

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 981.1—2014

高纯铟化学分析方法 镁、铝、硅、硫、铁、镍、铜、锌、 砷、银、镉、锡、铊、铅的测定 高质量分辨率辉光放电质谱法

Methods for chemical analysis of high purity indium—Determination of
magnesium, aluminum, silicon, sulphur, iron, nickel, copper,
zinc, arsenic, silver, cadmium, tin, thallium, lead content—High mass resolution
glow discharge mass spectrometry

2014-10-14 发布

2015-04-01 实施

前 言

YS/T 981《高纯钢化学分析方法》分为 5 个部分：

- 第 1 部分：镁、铝、硅、硫、铁、镍、铜、锌、砷、银、镉、锡、铈、铅的测定 高质量分辨率辉光放电质谱法；
- 第 2 部分：镁、铝、铁、镍、铜、锌、银、镉、锡、铅的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第 3 部分：硅量的测定 硅钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：锡量的测定 苯芴酮-溴代十六烷基三甲胺吸光光度法；
- 第 5 部分：铈量的测定 罗丹明 B 吸光光度法。

本部分为 YS/T 981 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：国家有色金属及电子材料分析测试中心。

本部分参加起草单位：中国有色金属工业标准计量质量研究所、兰州金川新材料科技股份有限公司、昆明理工大学、广西德邦科技有限公司。

本部分主要起草人：刘红、李爱嫦、杨素心、李继东、刘英、孙泽明、秦芳林、邱平、龙萍、任新林、洪涛。

高纯钢化学分析方法

镁、铝、硅、硫、铁、镍、铜、锌、 砷、银、镉、锡、铊、铅的测定

高质量分辨率辉光放电质谱法

1 范围

YS/T 981 的本部分规定了采用高质量分辨率辉光放电质谱法测定 99.999% 以上高纯钢中镁、铝、硅、硫、铁、镍、铜、锌、砷、银、镉、锡、铊、铅元素含量的方法。

本部分适用于高纯钢中镁、铝、硅、硫、铁、镍、铜、锌、砷、银、镉、锡、铊、铅的测定,各元素测定范围为 $5.0 \times 10^{-7} \% \sim 1.0 \times 10^{-3} \%$ 。

2 方法提要

将一个作为阴极的试样安装到等离子体放电室,利用惰性气体(氩气)在高压条件下电离产生的离子撞击样品表面使之发生溅射,从试样表面溅射出来的原子被离子化,通过双聚焦扇形磁场质量分析仪聚焦为离子束,进而被质谱分析器收集检测。在每一元素质量数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。由仪器软件直接计算出杂质元素的含量。

3 试剂与材料

- 3.1 乙醇($\rho=0.789 \text{ g/mL}$),优级纯。
- 3.2 盐酸($\rho=1.19 \text{ g/mL}$),优级纯。
- 3.3 盐酸(1+1),由盐酸(3.2)配制。
- 3.4 氮气 $\varphi(\text{N}_2) \geq 99.99\%$ 。
- 3.5 氩气 $\varphi(\text{Ar}) \geq 99.99\%$ 。
- 3.6 去离子水:电阻率应达到 $18.0 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。

4 仪器

- 4.1 高分辨率辉光放电质谱仪(HR-GDMS):质量分辨率可达到 9 000。其工作参数见附录 A。
- 4.2 机械加工设备,能够将样品和参比样品制成所需的几何形状并得到光滑的表面。

5 试样

- 5.1 试样应均匀且具有代表性,不应采取母材的表面。
- 5.2 将试样制备成为块状,应至少有一个用于辉光放电的光滑平面。
- 5.3 试样大小应能放入辉光放电样品夹空腔内并且其光滑平面能覆盖住样品夹上的放电孔;试样的厚