



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 474—2005

高纯镓化学分析方法 痕量元素的测定 电感耦合等离子体质谱法

Determination of trace elements in high-purity gallium
—ICP-MS analytical method

2005-05-18 发布

2005-12-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

中华人民共和国有色金属
行业标准
高纯镓化学分析方法
微量元素的测定
电感耦合等离子体质谱法
YS/T 474—2005

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

<http://www.spc.net.cn>

<http://www.gb168.cn>

电话:(010)51299090、68522006

2005年8月第一版

*

书号:155066·2-16297

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68522006

前 言

本标准为首次制定。

20 世纪 80 年代发展起来的 ICP-MS 法是当今较理想的痕量元素分析方法,具有灵敏度高、基体干扰小、线性范围宽等特点,已在环保、试剂、地质及冶金等分析中获得广泛应用。而目前由于化学分析项目及精度的限制,无法满足国际贸易中对高纯镓杂质元素的测定,本标准是在参照国外先进标准的基础上,结合我国国情,依据技术上先进、经济上合理的原则制定的。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本标准由全国有色金属标准技术委员会负责解释。

本标准由中国铝业股份有限公司河南分公司负责起草。

本标准主要起草人:梁倩、王书勤、艾蓁、张学英、张雨秋。

本标准主要验证人:陈建立、乐云娟。

高纯镓化学分析方法

痕量元素的测定

电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本标准规定了高纯镓中的铜、铅、锌、镉、铁、锡、镍、镁、钴、铬、锰、钛、铷、钼、铍等痕量元素含量的测定方法。

本标准适用于高纯镓($99.999\% < w(\text{Ga}) \leq 99.99999\%$)中铜、铅、锌、镉、铁、锡、镍、镁、钴、铬、锰、钛、铷、钼、铍等痕量元素含量的同时测定。测定范围见表1。

表 1

| 元素 | 测定范围/% | 元素 | 测定范围/% |
|----|--|-----|--|
| Pb | $3 \times 10^{-7} \sim 1 \times 10^{-5}$ | In | $3 \times 10^{-7} \sim 1 \times 10^{-5}$ |
| Zn | $1 \times 10^{-6} \sim 1 \times 10^{-5}$ | Sn | $5 \times 10^{-7} \sim 5 \times 10^{-5}$ |
| Mg | $5 \times 10^{-7} \sim 1 \times 10^{-5}$ | Fe* | $8 \times 10^{-7} \sim 1 \times 10^{-5}$ |
| Ni | $8 \times 10^{-7} \sim 1 \times 10^{-5}$ | Cr | $5 \times 10^{-7} \sim 1 \times 10^{-5}$ |
| Cu | $2 \times 10^{-7} \sim 1 \times 10^{-5}$ | Mo | $5 \times 10^{-7} \sim 2 \times 10^{-5}$ |
| Mn | $2 \times 10^{-7} \sim 1 \times 10^{-5}$ | Bi | $3 \times 10^{-7} \sim 2 \times 10^{-5}$ |
| Co | $1 \times 10^{-6} \sim 1 \times 10^{-5}$ | Rb | $8 \times 10^{-7} \sim 2 \times 10^{-5}$ |
| Ti | $5 \times 10^{-7} \sim 1 \times 10^{-5}$ | — | — |

* : Fe 元素测量在碰撞室条件下进行。

2 方法提要

在温度 200℃ 时氯化氢气体与金属镓反应生成三氯化镓气体,将生成的三氯化镓气体挥发排尽,以此达到分离主体镓而富集杂质的目的。剩余的杂质以盐酸—硝酸溶解,将其制成溶液,加入选定的内标元素,富集的杂质铜、铅、锌、镉、铁、锡、镍、镁、钴、铬、锰、钛、铷、钼、铍用电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)测定。

3 试剂

3.1 去离子水:电阻率大于 $18 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。

3.2 盐酸(BV-III): $\rho_{20^\circ\text{C}} = 1.18 \text{ g/mL}$ 。

3.3 硝酸(BV-III): $\rho_{25^\circ\text{C}} = 1.4 \text{ g/mL}$ 。

3.4 混合标准溶液:用移液枪(4.4)分别移取 $1\,000 \mu\text{L}$ 镉、锡、钛、铷、钼、铍的标准溶液($100 \mu\text{g/mL}$),再用移液枪(4.4)分别移取 $100 \mu\text{L}$ 铜、铅、锌、铁、镍、镁、钴、铬、锰的标准溶液($1\,000 \mu\text{g/mL}$),置于同一个 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸(3.3),用去离子水(3.1)稀释至刻度,混匀。此溶液含铜、铅、锌、镉、铁、锡、镍、镁、钴、铬、锰、钛、铷、钼、铍 $2 \mu\text{g/mL}$ 。

3.5 铋标准溶液:用移液枪(4.4)移取 $100 \mu\text{L}$ 铋标准溶液($1\,000 \mu\text{g/mL}$)置于一个 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(3.3),用去离子水(3.1)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含铋 $1 \mu\text{g}$ 。