

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 902—2013

高纯铼及铼酸铵化学分析方法 铍、钠、镁、铝、钾、钙、钛、 铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、钼、镉、 铟、锡、锑、钡、钨、铂、铊、铅、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of high purity rhenium and ammonium perrhenate—
Determination of beryllium, sodium, magnesium, aluminum, potassium, calcium, titanium,
chromium, manganese, iron, cobalt, nickel, copper, zinc, arsenic, molybdenum, cadmium,
indium, tin, antimony, barium, tungsten, platinum, thallium, lead and bismuth content—
Inductively coupled plasma mass spectrometry

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准起草单位:北京有色金属研究总院、株洲硬质合金集团有限公司、北京矿冶研究总院、金堆城钼业股份有限公司。

本标准主要起草人:李继东、张颖、王长华、孙泽明、刘英、陈秋莲、冯先进、王郭亮、童坚、臧慕文。

高纯铯及铯酸铵化学分析方法

铍、钠、镁、铝、钾、钙、钛、 铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、钼、镉、 铟、锡、锑、钡、钨、铂、铊、铅、铋量的测定

电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本标准规定了高纯铯及铯酸铵中铍、钠、镁、铝、钾、钙、钛、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、钼、镉、铟、锡、锑、钡、钨、铂、铊、铅、铋含量的测定方法。

本标准适用于高纯铯及铯酸铵中铍、钠、镁、铝、钾、钙、钛、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、钼、镉、铟、锡、锑、钡、钨、铂、铊、铅、铋含量的测定。测定范围:0.000 1%~0.005 0%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解,以铯内标进行校正,用电感耦合等离子体质谱仪直接测定,按工作曲线法计算各元素的质量浓度,以质量分数表示测定结果。

3 试剂

除非另有说明,本标准所用的试剂均为优级纯,所用的水为一级水。

3.1 氢氟酸($\rho=1.16$ g/mL)

3.2 硝酸(1+1)。

3.3 硝酸(1+9)。

3.4 铍、钠、镁、铝、钾、钙、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、铊、镉、铟、钨、铂、铊、铅(硝酸介质);锡、锑、铋(盐酸介质);钛、钼、钨(氢氟酸介质)标准贮存溶液(国家标准样品/国家标准物质),质量浓度为1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

3.5 混合标准溶液 A:分别移取10 mL各元素标准贮存溶液(铯元素除外)(3.4)于1 000 mL塑料容量瓶中,补加2 mL氢氟酸(3.1),20 mL硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含铍、钠、镁、铝、钾、钙、钛、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、钼、镉、铟、锡、锑、钡、钨、铂、铊、铅、铋各10 μg 。

3.6 混合标准溶液 B:移取10 mL混合标准溶液 A于100 mL塑料容量瓶中,补加2 mL硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含铍、钠、镁、铝、钾、钙、钛、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、钼、镉、铟、锡、锑、钡、钨、铂、铊、铅、铋各1 μg ,用时现配。

3.7 铯内标溶液:移取1 mL铯元素标准贮存溶液(3.4)于1 000 mL塑料容量瓶中,补加20 mL硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含铯1 μg 。

4 仪器

4.1 电感耦合等离子体质谱仪:质量分辨率在10%峰高处优于 $(0.8\pm 0.1)\text{u}$;配备耐氢氟酸进样系统;配备能够消除干扰离子如 $^{38}\text{Ar}^1\text{H}^+$ 、 $^{40}\text{Ar}^+$ 和 $^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$ 等的部件。

4.2 各元素测定同位素见表1。