



中华人民共和国国家标准

GB/T 25934.2—2010

高纯金化学分析方法 第2部分:ICP-MS-标准 加入校正-内标法 测定杂质元素的含量

Methods for chemical analysis of high purity gold—
Part 2: Inductively coupled plasma mass spectrometry—
standard enter emendation-inner standard method—
Determination of impurity elements contents

2010-12-23 发布

2011-09-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

GB/T 25934《高纯金化学分析方法》分为 3 个部分：

- 第 1 部分：乙酸乙酯萃取分离-ICP-AES 法 测定杂质元素的含量；
- 第 2 部分：ICP-MS-标准加入校正-内标法 测定杂质元素的含量；
- 第 3 部分：乙醚萃取分离-ICP-AES 法 测定杂质元素的含量。

本部分为第 2 部分。

本部分由全国黄金标准化技术委员会(SAC/TC 379)提出并归口。

本部分由长春黄金研究院负责起草。

本部分由长春黄金研究院、国家金银及制品质量及监督检验中心(长春)、北京有色金属研究总院、沈阳造币厂、北京矿冶研究总院、江西铜业股份有限公司、江苏天瑞仪器股份有限公司起草。

本部分主要起草人：陈菲菲、黄蕊、陈永红、张雨、刘红、李爱娣、王德雨、龙淑杰、李万春、冯先进、杨宇东、杨红生、郑建明。

高纯金化学分析方法

第 2 部分: ICP-MS-标准

加入校正-内标法

测定杂质元素的含量

1 范围

GB/T 25934 的本部分规定了高纯金中杂质元素的测定方法。

本部分适用于 99.999% 高纯金中杂质元素的测定, 测定元素及测定的含量范围见表 1。

表 1

元素	含量范围/%	元素	含量范围/%	元素	含量范围/%	元素	含量范围/%
Ag	0.000 02~0.001 00	Al	0.000 06~0.001 00	As	0.000 05~0.001 00	Bi	0.000 02~0.001 00
Cd	0.000 02~0.001 00	Cr	0.000 11~0.001 00	Cu	0.000 02~0.001 00	Fe	0.000 15~0.001 00
Ir	0.000 02~0.001 00	Mg	0.000 05~0.001 00	Mn	0.000 02~0.001 00	Na	0.000 06~0.001 00
Ni	0.000 02~0.001 00	Pb	0.000 02~0.001 00	Pd	0.000 02~0.001 00	Pt	0.000 02~0.001 00
Rh	0.000 02~0.001 00	Sb	0.000 02~0.001 00	Se	0.000 06~0.001 00	Sn	0.000 12~0.001 00
Te	0.000 02~0.001 00	Ti	0.000 02~0.000 99	Zn	0.000 05~0.001 00		

2 方法原理

样品经混合酸溶解, 通过加入内标元素和采用标准加入校正的方式, 用电感耦合等离子体质谱仪测定各元素的谱线强度, 并计算各元素的质量分数。

3 试剂

除非另有说明, 在分析中仅使用确认为优级纯或更高纯度的试剂和二次蒸馏水(电阻率 $\geq 18.2 \text{ M}\Omega/\text{cm}$)或相当纯度的水。

3.1 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$), MOS 级。

3.2 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$), MOS 级。

3.3 硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$), MOS 级。

3.4 氢氟酸($\rho 1.15 \text{ g/mL}$), MOS 级。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 硝酸(1+1)。

3.7 盐酸(1+9)。

3.8 混合酸: 以 1 体积硝酸(3.2)、3 体积盐酸(3.1)和 4 体积水混合均匀。

3.9 标准贮存溶液

3.9.1 银标准贮存溶液: 称取 0.100 0 g 金属银(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中, 加入 10 mL 硝酸溶液(3.6), 低温加热溶解, 挥发氮的氧化物, 冷却至室温, 移入 100 mL 容量瓶中, 加入 25 mL 盐酸(3.1), 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 银。

3.9.2 铝标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铝(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸溶液(3.5),低温加热溶解,冷却至室温,用盐酸溶液(3.7)移入 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铝。

3.9.3 砷标准贮存溶液:称取 0.132 0 g 三氧化二砷(基准试剂,于 100 °C~105 °C 烘 1 h),置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸溶液(3.5),低温加热至完全溶解,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 砷。

3.9.4 铋标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铋(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液(3.6),低温加热溶解,挥发氮的氧化物,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铋。

