

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1165—2016

高纯四氯化锗中铜、锰、铬、钴、镍、钒、 锌、铅、铁、镁、铟和砷的测定 电感耦合等离子体质谱法

Determination method for copper, manganese, chromium, cobalt, nickel, vanadium, zinc, lead, iron, magnesium, indium and arsenic content in high pure germanium tetrachloride—Inductively coupled plasma mass spectrometry method

2016-07-11 发布

2017-01-01 实施

前 言

本标准按照 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)提出并归口。

本标准起草单位:国标(北京)检验认证有限公司、云南临沧鑫圆锆业股份有限公司、南京中锆科技有限责任公司。

本标准主要起草人:刘红、李爱嫦、董超波、李继东、孙泽明、刘英、普世坤、刘新军。

高纯四氯化锗中铜、锰、铬、钴、镍、钒、 锌、铅、铁、镁、铟和砷的测定 电感耦合等离子体质谱法

警告：使用本文件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

本标准规定了高纯四氯化锗中铜、锰、铬、钴、镍、钒、锌、铅、铁、镁、铟和砷元素含量的测定方法。

本标准适用于高纯四氯化锗中铜、锰、铬、钴、镍、钒、锌、铅、铁、镁、铟和砷元素含量的测定，各元素的测定范围(质量分数)为 $1 \times 10^{-9} \% \sim 2 \times 10^{-5} \%$ ，其中铁为动态反应池模式测定。

2 方法提要

试样在加热条件下，主体四氯化锗被挥发，用硝酸除掉残渣中的有机物，用电感耦合等离子体质谱法直接测定铜、锰、铬、钴、镍、钒、锌、铅、铁、镁、铟和砷的含量。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为电子级的试剂；所用水为去离子水，电阻率应达到 $18.0 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。

3.1 硝酸($\rho = 1.42 \text{ g/mL}$)。

3.2 盐酸($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$)。

3.3 硝酸(1+1)：由硝酸(3.1)配置。

3.4 多元素混合标准溶液 A：采用国内外可以量值溯源的有证标准物质配制，此溶液中铜、锰、铬、钴、镍、钒、锌、铅、铁、镁、铟和砷的质量浓度各 $1\,000 \mu\text{g/mL}$ 。

3.5 混合标准溶液 B：取 10 mL 混合标准溶液 A(3.4)置于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸(3.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含铜、锰、铬、钴、镍、钒、锌、铅、铁、镁、铟和砷各 $100 \mu\text{g}$ 。

3.6 混合标准溶液 C：取 10 mL 混合标准溶液 B(3.5)置于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸(3.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含铜、锰、铬、钴、镍、钒、锌、铅、铁、镁、铟和砷各 $10 \mu\text{g}$ 。

3.7 混合标准溶液 D：取 10 mL 混合标准溶液 C(3.6)置于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸(3.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含铜、锰、铬、钴、镍、钒、锌、铅、铁、镁、铟和砷各 $1 \mu\text{g}$ 。

3.8 铯内标标准贮存溶液， $1\,000 \mu\text{g/mL}$ ：由国家标准物质研究中心提供。

3.9 铯内标标准溶液 A：取 10 mL 铯内标标准贮存溶液(3.8)置于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸(3.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含铯 $100 \mu\text{g}$ 。

3.10 铯内标标准溶液 B：取 10 mL 铯内标标准溶液 A(3.9)置于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸(3.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含铯 $10 \mu\text{g}$ 。

3.11 铯内标标准溶液 C：取 10 mL 铯内标标准溶液 B(3.10)置于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸(3.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含铯 $1 \mu\text{g}$ 。