

高纯锡化学分析方法 第3部分：镁、铝、钙、铁、钴、镍、铜、 锌、银、铟、金、铅、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of high-purity Tin—
Part 3: Determination of magnesium, aluminium, cadmium, iron, cobalt,
nickle, copper, zinc, silver, indium, gold, lead and bismuth content—
Inductively coupled plasma mass spectrometry

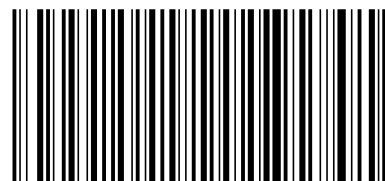
中华人民共和国有色金属
行业标准
高纯锡化学分析方法
第3部分：镁、铝、钙、铁、钴、镍、铜、
锌、银、铟、金、铅、铋量的测定
电感耦合等离子体质谱法
YS/T 36.3—2011

*
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 15 千字
2012年8月第一版 2012年8月第一次印刷

*
书号: 155066·2-23862 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 36.3—2011

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

表 5 再现性限

$w_{Mg}/\times 10^{-4}\%$	0.008	0.040	1.0
$r/\times 10^{-4}\%$	0.004	0.012	0.08
$w_{Al}/\times 10^{-4}\%$	0.008	0.12	0.5
$r/\times 10^{-4}\%$	0.004	0.075	0.04
$w_{Ca}/\times 10^{-4}\%$	0.008	0.090	1.0
$r/\times 10^{-4}\%$	0.004	0.022	0.08
$w_{Fe}/\times 10^{-4}\%$	0.008	0.11	1.0
$r/\times 10^{-4}\%$	0.004	0.049	0.08
$w_{Co}/\times 10^{-4}\%$	0.005	0.010	0.3
$r/\times 10^{-4}\%$	0.002	0.003	0.03
$w_{Ni}/\times 10^{-4}\%$	0.008	0.010	1.0
$r/\times 10^{-4}\%$	0.004	0.004	0.07
$w_{Cu}/\times 10^{-4}\%$	0.008	0.039	1.0
$r/\times 10^{-4}\%$	0.003	0.010	0.08
$w_{Zn}/\times 10^{-4}\%$	0.008	0.10	1.0
$r/\times 10^{-4}\%$	0.003	0.028	0.08
$w_{Ag}/\times 10^{-4}\%$	0.008	0.058	1.0
$r/\times 10^{-4}\%$	0.003	0.012	0.07
$w_{In}/\times 10^{-4}\%$	0.008	0.079	0.5
$r/\times 10^{-4}\%$	0.003	0.026	0.03
$w_{Au}/\times 10^{-4}\%$	0.005	0.010	0.3
$r/\times 10^{-4}\%$	0.002	0.003	0.02
$w_{Pb}/\times 10^{-4}\%$	0.008	0.28	1.0
$r/\times 10^{-4}\%$	0.003	0.043	0.10
$w_{Bi}/\times 10^{-4}\%$	0.008	0.024	1.0
$r/\times 10^{-4}\%$	0.003	0.008	0.08

9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

前 言

YS/T 36《锡化学分析方法》共包括 3 个部分:

——第 1 部分:砷量的测定 砷斑法;

——第 2 部分:铋量的测定 孔雀绿分光光度法;

——第 3 部分:镁、铝、钙、铁、钴、镍、铜、锌、银、铟、金、铅、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 YS/T 36 的第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 YS/T 36.3—1992《高纯锡化学分析方法 化学光谱法测定镁、铝、钙、铁、钴、镍、铜、锌、银、铟、金、铅、铋量》,与 YS/T 36.3—1992 相比,主要有如下变动:

——测定方法由化学光谱法改为电感耦合等离子体质谱法;

——扩展了测定范围;

——补充了精密度、质量保证和控制条款;

——补充了“试验报告”要求。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本部分负责起草单位:株洲冶炼集团股份有限公司。

