



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 36590—2018

---

## 高纯银化学分析方法 痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法

Method for chemical analysis of high purity silver—  
Determination of trace impurity elements contents—  
Glow discharge mass spectrometry

2018-09-17 发布

2019-06-01 实施

国家市场监督管理总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
高纯银化学分析方法  
痕量杂质元素的测定  
辉光放电质谱法  
GB/T 36590—2018

\*

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.org.cn](http://www.spc.org.cn)

服务热线: 400-168-0010

2018年9月第一版

\*

书号: 155066·1-61112

版权专有 侵权必究

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准负责起草单位:国标(北京)检验认证有限公司。

本标准参加起草单位:安徽华晶微电子材料科技有限公司、金川集团股份有限公司、峨眉山市峨半高纯材料有限公司。

本标准主要起草人:李娜、张金娥、张玲、刘英、刘红、李爱嫦、杨复光、张晓、程平、邱平、孙平、詹科。

# 高纯银化学分析方法

## 痕量杂质元素的测定

### 辉光放电质谱法

#### 1 范围

本标准规定了高纯银中痕量杂质元素的测定方法。

本标准适用于高纯银中痕量杂质元素含量的测定。各元素测定范围为  $0.001 \mu\text{g/g} \sim 5.0 \mu\text{g/g}$ 。

#### 2 方法原理

试料作为阴极进行辉光放电,其表面原子被溅射而脱离试料进入辉光放电等离子体中,离子化后再被导入质谱仪中进行测定。在每一元素测定同位素处以预设的扫描点数和积分时间对相应谱峰积分,所得面积即为谱峰强度。在缺少标准样品时,计算机根据仪器软件中的“典型相对灵敏度因子”自动计算出各元素的质量分数;有标准样品时,则需要通过在与被测样品相同的分析条件、离子源结构以及测试条件下对标准样品进行独立测定获得相对灵敏度因子,应用该相对灵敏度因子计算出各元素的质量分数。

#### 3 试剂与材料

3.1 无水乙醇。

3.2 硝酸(1+1)。

3.3 氩气( $\varphi \geq 99.999\%$ )。

3.4 质量校正参比样品:在条件允许的情况下,应使用仪器自带质量校正样品对辉光放电质谱仪进行精确质量校正。

3.5 除非另有说明,试验中所用的试剂均为优级纯;所用的水为电阻率  $\geq 18 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}^{-1}$  的一级水。

#### 4 仪器

##### 4.1 辉光放电质谱仪

中分辨率模式下分辨率可达  $3\,000 \sim 4\,000$ ,高分辨率模式下分辨率可达  $9\,000 \sim 10\,000$ 。

测定同位素及分辨率见表 1。测定时要求同位素  $^{107}\text{Ag}$  的谱峰强度不小于  $5 \times 10^9 \text{ cps}$ ,峰形符合分辨率要求。