

# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 229.4—2013

---

## 高纯铅化学分析方法 第 4 部分：痕量杂质元素含量的测定 辉光放电质谱法

Chemical analysis methods for high purity lead—  
Part 4: Determination of trace impurity elements content—  
Glow discharge mass spectrometry

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

---

中华人民共和国有色金属  
行业标准  
高纯铅化学分析方法  
第4部分：痕量杂质元素含量的测定  
辉光放电质谱法  
YS/T 229.4—2013

\*

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(100013)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址：[www.gb168.cn](http://www.gb168.cn)

服务热线：400-168-0010

010-68522006

2014年4月第一版

\*

书号：155066·2-26706

版权专有 侵权必究

## 前 言

YS/T 229—2013《高纯铅化学分析方法》共分为 4 个部分：

- 第 1 部分：银、铜、铋、铝、镍、锡、镁和铁量的测定 化学光谱法；
- 第 2 部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 3 部分：铈量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 4 部分：痕量杂质元素含量的测定 辉光放电质谱法。

本部分为 YS/T 229 的第 4 部分。

本部分按照 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。

本部分负责起草单位：东方电气集团峨嵋半导体材料研究所。

本部分参加起草单位：北京有色金属研究总院、金川新材料科技股份有限公司。

本部分主要起草人：王攀峰、文英、孙平、刘红、邱平、徐顺波。

# 高纯铅化学分析方法

## 第4部分：痕量杂质元素含量的测定

### 辉光放电质谱法

#### 1 范围

YS/T 229 的本部分规定了高纯铅中痕量杂质元素含量的测定方法,测定元素见表1。

本部分适用于高纯铅中痕量杂质元素含量的测定。各元素测定范围如下:硫、硒元素的测定范围为100  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~5 000  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ,其余元素的测定范围为1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~5 000  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

#### 2 方法原理

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。进行半定量分析时,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含量;进行定量分析时,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含量。

#### 3 试剂与材料

除非另有说明,试验中所用的试剂均为优级纯;所用的水为去离子水,其电阻率要求达到18.2  $\text{M}\Omega/\text{cm}$ 。

3.1 氮气( $\varphi \geq 99.99\%$ )。

3.2 硝酸(1+1)。

3.3 铅标准样品,被测元素质量含量在50  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~500  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 之间。

3.4 铅空白样品,要求被测元素含量低于被测试样中元素含量10倍以上。

#### 4 仪器

4.1 高质量分辨率辉光放电质谱仪,中分辨率模式下分辨率可达3 000~4 000,高分辨率模式下分辨率可达9 000~10 000。

4.2 机械加工设备,能够将样品制备成所需的几何形状(块状或棒状),试样待分析面应平坦光滑。

4.3 测定元素同位素及分辨率见表1,测定时要求同位素 $^{208}\text{Pb}$ 的谱峰强度不小于 $5 \times 10^9$  cps,峰形符合分辨率要求。