3.9.5 镉标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属镉(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液(3.6),低温加热溶解,挥发氮的氧化物,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镉。

3.9.6 铬标准贮存溶液:称取 0.282 9 重铬酸钾(基准试剂,于 100 °C~105 °C 烘 1 h),置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸溶液(3.5),低温加热至完全溶解,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铬。

3.9.7 铜标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铜(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液(3.6),低温加热溶解,挥发氮的氧化物,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。

3.9.8 铁标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铁(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液(3.6),低温加热溶解,挥发氮的氧化物,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铁。

3.9.9 铱标准贮存溶液:称取 0.229 4 g 氯铱酸铵(光谱纯)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸溶液(3.7),低温加热溶解,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(3.7)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铱。

3.9.10 镁标准贮存溶液:称取 0.165 8 g 预先经 780 °C 灼烧 1 h 的氧化镁(氧化镁的质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸溶液(3.5),低温加热溶解,冷却至室温。将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镁。

3.9.11 锰标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属锰(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液(3.6),低温加热溶解,挥发氮的氧化物,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。

3.9.12 钠标准贮存溶液:称取 0.188 6 g 氯化钠(光谱纯,于 100 °C~105 °C 烘 1 h),置于 100 mL 烧杯中,加入 50 mL 水,低温加热溶解,冷却至室温,移入 100 mL 聚乙烯容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钠。

3.9.13 镍标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属镍(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液(3.6),低温加热溶解,挥发氮的氧化物,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。

3.9.14 铅标准贮存溶液:称取 0.100 00 g 金属铅(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液(3.6),低温加热溶解,挥发氮的氧化物,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铅。

3.9.15 钡标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属钡(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 混合酸(3.8),低温加热溶解,挥发氮的氧化物,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,

混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钇。

3.9.16 铂标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铂(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 混合酸(3.8),低温加热溶解,挥发氮的氧化物,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铂。

3.9.17 铑标准贮存溶液:称取 0.359 3 g 氯铑酸铵[光谱纯,分子式: $(\text{NH}_4)_3\text{RhCl}_6$],加入 20 mL 盐酸溶液(3.7),低温加热溶解,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(3.7)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铑。

3.9.18 铈标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铈(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 混合酸(3.8),低温加热溶解,挥发氮的氧化物,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铈。

3.9.19 硒标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属硒(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸溶液(3.5),低温加热溶解,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 硒。

3.9.20 锡标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属锡(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸溶液(3.5),低温加热溶解,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锡。

3.9.21 碲标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属碲(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液(3.6),低温加热溶解,挥发氮的氧化物,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 碲。

3.9.22 钛标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属钛(质量分数 $\geq 99.99\%$)于铂皿中,加入 1 mL 氢氟酸(3.4)、5 mL 硫酸(3.3),加热溶解并蒸发至冒三氧化硫白烟使氟除尽,冷却,加入 20 mL 水和 2 mL 硫酸(3.3),加热溶解盐类,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钛。

3.9.23 锌标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属锌(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液(3.6),低温加热溶解,挥发氮的氧化物,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锌。

3.9.24 钪标准贮存溶液:称取 0.153 4 g 三氧化二钪(光谱纯)于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.5),低温加热溶解,取下冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钪。

3.9.25 铯标准贮存溶液:称取 0.136 1 g 硫酸铯(优级纯,于 100 °C~105 °C 烘 1 h)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 水,低温加热溶解,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铯。

3.9.26 镱标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属镱(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液(3.6),低温加热溶解,挥发氮的氧化物,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镱。

3.10 混合标准溶液

3.10.1 分别移取 1 mL 标准贮存溶液(3.9.1~3.9.23)于 100 mL 容量瓶中,加入 20 mL 混合酸(3.8),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 银、铝、砷、铋、镉、铬、铜、铁、铀、镁、锰、钠、镍、铅、钇、铂、铑、铈、锡、碲、钛和锌。

3.10.2 移取 1 mL 混合标准溶液(3.10.1)于 100 mL 容量瓶中,加入 20 mL 混合酸(3.8),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 μg 银、铝、砷、铋、镉、铬、铜、铁、铀、镁、锰、钠、镍、铅、钇、铂、铑、铈、锡、碲、钛和锌。

硒、锡、碲、钛和锌。

3.11 混合内标溶液

3.11.1 分别移取 1 mL 标准贮存溶液(3.9.24~3.9.26)于 100 mL 容量瓶中,加入 20 mL 混合酸(3.8),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铟、铯和铷。

