

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 900—2013

高纯钨化学分析方法 痕量杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of the high purity tungsten—
Determination of trace impurity element content—
Inductively coupled plasma mass spectrometry

2013-10-17 发布

2014-03-01 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)归口。

本标准起草单位:北京有色金属研究总院、金川新材料科技股份有限公司、东方电气集团峨嵋半导体材料有限公司。

本标准主要起草人:张殿凯、李艳芬、刘英、孙泽明、童坚、臧慕文、张江峰、邱平、文英。

高纯钨化学分析方法

痕量杂质元素的测定

电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本标准规定了高纯钨中锂、铍、硼、铬、钛、钒、锰、铁、钴、镍、铜、镓、砷、锑、锆、钽、铌、钼、镉、铟、铊、铋、铪、铱、钨和铀的测定方法。

本标准适用于高纯钨中痕量杂质的测定,测定范围:0.000 1%~0.010%。

2 方法提要

试料用硝酸和氢氟酸溶解,以铯内标进行校正,用电感耦合等离子体质谱仪直接测定,按工作曲线法计算各元素的质量浓度,以质量分数表示测定结果。

3 试剂

除非另有说明,分析中所用的试剂均为优级纯,所用水为一级水。

3.1 氢氟酸($\rho=1.16$ g/mL)

3.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)

3.3 硝酸(1+1)。

3.4 锂、铍、硼、铬、钛、钒、锰、铁、钴、镍、铜、镓、砷、锑、锆、钽、铌、钼、镉、铟、铊、铋和铯单元素标准贮存溶液(国家标准样品/国家标准物质),质量浓度为 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。

3.5 混合标准溶液 A:分别移取 10.00 mL 各元素标准贮存溶液(铯元素除外)(3.4)于 1 000 mL 塑料容量瓶中,补加 2 mL 氢氟酸(3.1),20 mL 硝酸(3.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含锂、铍、硼、铬、钛、钒、锰、铁、钴、镍、铜、镓、砷、锑、锆、钽、铌、钼、镉、铟、铊、铋和铯各 10 μg 。

3.6 混合标准溶液 B:移取 10.00 mL 混合标准溶液 A(3.5)于 100 mL 塑料容量瓶中,补加 2 mL 硝酸(3.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含锂、铍、硼、铬、钛、钒、锰、铁、钴、镍、铜、镓、砷、锑、锆、钽、铌、钼、镉、铟、铊、铋和铯各 1 μg ,用时现配。

3.7 铯内标溶液:移取 1.00 mL 铯元素标准贮存溶液(3.4)于 1 000 mL 塑料容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含铯 1 μg 。

4 仪器

4.1 电感耦合等离子体质谱仪:质量分辨率优于 0.8 u(在 10%峰高处);配备耐氢氟酸进样系统;配备能够消除干扰离子如 $^{38}\text{Ar}^1\text{H}^+$ 、 $^{40}\text{Ar}^+$ 和 $^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$ 等的部件。

4.2 各元素测定同位素见表 1。