

中华人民共和国国家标准

GB/T 23362.4—2009

高纯氢氧化铟化学分析方法 第 4 部分:铝、铁、铜、锌、镉、铅和 铊量的测定 电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of high purity indium hydroxide—
Part 4: Determination of aluminum, iron, copper, zinc,
cadmium, lead and thallium content—
Inductively coupled plasma mass spectrometry

2009-03-19 发布 2010-01-01 实施

前 言

GB/T 23362《高纯氢氧化铟化学分析方法》分为 6 个部分:

- ——第1部分:砷量的测定 原子荧光光谱法;
- ---第2部分:锡量的测定 苯基荧光酮分光光度法;
- 一一第3部分:锑量的测定 原子荧光光谱法;
- ——第4部分:铝、铁、铜、锌、镉、铅和铊量的测定 电感耦合等离子体质谱法;
- ——第5部分:氯量的测定 硫氰酸汞分光光度法;
- ——第6部分:灼减量的测定 称量法。

本部分为第4部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由广西冶金产品质量监督检验站、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由广西铟工业协会、广西华锡集团有限责任公司、桂林矿产地质研究院参加起草。

本部分主要起草人:黄肇敏、何焕全、韦莉、覃祚明、黄旭升、杨仲平、伍祥武、施意华。

高纯氢氧化铟化学分析方法 第 4 部分:铝、铁、铜、锌、镉、铅和 铊量的测定 电感耦合等离子体质谱法

1 范围

GB/T 23362 的本部分规定了高纯氢氧化铟中铝、铁、铜、锌、镉、铅和铊量的测定方法。

本部分适用于高纯氢氧化铟中铝、铁、铜、锌、镉、铅和铊量的测定。测定范围(质量分数)为铝、铁、锌、铅 $0.000~05\%\sim0.004~0\%$,铜、镉、铊 $0.000~02\%\sim0.004~0\%$ 。

2 方法提要

试料经硝酸溶解后,铝、铁以钪为内标,在碰撞/反应池工作模式下测定其同位素的信号强度(离子计数);铜、锌、镉、铅、铊以铑为内标,在正常工作模式下采用耐高盐接口测定其同位素的信号强度(离子计数),计算各元素含量。

3 试剂

除非另有说明,仅使用确认为优级纯的试剂和二次蒸馏水或与其纯度相当的水;标准溶液、试剂溶液贮存于塑料瓶中。

- 3.1 硝酸(ρ 约 1.42 g/mL),经亚沸蒸馏提纯。
- 3.2 盐酸(ρ 约 1.19 g/mL),经亚沸蒸馏提纯。
- 3.3 铝标准贮存溶液: 称取 0.1000 g 金属铝(质量分数 $\geq 99.99\%$), 置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 盐酸 (1+1), 盖上表面皿, 微热使之完全溶解, 用水洗涤表面皿及杯壁, 冷却。移入 1000 mL 容量瓶中, 加入 20 mL 硝酸(3.1), 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铝。
- 3.4 铁标准贮存溶液:称取 0.1000 g 金属铁(质量分数 \geq 99.99%),置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 盐酸(1+1)和 0.5 mL 过氧化氢,盖上表面皿,微热至完全溶解,用水洗涤表面皿及杯壁,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 50 mL 硝酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 $100~\mu g$ 铁。
- 3.5 铜标准贮存溶液:称取 0.100~0~g 金属铜(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 250~mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10~mL 硝酸 (1+1),盖上表面皿,微热使之完全溶解,用水洗涤表面皿及杯壁,冷却。移入 1~000~mL 容量瓶中,加入 50~mL 硝酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1~mL 含 $100~\mu g$ 铜。
- 3.6 锌标准贮存溶液:称取 0.1000 g 金属锌(质量分数 \geq 99.99%),置于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 硝酸(1+1),盖上表面皿,低温加热至完全溶解,用水洗涤表面皿及杯壁,冷却。移入 1000 mL 容量瓶中,加入 100 mL 硝酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 锌。
- 3.7 镉标准贮存溶液:称取 0.100~0~g 金属镉(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 250~mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10~mL 硝酸 (1+2),盖上表面皿,微热使之完全溶解,用水洗涤表面皿及杯壁,冷却。移入 1~000~mL 容量瓶中,加入 100~mL 硝酸 (3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1~mL 含 $100~\mu$ g 镉。
- 3.8 铅标准贮存溶液:称取 0.100~0~g 金属铅(质量分数 \geq 99.99%),置于 250~mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10~mL 硝酸 (1+1),盖上表面皿,低温加热完全溶解,用水洗涤表面皿及杯壁,冷却。移入 1~000~mL 容量瓶中,加入 100~mL 硝酸 (3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1~mL 含 $100~\mu g$ 铅。
- 3.9 铊标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铊(质量分数≥99.99%),置于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,