3.11.2 移取 1 mL 混合标准溶液(3.11.1)于 100 mL 容量瓶中,加入 20 mL 混合酸(3.8),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 μg 铟、铯和铷。

3.12 金标准贮备液(20 mg/mL):称取高纯金(含金 99.999%以上)10 g(精确至 0.01 g)放入 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入混合酸溶液(3.8)50 mL,于可控温电热板上低温(100 °C左右)加热溶解,用水转入 500 mL 的容量瓶中,补加浓王水 100 mL,用水稀释至刻度,摇匀后立即转入干净的塑料瓶中备用。此溶液含金 20 mg/mL。

4 仪器

电感耦合等离子体质谱仪。

银、铝、砷、铋、镉、铬、铜、铁、铀、镁、锰、钠、镍、铅、钡、铂、铈、锑、硒、锡、碲、钛和锌的质量数参见附录 A 表 A.1。

5 试样

将试样碾成 1 mm 厚的薄片,用不锈钢剪刀剪成小碎片,放入烧杯中,加入 20 mL 的乙醇溶液(1+1),于电热板上加热煮沸 5 min 取下,将乙醇液倾去,用高纯水反复洗涤金片 3 次,继续加入 20 mL 盐酸溶液(3.5),加热煮沸 5 min,倾去盐酸溶液,用高纯水反复洗涤金片 3 次,将金片用无尘纸包裹起来放入烘箱在 105 °C 烘干,取出备用。

6 干扰校正

由于测定元素多,某些元素间存在着一定的谱线干扰,应采取数学方法对其进行校正。需校正的元素有 As75 和 Se82,被校正元素的强度与干扰元素的强度关系式如下:

$$\text{As75: } -3.128\ 819 \times \text{Se77} + 2.734\ 582 \times \text{Se82} - 2.756\ 001 \times \text{Kr83}$$

$$\text{Se82: } -1.007\ 833 \times \text{Kr83}$$

7 分析步骤

7.1 试料

称取 0.10 g 高纯金试样(5),精确至 0.000 1 g。

独立进行两次测定,取其平均值。

7.2 空白

随同试料进行空白试验。

7.3 测定

7.3.1 将试料(7.1)置于 50 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入混合酸溶液(3.8)2.50 mL,在可控温电热板上低温加热溶解,冷却后用水转入 50 mL 塑料容量瓶中,加入混合内标溶液(3.11.2)2.50 mL,用水定容至刻度,摇匀待测。

7.3.2 将试料溶液和空白溶液分别用 ICP-MS 进行测定,通过得到的被测元素与内标元素的强度比值在各自的校准曲线上查找到相应的浓度值,计算出各元素的质量分数。

7.4 校准

7.4.1 空白校准曲线

于 5 个 50 mL 容量瓶中各分别加入 2.50 mL 混合酸溶液(3.8)和混合内标溶液(3.11.2)

2.50 mL,再分别向其中加入 0.00 mL、0.50 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL 混合标准溶液(3.10.2),用水稀释至刻度,摇匀后用 ICP-MS 采用标准加入的方式依次进行测定,将测定得到的被测元素与内标元素的强度比值作为纵坐标,被测元素的质量浓度为横坐标绘制空白校准曲线。

7.4.2 样品校准曲线

于 5 个 50 mL 容量瓶中各分别加入金标准贮备液 5.00 mL(3.12)和混合内标溶液(3.11.2) 2.50 mL,再分别向其中加入 0.00 mL、0.50 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL 混合标准溶液(3.10.2),用水稀释至刻度,摇匀后用 ICP-MS 采用标准加入的方式依次进行测定,将测定得到的被测元素与内标元素的强度比值作为纵坐标,被测元素的质量浓度为横坐标绘制样品校准曲线。

8 分析结果的计算

按式(1)计算被测杂质元素的质量分数 $w(X)$,数值以%表示:

$$w(X) = \frac{(\rho_x \cdot V_x - \rho_0 \cdot V_0) \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_x ——试料溶液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V_x ——试料溶液的体积,单位为毫升(mL);

ρ_0 ——空白溶液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V_0 ——空白溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料质量,单位为克(g)。

