



中华人民共和国国家标准

GB/T 26289—2010

GB/T 26289—2010

高纯硒化学分析方法 硼、铝、铁、锌、砷、银、锡、锑、碲、汞、 镁、钛、镍、铜、镓、镉、铟、铅、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of high purity selenium—
Determination of boron, aluminum, iron, zinc, arsenic, silver, tin, antimony,
tellurium, mercury, magnesium, titanium, nickel, copper, gallium, cadmium,
indium, lead and bismuth contents—
Inductively coupled plasma mass spectrometry

中华人民共和国
国家标准
高纯硒化学分析方法
硼、铝、铁、锌、砷、银、锡、锑、碲、汞、
镁、钛、镍、铜、镓、镉、铟、铅、铋量的测定
电感耦合等离子体质谱法
GB/T 26289—2010

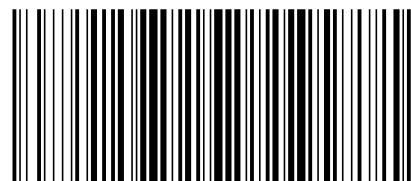
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

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 15 千字
2011年6月第一版 2011年6月第一次印刷

*
书号: 155066·1-42546 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 26289-2010

2011-01-14 发布

2011-11-01 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

表 3

元 素	质量分数/%	重复性限(r)/%	元 素	质量分数/%	重复性限(r)/%
银	0.000 1	0.000 06	镁	0.000 01	0.000 003
	0.000 5	0.000 07		0.000 05	0.000 006
	0.001 0	0.000 13		0.000 10	0.000 015
铝	0.000 1	0.000 05	钛	0.000 01	0.000 005
	0.000 5	0.000 06		0.000 05	0.000 008
	0.001 0	0.000 12		0.000 10	0.000 015
砷	0.000 1	0.000 04	镍	0.000 01	0.000 004
	0.000 5	0.000 06		0.000 05	0.000 006
	0.001 0	0.000 1		0.000 10	0.000 015
硼	0.000 1	0.000 05	铜	0.000 01	0.000 005
	0.000 5	0.000 08		0.000 05	0.000 008
	0.001 0	0.000 17		0.000 10	0.000 015
汞	0.000 1	0.000 04	镓	0.000 01	0.000 003
	0.000 5	0.000 06		0.000 05	0.000 004
	0.001 0	0.000 14		0.000 10	0.000 014
铁	0.000 1	0.000 04	镉	0.000 01	0.000 005
	0.000 5	0.000 06		0.000 05	0.000 008
	0.001 0	0.000 15		0.000 10	0.000 02
铋	0.000 1	0.000 04	铟	0.000 01	0.000 003
	0.000 5	0.000 04		0.000 05	0.000 004
	0.001 0	0.000 11		0.000 10	0.000 013
锡	0.000 1	0.000 05	铅	0.000 01	0.000 003
	0.000 5	0.000 05		0.000 05	0.000 004
	0.001 0	0.000 12		0.000 10	0.000 013
碲	0.000 1	0.000 03	铊	0.000 01	0.000 003
	0.000 5	0.000 06		0.000 05	0.000 004
	0.001 0	0.000 13		0.000 10	0.000 011
锌	0.000 1	0.000 04	—	—	—
	0.000 5	0.000 06		—	—
	0.001 0	0.000 15		—	—

7.2 再现性限

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4数据采用线性内插法求得:

前 言

本标准是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

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。

本标准参加起草单位:北京矿冶研究院、峨嵋半导体材料厂。

本标准主要起草人:刘英、高燕、李继东、刘红、冯先进、文英、李华昌、阮桂色。

交换柱再生:以 0.5 mL/min 的流速泵入 15 mL 硝酸(3.7);最后,用 10 mL 去离子水以 1 mL/min 的流速冲洗柱中树脂,待用。

4.2 电感耦合等离子体质谱仪:质量分辨率优于 (0.8 ± 0.1) amu。

5 分析步骤

5.1 试料

5.1.1 硼、铝、铁、锌、砷、银、锡、锑、碲和汞的测定,称取 0.1 g 试样,精确至 0.000 1 g。

5.1.2 镁、钛、镍、铜、镓、镉、铟、铅和铋的测定,称取 1.5 g 试样,精确至 0.000 1 g。

5.2 测定数量

独立地进行两次测定,取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 分析试液的制备

5.4.1 硼、铝、铁、锌、砷、银、锡、锑、碲和汞的测定

将试料(5.1.1)置于 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中,盖上烧杯盖,分次加入总量为 3 mL 的硝酸(3.2),低温加热至试料溶解完全,取下,冷却后移入 100 mL 塑料容量瓶中,加入内标溶液(3.33)1.0 mL,用去离子水稀释至刻度,摇匀待测。

