子检测器(检测器噪声)。另一部分可能源自与所测杂质元素质量分辨不完全且质量接近但不等于 M_i 的干扰元素或分子的离子信号。在所有这些情况下,必须对干扰贡献部分进行评价,并应从所测量的信号中扣除。

4.2.2 如果在 M_i 处所测量的离子流中无法明确干扰部分,则所测量的离子流减去已识别来源的干扰部分,所得结果作为此杂质元素的检测上限。