分析结果保留至小数点后第五位。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法求得。

表 2

银的质量分数/%	0.000 02	0.000 21	0.001 02
r /%	0.000 01	0.000 03	0.000 12
铝的质量分数/%	0.000 06	0.000 23	0.001 10
r /%	0.000 03	0.000 05	0.000 12
砷的质量分数/%	0.000 05	0.000 21	0.001 07
r /%	0.000 02	0.000 03	0.000 14
铋的质量分数/%	0.000 02	0.000 20	0.001 01
r /%	0.000 01	0.000 02	0.000 10
镉的质量分数/%	0.000 02	0.000 20	0.001 02
r /%	0.000 01	0.000 02	0.000 10
铬的质量分数/%	0.000 11	0.000 21	0.001 01
r /%	0.000 02	0.000 03	0.000 10

表 2 (续)

铜的质量分数/%	0.000 02	0.000 21	0.001 00
$r/\%$	0.000 01	0.000 03	0.000 11
铁的质量分数/%	0.000 15	0.000 57	0.001 11
$r/\%$	0.000 05	0.000 10	0.000 16
铌的质量分数/%	0.000 02	0.000 20	0.001 00
$r/\%$	0.000 01	0.000 02	0.000 10
镁的质量分数/%	0.000 06	0.000 22	0.001 12
$r/\%$	0.000 02	0.000 06	0.000 14
锰的质量分数/%	0.000 02	0.000 20	0.001 00
$r/\%$	0.000 01	0.000 02	0.000 10
钠的质量分数/%	0.000 06	0.000 23	0.001 11
$r/\%$	0.000 02	0.000 03	0.000 18
镍的质量分数/%	0.000 02	0.000 20	0.001 00
$r/\%$	0.000 01	0.000 03	0.000 10
铅的质量分数/%	0.000 02	0.000 21	0.001 03
$r/\%$	0.000 01	0.000 02	0.000 10
钪的质量分数/%	0.000 02	0.000 20	0.001 00
$r/\%$	0.000 01	0.000 02	0.000 13
铂的质量分数/%	0.000 02	0.000 20	0.001 02
$r/\%$	0.000 01	0.000 02	0.000 10
铈的质量分数/%	0.000 02	0.000 50	0.001 02
$r/\%$	0.000 01	0.000 04	0.000 10
铈的质量分数/%	0.000 02	0.000 20	0.001 01
$r/\%$	0.000 01	0.000 02	0.000 10
硒的质量分数/%	0.000 06	0.000 21	0.001 02
$r/\%$	0.000 02	0.000 04	0.000 10
锡的质量分数/%	0.000 12	0.000 53	0.001 04
$r/\%$	0.000 03	0.000 06	0.000 10
碲的质量分数/%	0.000 02	0.000 20	0.001 02
$r/\%$	0.000 01	0.000 03	0.000 13
钛的质量分数/%	0.000 02	0.000 20	0.000 99
$r/\%$	0.000 01	0.000 03	0.000 15
锌的质量分数/%	0.000 05	0.000 20	0.001 00
$r/\%$	0.000 02	0.000 04	0.000 15

9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果

的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过5%,再现性限(R)按表3数据采用线性内插法求得。

表 3

银的质量分数/%	0.000 02	0.000 21	0.001 02
R/%	0.000 02	0.000 03	0.000 12
铝的质量分数/%	0.000 06	0.000 23	0.001 10
R/%	0.000 05	0.000 06	0.000 18
砷的质量分数/%	0.000 05	0.000 21	0.001 07
R/%	0.000 03	0.000 05	0.000 33
铋的质量分数/%	0.000 02	0.000 20	0.001 01
R/%	0.000 01	0.000 03	0.000 12
镉的质量分数/%	0.000 02	0.000 20	0.001 02
R/%	0.000 01	0.000 03	0.000 12
铬的质量分数/%	0.000 11	0.000 21	0.001 01
R/%	0.000 05	0.000 07	0.000 15
铜的质量分数/%	0.000 02	0.000 21	0.001 00
R/%	0.000 01	0.000 04	0.000 18
铁的质量分数/%	0.000 15	0.000 57	0.001 11
R/%	0.000 05	0.000 13	0.000 22
铀的质量分数/%	0.000 02	0.000 20	0.001 00
R/%	0.000 01	0.000 03	0.000 12
镁的质量分数/%	0.000 06	0.000 22	0.001 12
R/%	0.000 03	0.000 07	0.000 25
锰的质量分数/%	0.000 02	0.000 20	0.001 00
R/%	0.000 01	0.000 03	0.000 14
钠的质量分数/%	0.000 06	0.000 23	0.001 11
R/%	0.000 02	0.000 04	0.000 20
镍的质量分数/%	0.000 02	0.000 20	0.001 00
R/%	0.000 01	0.000 04	0.000 13
铅的质量分数/%	0.000 02	0.000 21	0.001 03
R/%	0.000 01	0.000 03	0.000 16
钯的质量分数/%	0.000 02	0.000 20	0.001 00
R/%	0.000 01	0.000 03	0.000 13
铂的质量分数/%	0.000 02	0.000 20	0.001 02
R/%	0.000 01	0.000 03	0.000 12
铯的质量分数/%	0.000 02	0.000 20	0.001 02
R/%	0.000 01	0.000 03	0.000 15