5.4.2 镁、钛、镍、铜、镓、镉、铟、铅和铋的测定

将试料(5.1.2)置于 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中,盖上烧杯盖,分次加入总量为 5 mL 的硝酸(3.2),低温加热,试料溶解完全后,继续低温加热至烧杯内有少量白色固体析出,加入少量水溶解,取下,冷却后移入 100 mL 塑料容量瓶中,用去离子水稀释(稀释体积大约 50 mL 为宜),并用氨水(3.4)调节 pH 值至 1.0~3.0,然后以 $2 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 的速度泵入准备好的离子交换柱中。进样完毕后,用 5 mL 硝酸(3.9)淋洗,再用 5 mL 的硝酸(3.8)以 $0.5 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 的速度洗脱。收集洗脱液,加入内标溶液(3.33) 0.25 mL,定容至 25 mL,摇匀,待测。

5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 硼、铝、铁、锌、砷、银、锡、锑、碲和汞工作曲线的绘制

5.5.1.1 分别移取标准溶液 C(3.31)0 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL 于 4 个 100 mL 塑料容量瓶中,加入内标溶液(3.33)1.00 mL,以水稀释至刻度,混匀。此系列标准溶液 1 mL 含硼、铁、锌、砷、银、碲、汞分别为 0 ng、2 ng、5 ng 和 10 ng。

5.5.1.2 分别移取标准溶液 D(3.32)0 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL 于 4 个 100 mL 塑料容量瓶中,加入内标溶液(3.33)1.00 mL,以水稀释至刻度,混匀。此系列标准溶液 1 mL 含铝、锡、锑分别为 0 ng、2 ng、5 ng 和 10 ng。

5.5.2 镁、钛、镍、铜、镓、镉、铟、铅、铋工作曲线的绘制

分别移取标准溶液 C(3.31)、标准溶液 D(3.32)0 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL 于

高纯硒化学分析方法 硼、铝、铁、锌、砷、银、锡、锑、碲、汞、 镁、钛、镍、铜、镓、镉、铟、铅、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本标准规定了高纯硒中硼、铝、铁、锌、砷、银、锡、锑、碲、汞、镁、钛、镍、铜、镓、镉、铟、铅、铋杂质元素的测定方法。

本标准适用于高纯硒中硼、铝、铁、锌、砷、银、锡、锑、碲、汞、镁、钛、镍、铜、镓、镉、铟、铅、铋含量的测定。测定范围见表 1。

表 1

元 素	测定范围/%	元 素	测定范围/%
B	0.000 1~0.001 0	Mg	0.000 01~0.000 20
Al	0.000 05~0.001 0	Ti	0.000 01~0.000 20
Fe	0.000 05~0.001 0	Ni	0.000 01~0.000 20
Zn	0.000 05~0.001 0	Cu	0.000 01~0.000 20
As	0.000 05~0.001 0	Ga	0.000 01~0.000 20
Ag	0.000 05~0.001 0	Cd	0.000 01~0.000 20
Sn	0.000 05~0.001 0	In	0.000 01~0.000 20
Sb	0.000 05~0.001 0	Pb	0.000 01~0.000 20
Te	0.000 05~0.001 0	Bi	0.000 01~0.000 20
Hg	0.000 05~0.001 0	—	—

2 方法提要

试料以硝酸溶解,采用电感耦合等离子体质谱法直接测定硼、铝、铁、锌、砷、银、锡、锑、碲和汞含量;以阳离子交换将镁、钛、镍、铜、镓、镉、铟、铅、铋与大量硒基体分离并得到富集,采用电感耦合等离子体质谱法测定镁、钛、镍、铜、镓、镉、铟、铅和铋含量。

3 试剂与材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯的试剂;所用水为去离子水,电阻率不小于 $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。

3.1 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

3.2 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。