

### 高纯铝化学分析方法 痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法

Chemical analysis of high purity aluminium—  
Determination of trace impurities—  
Glow discharge mass spectrometry

中华人民共和国有色金属  
行业标准  
高纯铝化学分析方法  
痕量杂质元素的测定  
辉光放电质谱法  
YS/T 871—2013

\*

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](http://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

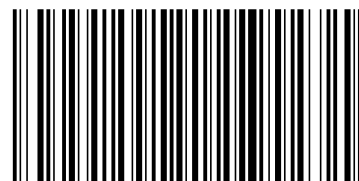
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字  
2013年7月第一版 2013年7月第一次印刷

\*

书号: 155066·2-25541 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 871—2013

2013-04-25 发布

2013-09-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 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、新疆众和股份有限公司、金川新材料科技股份有限公司、山东兖矿轻合金有限公司。

本标准主要起草人:李爱嫦、刘红、李继东、孙泽明、刘英、洪涛、肖丽梅、周维、宋玉萍、戴珍珍、秦芳林、邱平。

表 3 (续)

元素	测定元素含量 $\omega$ $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$	重复性限 $r$ $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$	元素	测定元素含量 $\omega$ $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$	重复性限 $r$ $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$
Cr	0.058	0.045	Zr	0.008	0.007
	0.093	0.045		0.017	0.010
Mn	0.035	0.010	Ag	—	—
	0.051	0.020	Cd	0.054	0.083
Fe	0.198	0.150		—	—
	0.789	0.323	In	—	—
Co	0.010	0.008	Sn	—	—
	0.061	0.035	Sb	—	—
Ni	0.060	0.093	Cs	—	—
	0.090	0.039	Ba	—	—
Cu	0.189	0.134	Ce	—	—
	0.259	0.173	W	—	—
Zn	0.145	0.100	Pt	—	—
	0.240	0.139	Au	—	—
Ga	0.030	0.032	Pb	0.336	0.230
	0.039	0.030		0.266	0.145
Ge	—	—	Bi	—	—
As	—	—	Th	—	—
Se	—	—	U	—	—
Sr	—	—			

注：重复性限( $r$ )为  $2.8S_r$ ,  $S_r$  为重复性标准差。

## 8.2 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,在以下给定的平均值范围内,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 4 数据采用线性内插法获得。

表 4 再现性限

元素	测定元素含量 $\omega$ $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$	再现性限 $R$ $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$	元素	测定元素含量 $\omega$ $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$	再现性限 $R$ $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$
Li	—	—	Na	0.114	0.125
Be	—	—		0.212	0.273
B	—	—	Mg	1.019	1.088
	0.009	0.010		0.600	0.632

## 高纯铝化学分析方法 痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法

## 1 范围

本标准规定了采用高质量分辨率辉光放电质谱法测定高纯铝中痕量元素的测试方法。

本标准适用于高纯铝中痕量元素含量的测定。各元素测定范围为  $5.0 \times 10^{-7} \% \sim 1.0 \times 10^{-3} \%$  ( $\omega\%$ )。

## 2 方法提要

将一个作为阴极的试样安装到等离子体放电室,利用惰性气体(氩气)在高压条件下电离产生的离子撞击样品表面使之发生溅射,从试样表面溅射出来的原子被离子化,通过双聚焦扇形磁场质量分析仪聚焦为离子束,进而被质谱分析器收集检测。在每一元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。依据式(1)由仪器软件计算出杂质元素的含量。

## 3 试剂与材料

- 乙醇( $\rho=0.789 \text{ g/mL}$ ),优级纯。
- 盐酸( $\rho=1.19 \text{ g/mL}$ ),优级纯。
- 盐酸(1+1)。
- 氮气 [ $\omega(\text{N}_2)$ ]  $\geq 99.99\%$ 。
- 氩气 [ $\omega(\text{Ar})$ ]  $\geq 99.99\%$ 。
- 去离子水:电阻率要求达到  $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。
- 高纯铝标准物质:条件允许的情况下,利用高纯铝标准物质生成待测元素的相对灵敏度因子  $RSF_x$ 。

## 4 仪器

- 高分辨率辉光放电质谱仪(GDMS):质量分辨率可达到 9 000。
- 机械加工设备,能够使样品和参比样品制成所需的几何形状并得到光滑的表面。

## 5 试样

- 试样具有均匀性和代表性。
- 试样不应采取母材的表面,将试样制备成为块状,要求至少有一个用于辉光放电的光滑平面;试样大小要求能放入辉光放电样品夹空腔内并且其光滑平面能覆盖住样品夹上的放电孔;试样的厚度要求将样品装入样品夹后不影响离子源室的闭合。