表 3 (续)

铈的质量分数/%	0.000 02	0.000 20	0.001 01
R/%	0.000 01	0.000 03	0.000 23
硒的质量分数/%	0.000 06	0.000 21	0.001 02
R/%	0.000 03	0.000 04	0.000 13
锡的质量分数/%	0.000 12	0.000 53	0.001 04
R/%	0.000 07	0.000 12	0.000 20
碲的质量分数/%	0.000 02	0.000 20	0.001 02
R/%	0.000 01	0.000 04	0.000 15
钛的质量分数/%	0.000 02	0.000 20	0.000 99
R/%	0.000 01	0.000 03	0.000 15
锌的质量分数/%	0.000 05	0.000 20	0.001 00
R/%	0.000 02	0.000 05	0.000 20

10 质量控制和保证

应用国家级或行业级标准样品(当两者没有时,也可用自制的控制样品代替),每周或两周验证一次本标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核,并采取相应的预防措施。

附录 A
(资料性附录)
仪器参数和内标组划分

A.1 仪器工作参数

使用美国 PerkinElmer 公司的 Elan 9000 型电感耦合等离子体质谱仪¹⁾,其测定银、铝、砷、铋、镉、铬、铜、铁、铈、镁、锰、钠、镍、铅、钡、铂、铈、铈、铈、锡、铈、铈、铈和铈的质量数如表 A.1。

表 A.1

元素	质量数	元素	质量数	元素	质量数	元素	质量数
Ag	107	Al	27	As	75	Bi	209
Cd	111	Cr	52	Cu	63	Fe	57
Ir	193	Mg	24	Mn	55	Na	23
Ni	60	Pb	208	Pd	105	Pt	195
Rh	103	Sb	121	Se	82	Sn	118
Te	130	Ti	47	Zn	66		

注：上述各元素的分析谱线针对美国 PerkinElmer 公司的 Elan 9000 型电感耦合等离子体质谱仪，供使用单位选择各元素的质量数时参考。

A.2 仪器优化参数

仪器经优化后，其灵敏度、双电荷离子、氧化物及背景精密度应满足测定需要。以下为 10 ng/mL 标准溶液的测定参考值，供仪器优化时参考：

灵敏度： $Mg^{24} \geq 100\ 000\ cps$ ；

$In^{115} \geq 400\ 000\ cps$ ；

$U^{238} \geq 300\ 000\ cps$ ；

双电荷离子： $Ba^{++}(69)/Ba^{+}(138) \leq 3\%$ ；

氧化物： $CeO^{+}(156)/Ce^{+}(140) \leq 3\%$ ；

背景 220： $RSD \leq 5\%$ 。

A.3 内标组划分

采用⁴⁵Sc、¹³³Cs 及 ¹⁸⁷Re 3 种元素作为内标元素，它们分别校正的元素为：

Sc 内标：Na、Mg、Al、Ti、Cr、Mn、Fe、Ni、Cu、Zn、Se；

Cs 内标：As、Rh、Pd、Ag、Cd、Sn、Sb、Te；

Re 内标：Ir、Pt、Pb、Bi。

¹⁾ 给出这一信息是为了方便本标准的使用者，并不表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果，则可使用这些等效产品。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
高纯金化学分析方法
第 2 部分: ICP-MS-标准
加入校正-内标法
测定杂质元素的含量
GB/T 25934.2—2010

*

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

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

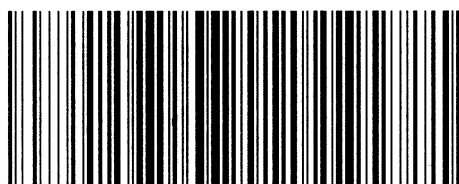
*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 19 千字
2011年6月第一版 2011年6月第一次印刷

*

书号: 155066·1-42519 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 25934.2-2010