

YS/T 923.2—2013

- 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。

YS/T 923.2—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 923.2—2013

高纯铋化学分析方法  
第 2 部分：痕量杂质元素含量的测定  
辉光放电质谱法

Methods for chemical analysis of high purity bismuth—  
Part 2: Determination of trace impurity elements content—  
Glow discharge mass spectrometry



YS/T 923.2-2013

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·2-26738

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 2 部分：痕量杂质元素含量的测定**  
**辉光放电质谱法**  
 YS/T 923.2—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 8 千字  
 2014 年 3 月第一版 2014 年 3 月第一次印刷

\*

书号：155066·2-26738 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

**6.2 仪器背景监控试验**

测定仪器背景监控样品(3.5),观察被测元素的仪器背景情况。

**6.3 相对灵敏度因子的测定**

使用铋标准样品(3.4)得出各被测元素的相对灵敏度因子。

**6.4 测定**

6.4.1 选择适当电流进行 10 min~20 min 的预溅射,以清除试料表面污染。

6.4.2 将辉光放电离子源溅射条件调节到分析所需要的条件,进行测量。同一溅射点连续采集的三个测量数据的精密度满足表 2 所列相对允许差的要求时,取其平均值作为测量结果。被测元素的含量以质量分数计,由计算机直接给出分析结果。

**7 分析结果的计算**

被测元素的含量以质量分数  $w_x$  计,以  $\mu\text{g}/\text{kg}$  表示,按式(1)计算:

$$w_x = \frac{\text{RSF}(X/\text{Bi}) \cdot I_x \cdot A_{\text{Bi}}}{I_{\text{Bi}} \cdot A_x} \cdot w_{\text{Bi}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- RSF(X/Bi)——在特定辉光放电条件下测定 Bi 中 X 元素的相对灵敏度因子;
- $I_x$  ——被测元素 X 的同位素谱峰强度,cps;
- $I_{\text{Bi}}$  ——Bi 元素的同位素谱峰强度,cps;
- $A_x$  ——被测元素 X 的同位素丰度;
- $A_{\text{Bi}}$  ——Bi 元素的同位素丰度;
- $w_{\text{Bi}}$  ——Bi 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**

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

**9 试验报告**

试验报告至少应包含以下内容:

- a) 试样;

表 1

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	中分辨	Sm	147	中分辨
Be	9	中分辨	Se	82	中分辨	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	中分辨	Lu	175	中分辨
Cl	35	中分辨	Rh	103	中分辨	Hf	178	中分辨
K	39	高分辨	Pd	105	中分辨	Ta	181	中分辨
Ca	44	中分辨	Ag	107	中分辨	W	184	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	199	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	Pb	206	中分辨
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			

4.3 机械加工设备,能够将样品制备成所需的几何形状(块状或棒状),试料待分析面应平坦光滑。

## 5 试样

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

将加工好的试料以无水乙醇(3.1)和硝酸(3.3)依次清洗,用去离子水洗净,吹干或晾干后,装入辉光放电离子源中。

## 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 2 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。

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

本部分主要起草人:李宝城、刘英、孙泽明、童坚、李继东、臧慕文、李娜、张金娥、赵永善、张江峰、邱平、秦芳林、文英、王攀峰。