

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 244.9—2008

高纯铝化学分析方法 第 9 部分：电感耦合等离子体质谱法 测定杂质含量

Chemical analysis methods of high purity aluminum—
Part 9: Determination of trace impurities in high purity
aluminum by inductively coupled mass spectrometry

2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

前 言

YS/T 244《高纯铝化学分析方法》共分为 9 个部分：

- 第 1 部分：邻二氮杂菲-硫氰酸盐光度法测定铁含量；
- 第 2 部分：钼蓝萃取光度法测定硅含量；
- 第 3 部分：二安替吡啉甲烷-硫氰酸盐光度法测定钛含量；
- 第 4 部分：丁基罗丹明 B 光度法测定镓含量；
- 第 5 部分：阳极溶出伏安法测定铜、锌和铅含量；
- 第 6 部分：催化锰-过硫酸反应体系法测定银含量；
- 第 7 部分：二硫脲萃取光度法测定镉含量；
- 第 8 部分：结晶紫萃取光度法测定铟含量；
- 第 9 部分：电感耦合等离子体质谱法测定杂质含量。

本部分为第 9 部分。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由中国铝业股份有限贵州分公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由中国铝业股份有限河南分公司、北京有色金属研究院总院参加起草。

本部分主要起草人：罗维、袁艺、曹小林、周曼萍、王晓雯、白鹏程、刘红、刘英、王书勤、张予秋。

高纯铝化学分析方法

第 9 部分：电感耦合等离子体质谱法

测定杂质含量

1 范围

本部分规定了高纯铝中铁、钛、镓、铜、锌、铅、铟、镉、银、钴、钼、铋等痕量元素含量的测定方法。

本部分适用于高纯铝($99.999\% \leq \omega(\text{Al}) \leq 99.9995\%$)中铁、钛、镓、铜、锌、铅、铟、镉、银、钴、钼、铋等痕量元素含量的同时测定。测定范围见表 1。

表 1

元 素	测定范围/%	元 素	测定范围/%
铁	$1 \times 10^{-5} \sim 5 \times 10^{-4}$	铟	$1 \times 10^{-6} \sim 5 \times 10^{-5}$
铜	$1 \times 10^{-5} \sim 5 \times 10^{-4}$	银	$1 \times 10^{-6} \sim 5 \times 10^{-5}$
镓	$1 \times 10^{-5} \sim 2 \times 10^{-4}$	钴	$1 \times 10^{-6} \sim 5 \times 10^{-5}$
钛	$1 \times 10^{-5} \sim 2 \times 10^{-4}$	钼	$1 \times 10^{-6} \sim 5 \times 10^{-5}$
锌	$1 \times 10^{-5} \sim 2 \times 10^{-4}$	铋	$1 \times 10^{-6} \sim 5 \times 10^{-5}$
铅	$1 \times 10^{-6} \sim 2 \times 10^{-4}$	铋	$1 \times 10^{-6} \sim 5 \times 10^{-5}$
镉	$1 \times 10^{-6} \sim 5 \times 10^{-5}$		

注：铁元素测量在碰撞室条件下进行。

2 方法提要

试样用盐酸溶解，在稀酸介质中，用 ICP-MS 质谱直接法测定；测定时均以内标法进行校正。

3 试剂

- 3.1 纯水(电阻率 $>18 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$)。
- 3.2 无水乙醇，分析纯。
- 3.3 盐酸(1+3)，超纯。
- 3.4 盐酸(1+1)，BV-III。
- 3.5 标准溶液：铁、钛、镓、铜、锌、铅、铟、镉、银、钴、钼、铋标准贮存溶液(浓度为 $1\,000 \mu\text{g/mL}$)，使用时由标准贮存溶液逐步稀释成所需浓度，采用 2% HCl 或 HNO_3 介质。
- 3.6 混合内标标准溶液：铋、锆标准溶液(浓度为 $1\,000 \mu\text{g/mL}$)，使用前稀释，稀释后溶液 1 mL 含 4 ng 铋、2 ng 锆，采用 2% HCl 介质。

4 仪器和设备

- 4.1 微波消解仪。
- 4.2 电感耦合等离子体质谱仪。

5 试样

- 5.1 试样用盐酸(3.3)浸泡 3 h 以上，用去离子水洗净，再用无水乙醇(3.2)浸洗两次。