

YS/T 923.1—2013

- a) 试样;
- b) 本标准编号(包括发布或出版年号);
- 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。

YS/T 923.1—2013

ICS 77.120.99  
H 13

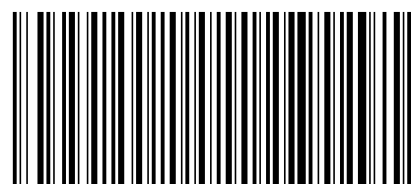
**YS**

**中华人民共和国有色金属行业标准**

YS/T 923.1—2013

**高纯铋化学分析方法**  
**第1部分:铜、铅、锌、铁、银、砷、锡、**  
**镉、镁、铬、铝、金和镍量的测定**  
**电感耦合等离子体质谱法**

**Methods for chemical analysis of high purity bismuth—**  
**Part 1: Determination of copper, lead, zinc, iron, silver,**  
**arsenic, tin, cadmium, magnesium, chromium, aluminum,**  
**gold and nickel content—**  
**Inductively coupled plasma-mass spectrum method**



YS/T 923.1—2013

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·2-26736

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

中华人民共和国有色金属  
行业标准  
高纯铋化学分析方法  
第1部分：铜、铅、锌、铁、银、砷、锡、  
镉、镁、铬、铝、金和镍量的测定  
电感耦合等离子体质谱法  
YS/T 923.1—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(100029)  
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：155066·2-26736 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

## 6.4 溶液的制备

### 6.4.1 试料溶液的制备

将试料(6.1)置于 50 mL 塑料烧杯中,加入 4 mL 硝酸(3.2),加热使试料完全溶解,冷却,移入 100 mL 塑料容量瓶中,加入 2.00 mL 铊内标溶液 B(3.9),用水稀释至刻度,混匀。

### 6.4.2 系列标准溶液的配制

移取 0 mL、0.20 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 混合标准溶液 B(3.5)和银标准溶液 B(3.7)于一系列 100 mL 塑料容量瓶中,加入 2.00 mL 铊内标溶液 B(3.9),用水稀释至刻度,混匀。

## 6.5 测量

6.5.1 于电感耦合等离子体质谱仪上,待仪器运行稳定后,在选定的仪器工作条件下,按表 2 推荐的同位素质量数,使用配制好的系列标准溶液(6.4.2)进行标准化或校准工作曲线,各元素工作曲线相关系数应在 0.999 以上,否则需重新进行标准化或重新配制系列标准溶液进行标准化。

6.5.2 测试分析试液(6.4.1)及空白试液。仪器根据工作曲线,自动进行数据处理,计算并输出各元素的质量浓度。

## 7 分析结果的计算

各元素的含量以元素的质量分数  $w_x$  计,以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_x = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V \times 10^{-9}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $\rho_0$ ——空白溶液中各元素的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
  - $\rho_1$ ——分析试液中各元素的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
  - $V$ ——分析试液体积,单位为毫升(mL);
  - $m$ ——试料质量,单位为克(g)。
- 试验结果保留五位小数。

## 8 允许差

试验室之间分析结果的相对偏差应不大于表 3 所列允许相对偏差。

表 3

| 分析含量范围 $w_x / \%$ | 允许相对偏差 RD / % |
|-------------------|---------------|
| 0.000 05~0.000 10 | 100           |
| 0.000 10~0.000 30 | 80            |
| 0.000 30~0.000 60 | 60            |
| 0.000 60~0.001 0  | 40            |

## 9 试验报告

试验报告至少应包含以下内容:

用时现配。

3.6 银标准溶液 A: 移取 10.00 mL 银标准贮存溶液(3.3)于 1 000 mL 塑料容量瓶中,加入 20 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含银 10  $\mu\text{g}$ 。

3.7 银标准溶液 B: 移取 10.00 mL 银标准溶液 A(3.6)于 1 000 mL 塑料容量瓶中,加入 20 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含银 0.1  $\mu\text{g}$ ,用时现配。

3.8 铊内标溶液 A: 移取 10.00 mL 铊元素标准贮存溶液(3.3)于 1 000 mL 塑料容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含铊 10  $\mu\text{g}$ 。

3.9 铊内标溶液 B: 移取 10.00 mL 铊内标溶液 A(3.8)于 100 mL 塑料容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含铊 1  $\mu\text{g}$ 。

#### 4 仪器

4.1 电感耦合等离子体质谱仪: 质量分辨率优于 $(0.8 \pm 0.1)u$ (在 10% 峰高处); 配备耐氢氟酸进样系统; 配备能够消除干扰离子如 $^{38}\text{Ar}^1\text{H}^+$ 、 $^{40}\text{Ar}^+$ 和 $^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$ 等的部件。

4.2 各元素测定同位素见表 2。

表 2

| 元素 | 同位素质量数 | 元素 | 同位素质量数 |
|----|--------|----|--------|
| Cu | 63     | Cd | 111    |
| Pb | 206    | Sn | 118    |
| Mg | 24     | Ag | 107    |
| Al | 27     | Au | 197    |
| Cr | 52     | Zn | 66     |
| Fe | 56     | As | 75     |
| Ni | 58     |    |        |

注: 元素 Fe 采用去干扰模式进行测定。

#### 5 试样

金属铋试样需加工成边长不超过 2 mm 的颗粒。

#### 6 分析步骤

##### 6.1 试料

称取 0.10 g 试样,精确至 0.000 1 g。

##### 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

随同试料做空白试验。

## 前 言

YS/T 923《高纯铋化学分析方法》分为 2 个部分:

——第 1 部分:铜、铅、锌、铁、银、砷、锡、镉、镁、铬、铝、金和镍量的测定 电感耦合等离子体质谱法;

——第 2 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 923 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分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:北京有色金属研究总院。

本部分参加起草单位:东方电气集团峨嵋半导体材料有限公司、金川集团股份有限公司。

本部分主要起草人:李宝城、刘英、孙泽明、童坚、臧慕文、李娜、张金娥、赵永善、文英、刘爱华、邱平、秦芳林。