



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 34.3—2011
代替 YS/T 34.4—1992

高纯砷化学分析方法 极谱法测定硫量

Method for chemical analysis of the high-purity arsenic—
Predicating method for determinating the concentration of sulfur

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

中华人民共和国有色金属
行业标准
高纯砷化学分析方法
极谱法测定硫量
YS/T 34.3—2011

*

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

服务热线: 010-68522006

2012年6月第一版

*

书号: 155066·2-23621

版权专有 侵权必究

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 3 部分。

本部分代替 YS/T 34.4—1992《高纯砷化学分析方法 极谱法测定硫量》。

本部分按照 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。

本部分主要起草人：程高明、唐云博。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 34.4—1992。

高纯砷化学分析方法

极谱法测定硫量

1 范围

YS/T 34 的本部分规定了高纯砷中硫含量的测定方法。

本部分适用于砷(99.999%)中硫含量的测定。测定范围为 0.000 03%~0.000 15%。

2 方法提要

试料经盐酸-硝酸溶解后,蒸干。加入氢溴酸,120 °C 加热挥发除砷。盐酸、氢碘酸、次磷酸钠混合物还原杂质硫,生成硫化氢。氢氧化钠-EDTA 溶液吸收,示波极谱测定。

3 试剂 标准溶液

3.1 去离子水(电阻率大于 15 MΩ·cm)。

3.2 盐酸:1 000 mL 高纯盐酸(ρ 1.19 g/mL),加入 0.4 g 氯化钡,亚沸蒸馏后使用。

3.3 硝酸:1 000 mL 高纯硝酸(ρ 1.42 g/mL),加入 0.4 g 硝酸钡,亚沸蒸馏后使用。

3.4 氢溴酸:500 mL 高纯氢溴酸(40%),置于回馏瓶中,加入 20 g 次磷酸钠($\text{NaH}_2\text{PO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$),以 2 L/min~3 L/min 的速度通纯氩(3.10),加热溶液,保持沸腾,回馏 4 h。回馏液再进行亚沸蒸馏,弃去 150 mL 馏头,收集 250 mL 馏分备用。氢溴酸浓度应不低于 8.4 mol/L。

3.5 氢氧化钠-EDTA 吸收溶液:移取 40.0 mL~45.0 mL 高纯氢氧化钠溶液(40%)、5.0 mL EDTA 溶液(0.5 mol/L),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,移入聚乙烯瓶中保存。此溶液氢氧化钠浓度和 EDTA 浓度分别为 1 mol/L、0.01 mol/L。

注:市售高纯氢氧化钠溶液(40%)经标定后使用。

3.6 还原剂(I):移取 400 mL 氢碘酸(45%)、210 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL)、120 g 次磷酸钠,置于回馏瓶中,以 2 L/min 的速度通纯氩(3.10),加热保持沸腾(约 114 °C),回馏 5 h。冷却至室温,移入石英瓶,存放于阴凉处(半月内有效)。沸水浴加热溶解盐类后使用。

3.7 还原剂(II):移取 250 mL 氢碘酸(45%)、60 mL 冰醋酸、50 g 次磷酸钠,置于回馏瓶中,以 2 L/min 的速度通纯氩(3.10),加热保持沸腾(约 118 °C),回馏 4 h,存放于阴凉处(半月内有效)。

3.8 硫酸钠溶液:准确称取 4.431 g 硫酸钠(经 105 °C 烘干),置于 1 000 mL 容量瓶中,加入 50 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL),硫酸钠溶解后,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 硫。

3.9 硫标准溶液:准确移取 1.0 mL 硫酸钠溶液(3.8),置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 硫。

3.10 纯氩或纯氮:>99.9%。

4 挥发装置与仪器

4.1 示波极谱仪

电压扫描范围 0 V~2 V。