



中华人民共和国国家标准

GB/T 37211.2—2018

金属锗化学分析方法 第2部分：铝、铁、铜、镍、铅、钙、 镁、钴、铟、锌含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of germanium metal—
Part 2: Determination of aluminium, iron, copper, nickel, lead, cadmium,
magnesium, cobalt, indium, zinc content—Inductively coupled plasma mass
spectrometry method

2018-12-28 发布

2019-11-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 37211《金属锆化学分析方法》分为 2 个部分：

——第 1 部分：砷含量的测定 砷斑法；

——第 2 部分：铝、铁、铜、镍、铅、钙、镁、钴、钢、锌含量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 GB/T 37211 的第 2 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：云南临沧鑫圆锆业股份有限公司、中锆科技有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、衡阳恒荣高纯半导体材料有限公司、广东先导稀材股份有限公司、锡林郭勒通力锆业有限责任公司、云南东昌金属加工有限公司。

本部分主要起草人：普世坤、朱知国、李正美、俞义海、刘红、王晓华、陈建国、尹国文、邓育宁、朱赞芳。

金属锆化学分析方法

第2部分：铝、铁、铜、镍、铅、钙、 镁、钴、铟、锌含量的测定

电感耦合等离子体质谱法

警告——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 37211 的本部分规定了还原锆锭、还原锆粉、区熔锆锭及其废料、锆单晶及其废料等锆金属中铝、铁、铜、镍、铅、钙、镁、钴、铟、锌含量的测定方法。

本部分适用于金属锆中杂质元素铝、铁、铜、镍、铅、钙、镁、钴、铟、锌等含量的测定。测定范围： $0.005 \times 10^{-4} \% \sim 1.00 \times 10^{-4} \%$ 。

2 方法原理

试料用王水氧化溶解后，生成易挥发的四氯化锆，经低温（70℃～100℃）蒸发后与金属杂质离子分离，蒸发残留物再用硝酸溶解后定容，在电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）上进行测定。

3 试剂

3.1 制备溶液和分析用水均为去离子水或相当纯度的水，电阻率不小于 $18 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ ，实验所用器皿均用稀硝酸（1+4）煮沸浸泡过夜后，用纯水彻底清洗干净待用。

3.2 盐酸（ $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$ ）：MOS级或相当纯度。

3.3 硝酸（ $\rho = 1.42 \text{ g/mL}$ ）：MOS级或相当纯度。

3.4 王水：将盐酸（3.2）与硝酸（3.3）按 3 : 1 比例混匀，现用现配。

3.5 多元素混合标准溶液 A：采用国内外可以量值溯源的有证标准物质配制，此溶液中铝、铁、铜、镍、铅、钙、镁、钴、铟、锌的质量浓度各 $100 \mu\text{g/mL}$ 。

3.6 混合标准溶液 B：移取 10.00 mL 混合标准溶液 A（3.5）于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸（3.3），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含铝、铁、铜、镍、铅、钙、镁、钴、铟、锌各 $10 \mu\text{g}$ 。

3.7 混合标准溶液 C：移取 10.00 mL 混合标准溶液 B（3.6）于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸（3.3），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含铝、铁、铜、镍、铅、钙、镁、钴、铟、锌各 $1 \mu\text{g}$ 。

3.8 混合标准溶液 D：移取 10.00 mL 混合标准溶液 C（3.7）于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸（3.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含铝、铁、铜、镍、铅、钙、镁、钴、铟、锌各 100 ng 。

3.9 混合内标标准溶液 A：采用国内外可以量值溯源的有证标准物质配制，此溶液中钪、铯、铷的质量浓度均为 $100 \mu\text{g/mL}$ 。

3.10 混合内标标准溶液 B：移取 10.00 mL 混合内标标准溶液 A（3.9）于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 硝酸（3.3），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含钪、铯、铷各 $10.00 \mu\text{g}$ 。