

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1012—2014

高纯镍化学分析方法 杂质元素含量的测定 辉光放电质谱法

Methods for chemical analysis of high purity nickel—
Determination of trace impurity elements content—
Glow discharge mass spectrometry

2014-10-14 发布

2015-04-01 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。

本标准负责起草单位:金川集团股份有限公司。

本标准参加起草单位:北京有色金属研究总院、昆明冶金研究院、峨嵋半导体材料研究所。

本标准主要起草人:邱平、秦芳林、墨淑敏、杨海岸、孙平、王长华、罗舜。

高纯镍化学分析方法

杂质元素含量的测定

辉光放电质谱法

1 范围

本标准规定了高纯镍中杂质元素的测定方法,测定元素见表1。

本标准适用于高纯镍中杂质元素含量的测定,各元素质量分数测定范围为 $0.1 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 20\,000 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2 方法原理

在氩气气氛下,试样作为阴极进行辉光放电,其表面原子被溅射而脱离试样进入辉光放电等离子体中,在等离子体中离子化后被导入质谱仪,在每一元素同位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。无标样时,计算机根据仪器软件中的“典型相对灵敏度因子”自动计算出各待测元素的质量分数;有标样时,需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灵敏度因子,应用该灵敏度因子计算出各元素的质量分数。

通过应用每个杂质元素 X 与基体元素 M 的比值即相对灵敏度因子(RSF),可以从质谱图中计算出试验样品的组分含量。相对灵敏度因子(RSF)是通过在与试验样品相同的分析条件、离子源结构以及测试方案下对标准样品进行独立分析得到的。

选择适当的同位素丰度因子 $A(X_i)$ 、 $A(Y_j)$ 和相对灵敏度因子(RSF),并根据质谱图中的相关同位素离子强度 $I(X_i)$ 和 $I(Y_j)$ 计算离子束比(IBR),并对元素“ X ”和“ Y ”的相对质量分数进行计算。 $I(X_i)$ 和 $I(Y_j)$ 是指根据元素种类“ X ”和“ Y ”的同位素 X_i 和 Y_j 分别测量的离子强度,具体如下:

$$\frac{(X)}{(Y)} = \frac{\text{RSF}(X/M) \times A(Y_j) \times I(X_i)}{\text{RSF}(Y/M) \times A(X_i) \times I(Y_j)}$$

式中: $(X)/(Y)$ 为元素种类“ X ”与种类“ Y ”的质量分数比。如果种类“ Y ”是基体[$\text{RSF}(M/M) = 1.0$],则 (X) 为“ X ”的绝对杂质质量分数(对于纯元素基体,仅有非常小的误差)。

3 试剂与材料

除非另有说明,试验中所用的试剂均为分析纯;所用的水为三级水。

- 3.1 冰醋酸(纯度不小于 99.5%)。
- 3.2 硝酸(1+1)。
- 3.3 无水乙醇(纯度不小于 99.7%)。
- 3.4 氩气(纯度不小于 99.999%)。
- 3.5 高纯镍标准样品。

4 仪器和设备

4.1 高质量分辨率辉光放电质谱仪。

4.1.1 中分辨率模式下质量分辨率大于 4 000,高分辨率模式下质量分辨率大于 10 000。