

9 试验报告

试验报告至少应包含以下内容：

- a) 试样；
- b) 本标准编号；
- c) 分析结果及其表示；
- d) 与基本分析步骤的差异；
- e) 测定中观察到的异常现象；
- f) 试验日期。

高纯铅化学分析方法
第4部分：痕量杂质元素含量的测定
辉光放电质谱法

Chemical analysis methods for high purity lead—
Part 4: Determination of trace impurity elements content—
Glow discharge mass spectrometry



YS/T 229.4-2013

版权专有 侵权必究

*

书号：155066·2-26706

定价：14.00 元

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

应让清洁表面在实验室环境中的暴露时间减少到最小。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

测定铅空白样品(3.4),观察被测元素的仪器背景情况。

6.4 相对灵敏度因子的测定

使用铅标准样品(3.3)得出各被测元素的相对灵敏度因子。

6.5 测定

6.5.1 在正式采集数据前以适当电流进行 10 min~20 min 的预溅射,然后将辉光放电离子源溅射条件调节到分析所需要的条件。

6.5.2 测量,同一溅射点连续采集的三个测量数据的精密度满足表 2 所列允许相对偏差的要求时,取其平均值作为测量结果。被测元素的含量以质量分数计,计算机直接给出计算结果。

7 分析结果的计算

被测元素含量以质量分数 $w(X)$ 计,按式(1)计算:

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

式中:

- $w(X)$ ——待测杂质元素质量分数,单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);
- $RSF(X/Pb)$ ——为在特定辉光放电条件下测定 Pb 中 X 元素的相对灵敏度因子;
- I_X 和 I_{Pb} ——分别为待测元素 X 和 Pb 元素的同位素谱峰强度,cps;
- A_X 和 A_{Pb} ——分别为待测元素 X 和 Pb 元素的同位素丰度;
- $w(Pb)$ ——Pb 的质量分数定义为 $1.00 \times 10^9 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

8 允许差

试验室之间分析结果的相对偏差应不大于表 2 所列允许相对偏差。

表 2 相对允许偏差

分析含量范围 $w/(\mu\text{g}/\text{kg})$	允许相对偏差 RSD/%
>1~5	200
$\geq 5 \sim 20$	150
$\geq 20 \sim 60$	100
$\geq 60 \sim 200$	70
$\geq 200 \sim 600$	50
$\geq 600 \sim 2\ 000$	40
$\geq 2\ 000 \sim 5\ 000$	20

中华人民共和国有色金属
 行业 标 准
 高纯铅化学分析方法
 第 4 部分:痕量杂质元素含量的测定
 辉光放电质谱法
 YS/T 229.4—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
 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 0.5 字数 10 千字
 2014 年 4 月第一版 2014 年 4 月第一次印刷
 *
 书号: 155066·2-26706 定价 14.00 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

表 1 测定同位素及分辨率

元素	同位素质量数	分辨率	元素	同位素质量数	分辨率	元素	同位素质量数	分辨率
Li	7	中分辨	As	75	高分辨	Sm	147	中分辨
Be	9	中分辨	Se	77	高分辨	Eu	153	中分辨
B	11	中分辨	Br	79	高分辨	Gd	157	中分辨
F	19	中分辨	Rb	85	中分辨	Tb	159	中分辨
Na	23	中分辨	Sr	88	中分辨	Dy	163	中分辨
Mg	24	中分辨	Y	89	中分辨	Ho	165	中分辨
Al	27	中分辨	Zr	90	中分辨	Er	166	中分辨
Si	28	中分辨	Nb	93	中分辨	Tm	169	中分辨
P	31	中分辨	Mo	95	中分辨	Yb	174	中分辨
S	32	中分辨	Ru	101	高分辨	Lu	175	中分辨
Cl	35	中分辨	Rh	103	高分辨	Hf	178	中分辨
K	39	高分辨	Pd	108	中分辨	Ta	181	中分辨
Ca	44	中分辨	Ag	109	中分辨	W	182	中分辨
Sc	45	中分辨	Cd	111	中分辨	Re	185	中分辨
Ti	48	中分辨	In	115	中分辨	Os	189	中分辨
V	51	中分辨	Sn	118	中分辨	Ir	193	中分辨
Cr	52	中分辨	Sb	121	中分辨	Pt	195	中分辨
Mn	55	中分辨	Te	128	中分辨	Au	197	中分辨
Fe	56	中分辨	I	127	中分辨	Hg	202	中分辨
Co	59	中分辨	Cs	133	中分辨	Tl	205	中分辨
Ni	60	中分辨	Ba	138	中分辨	Bi	209	高分辨
Cu	63	中分辨	La	139	中分辨	Th	232	中分辨
Zn	68	中分辨	Ce	140	中分辨	U	238	中分辨
Ga	69	中分辨	Pr	141	中分辨			
Ge	72	高分辨	Nd	146	中分辨			

前 言

YS/T 229—2013《高纯铅化学分析方法》共分为 4 个部分：

——第 1 部分：银、铜、铋、铝、镍、锡、镁和铁量的测定 化学光谱法；

——第 2 部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；

——第 3 部分：铈量的测定 原子荧光光谱法；

——第 4 部分：痕量杂质元素含量的测定 辉光放电质谱法。

本部分为 YS/T 229 的第 4 部分。

本部分按照 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。

本部分负责起草单位：东方电气集团峨嵋半导体材料研究所。

本部分参加起草单位：北京有色金属研究总院、金川新材料科技股份有限公司。

本部分主要起草人：王攀峰、文英、孙平、刘红、邱平、徐顺波。

5 试料

试料尺寸要求能放入辉光放电离子源内并且能够稳定地进行辉光放电。

6 分析步骤

6.1 试料的预处理

将加工好的试料以硝酸(3.2)和去离子水依次清洗，用氮气(3.1)吹干，装入到辉光放电离子源中，