本部分参与起草单位:长沙矿冶研究院、峨眉半导体材料厂。

本部分起草人:金智宏、何宗蒲、朱小峰、陈述、高静、文英、刘爱华。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——YS/T 36.3—1992。

6.3 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.4 测定

6.4.1 按图 1 连接好氯化挥发装置,让滴液漏斗中的盐酸(3.2)缓慢滴落于装有浓硫酸(3.4)的平底烧瓶中,使洗气瓶内的气泡连续可数。温度计插入硫酸浴的温度计插口内,打开电炉,控制温度在 100 °C 左右。

6.4.2 将装有试料的小坩埚放入挥发器内,打开水抽,保持上述温度至试料挥发完毕。停止加热,继续通气 10 min。

6.4.3 取出小坩埚,按表 3 加入王水(3.5),溶解残留的杂质,于石英挥发罩内低温蒸干;按表 3 加入硝酸(3.3),微热溶解杂质,冷却;按表 3 移入相应容量瓶,用纯水定容至相应体积,混匀。

6.4.4 按电感耦合等离子体质谱仪工作条件,采用标准曲线法和在线加入内标的方式,在 ICP-MS 上测定完系列标准溶液后,按序测定试液中各杂质的质量浓度。

6.5 工作曲线的绘制

分别于 5 个 100 mL 容量瓶中加入镁、铝、钙、铁、钴、镍、铜、锌、银、铟、金、铅、铋标准溶液(3.8) 0 mL、0.10 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL,加入 2 mL 硝酸(3.3),以水稀释至刻度,混匀。按电感耦合等离子体质谱仪工作条件,采用 ICP-MS 标准曲线法和在线加入内标的方法依次进行测定,将测定得到的被测元素的强度作为纵坐标,被测元素的质量浓度为横坐标绘制标准校准曲线。

7 分析结果的计算

按式(1)计算各元素的质量分数 w_x ,数值以%表示:

$$w_x = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V \times 10^{-9}}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

x ——被测元素(镁、铝、钙、铁、钴、镍、铜、锌、银、铟、金、铅、铋);

ρ ——测得镁、铝、钙、铁、钴、镍、铜、锌、银、铟、金、铅、铋的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

ρ_0 ——空白溶液的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V ——被测定试液的总体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果保留二位有效数字。

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)按以下表 4 数据采用线性内插法求得:

高纯锡化学分析方法 第 3 部分:镁、铝、钙、铁、钴、镍、铜、 锌、银、铟、金、铅、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

YS/T 36 的本部分规定了高纯锡中镁、铝、钙、铁、钴、镍、铜、锌、银、铟、金、铅、铋含量的测定方法。

本部分适用于高纯锡中镁、铝、钙、铁、钴、镍、铜、锌、银、铟、金、铅、铋含量的测定。各元素测定范围见表 1。

表 1 各元素测定范围

元 素	测定范围/ $\times 10^{-4}\%$	元 素	测定范围/ $\times 10^{-4}\%$
Mg	0.001~1.0	Zn	0.002~1.0
Al	0.002~0.5	Ag	0.001~1.0
Ca	0.004~1.0	In	0.001~0.5
Fe	0.003~1.0	Au	0.001~0.3
Co	0.001~0.5	Pb	0.001~1.0
Ni	0.001~1.0	Bi	0.001~1.0
Cu	0.002~1.0		

2 方法原理

在 100 °C 左右温度下,锡与氯化氢和氯的混合气体作用,生成易挥发的四氯化锡与杂质分离。残留的杂质用王水溶解,蒸干,再用硝酸溶解,在 ICP-MS 上进行测定。

3 试剂

除非另有说明,在分析中使用确认为优级纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。实验所用器皿均用硝酸溶液(1+19)充分浸泡后用水彻底清洗干净。

3.1 高锰酸钾。

3.2 盐酸($\rho=1.19$ g/mL);UP 级或相当纯度。

3.3 硝酸($\rho=1.42$ g/mL);UP 级或相当纯度。