



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 34.1—2011
代替 YS/T 34.1~34.2—1992

高纯砷化学分析方法 电感耦合等离子 体质谱法(ICP-MS)测定 高纯砷中杂质含量

Method for chemical analysis of the high-purity arsenic—
Inductive coupling plasma mass spectrum (ICP-MS) for determinating the
concentration of elements in the high-purity arsenic

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 34《高纯砷化学分析方法》包括 3 个部分：

- 第 1 部分：高纯砷化学分析方法 电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS) 测定高纯砷中杂质含量；
- 第 2 部分：高纯砷化学分析方法 极谱法测定硒量；
- 第 3 部分：高纯砷化学分析方法 极谱法测定硫量。

本部分是 YS/T 34 的第 1 部分。

本部分代替 YS/T 34.1—1992《高纯砷化学分析方法 孔雀绿分光光度法测定锑量》和 YS/T 34.2—1992《高纯砷化学分析方法 化学光谱法测钴、锌、银、铜、钙、铝、镍、铬、铅、镁、铁量》。

本部分与 YS/T 34.1~34.2—1992 标准相比，主要有如下变动：

- 采用电感耦合等离子质谱法测定高纯砷中镁、铬、镍、铜、锌、银、铅、铋、钠、钾、铝、钙、铁、锑等 14 个杂质的含量。
- 按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》的规定编写。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：峨嵋半导体材料厂、峨眉山嘉美高纯材料有限公司。

本部分主要起草人：程高明、邹同贵、文英、唐云博、廖敏。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 34.1~34.2—1992。

高纯砷化学分析方法 电感耦合等离子 体质谱法(ICP-MS)测定 高纯砷中杂质含量

1 范围

YS/T 34 的本部分规定了高纯砷中金属杂质含量的测定方法,采用电感耦合等离子质谱法测定砷中镁、铬、镍、铜、锌、银、铋、铅、铟、钠、钾、铝、钙、铁等 14 个杂质含量。

本部分适用于 99.999%~99.999 99% 高纯砷中金属杂质含量的测定。测定范围为 $1 \times 10^{-7} \% \sim 1\ 000 \times 10^{-7} \%$ 。

2 方法提要

在 120 °C~130 °C 的条件下,试料与氯化氢-氯混合气体反应,生成三氯化砷及杂质元素氯化物,低沸点的三氯化砷挥发后随气体流出,用硝酸溶解留下来的杂质氯化物。推荐使用铍、钢、铀作内标,常规等离子体质谱法测定镁、铬、镍、铜、锌、银、铋、铅、铟,用冷等离子体质谱法测定钠、钾、铝、钙、铁。

3 试剂

3.1 试剂

3.1.1 盐酸(ρ 1.19):RM-B 或 BV-III,亚沸蒸馏后使用。

3.1.2 硝酸(ρ 1.42):RM-B 或 BV-III,亚沸蒸馏后使用。

3.1.3 硫酸(ρ 1.84):优级纯。

3.1.4 过氧化氢(30%):分析纯。

3.1.5 去离子水:电阻率 $\geq 18\ M\Omega \cdot cm$ 。

3.1.6 氩 $\geq 99.99\%$ 。

3.2 标准溶液

3.2.1 元素贮备标准溶液

所用标准贮备液为国家标准。铀的浓度为 500 $\mu g/mL$,其余元素均为 1 000 $\mu g/mL$ 。

3.2.2 内标溶液

1 号内标溶液(每毫升含 500 ng 铍、500 ng 钢、500 ng 铀):移取 0.5 mL 铍标准溶液、0.5 mL 钢标准溶液、1.0 mL 铀标准溶液,置于 1 L 聚丙烯容量瓶中,加入 20 mL 硝酸,定容,混匀。

2 号内标溶液(每毫升含 10 ng 铍、10 ng 钢、10 ng 铀):移取 20 mL 1 号内标溶液,置于 1 L 聚丙烯容量瓶中,加入 20 mL 硝酸,定容,混匀。