ICS 77.040

H17

|  |
| --- |
|  |

CNIA

中华人民共和国有色金属协会标准

CNIA /T XXX—XXXX

|  |
| --- |
|  |

多晶硅生产尾气净化用活性炭中杂质含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Test method for elements content of activated carbon for exhaust gas purification in polysilicon production—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

|  |
| --- |
| （讨论稿） |
| 本稿完成日期：2018年09月 |

1. XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

中华人民共和国工业和信息化部   发布

前  言

本标准按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：内蒙古神舟硅业有限责任公司、。

本标准主要起草人：

多晶硅生产尾气净化用活性炭中杂质含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1. 范围

本标准规定了多晶硅生产尾气净化用活性炭中硼、磷、铝、铬、铁、镍、铜、锌含量的测定方法。

本标准适用于多晶硅生产尾气净化用活性炭中硼、磷、铝、铬、铁、镍、铜、锌含量的测定。各元素测定范围见表1。

表1 测定范围

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数/% | 元素 | 质量分数/% |
| 硼 | 0.00030～0.10 | 铁 | 0.00010～0.50 |
| 磷 | 0.00030～0.10 | 镍 | 0.00010～0.10 |
| 铝 | 0.00050～0.10 | 铜 | 0.00020～0.10 |
| 铬 | 0.00010～0.10 | 锌 | 0.00010～0.10 |

1. 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析试验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定。

1. 方法提要

试样用盐酸溶液煮沸，冷却后过滤，定容。试样溶液引入等离子体原子发射光谱仪，在选定的最佳测定条件下，测量试液中硼、磷、铝、铬、铁、镍、铜、锌的含量。

1. 试剂或材料

本标准中所用试剂和水在没有注明其它要求时，均指优级纯试剂和GB/T 6682规定的二级水或相当纯度的水。

盐酸，质量分数37%，电子级。

盐酸(1+9)。

硼标准贮存溶液，1000 μg/mL。

磷标准贮存溶液，1000 μg/mL。

铝标准贮存溶液，1000 μg/mL。

铬标准贮存溶液，1000 μg/mL。

铁标准贮存溶液，1000 μg/mL。

镍标准贮存溶液，1000 μg/mL。

铜标准贮存溶液，1000 μg/mL。

锌标准贮存溶液，1000 μg/mL。

硼标准溶液：移取10.00mL硼标准贮存溶液（4.4）于100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀，此溶液1mL含100μg硼。

磷标准溶液：移取10.00mL磷标准贮存溶液（4.5）于100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀，此溶液1mL含100μg磷。

铝标准溶液：移取10.00mL铝标准贮存溶液（4.6）于100mL容量瓶中，加入5mL盐酸（4.2），以水稀释至刻度，摇匀，此溶液1mL含100 μg铝。

铬标准溶液：移取10.00mL铬标准贮存溶液（4.7）于100mL容量瓶中，加入5mL盐酸（4.2），以水稀释至刻度，摇匀，此溶液1mL含100μg铬。

铁标准溶液：移取10.00mL铁标准贮存溶液（4.8）于100mL容量瓶中，加入5mL盐酸（4.2），以水稀释至刻度，摇匀，此溶液1mL含100μg铁。

镍标准溶液：移取10.00mL镍标准贮存溶液（4.9）于100mL容量瓶中，加入5mL盐酸（4.2），以水稀释至刻度，摇匀，此溶液1mL含100 μg镍。

铜标准溶液：移取10.00mL铜标准贮存溶液（4.10）于100mL容量瓶中，加入5mL盐酸（4.2），以水稀释至刻度，摇匀，此溶液1mL含100μg铜。

锌标准溶液：移取10.00mL锌标准贮存溶液（4.11）于100mL容量瓶中，加入5mL盐酸（4.2），以水稀释至刻度，摇匀，此溶液1mL含100 μg锌。

硼、铬、镍、铜、锌标准混合溶液：分别移取10.00 mL硼标准溶液（4.12）、10.00 mL铬标准溶液（4.15）、10.00 mL镍标准溶液（4.17）、10.00 mL铜标准溶液（4.18）、10.00 mL锌标准溶液（4.19）于100mL容量瓶中，加入5mL盐酸（4.2），以水稀释至刻度，摇匀，此溶液1mL含硼、铬、镍、铜、锌均为10 μg（用时稀释）。

1. 仪器设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪，使用功率750 W～1750 W，仪器的工作条件见附录A。

分析天平，精度0.1mg。

铂金坩埚，100 mL。

PFA容量瓶，100 mL。

1. 试验步骤
   1. 试料

称取经粉碎至≤71μm（通过200目筛）的干燥试样1.00 g试样（6），称准至0.0001 g。

* 1. 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

* 1. 空白试验。

随同试样做空白试验。

* 1. 分析试液的制备

将试料（6.1）置于100 mL白金坩埚中，加盐酸（4.3）25 mL，缓和煮沸5min，稍冷过滤于100 mL容量瓶中，并用热水分次洗涤残渣，滤液和洗液合并，冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。必要时根据工作曲线范围，稀释待测溶液。

* 1. 系列标准溶液的配制

在一组100 mLPFA容量瓶中加入适量的硼、铬、镍、铜、锌标准溶液（4.20）和磷标准溶液（4.13）、铝标准溶液（4.14）、铁标准溶液（4.16），其介质和酸度与试样溶液一致，以水稀释到刻度，摇匀。以不加标准溶液的试样作为空白溶液，待测元素含量应在所做工作曲线范围之内，系列标准溶液的数量由精度要求决定，至少取6个点。

* 1. 测定
     1. 各待测元素的推荐分析线见表2。

表2 待测元素的推荐分析线

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 推荐谱线 | 元素 | 推荐谱线 |
| 硼 | 182.5 208.9 | 铁 | 259.9 |
| 磷 | 177.4 178.2 213.6 | 镍 | 234.6 341.4 |
| 铝 | 308.2 396.1 | 铜 | 324.7 327.3 |
| 铬 | 205.5 | 锌 | 202.5 206.2 213.8 |

6.6.2 根据仪器情况选择适宜的氩气流量。

6.6.3 将系列标准溶液（6.5）引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪（5.1）中，输入根据试验所选择的仪器最佳测定条件，在各元素选定的分析线处，测定系列标准溶液中各元素的强度，当工作曲线的线性相关系数≥0.999时，即可进行分析试液（6.4）的测定，根据光强度和浓度的关系计算机自动给出样品中各元素的质量浓度。

1. 试验数据处理

各待测元素的含量以其质量分数*ω*(*x*)计，按式（1）计算。计算数值的修约应符合GB/T 8170要求。

……………………（1）

式中：

*ω*(*x*)——待测元素的含量，单位为百分比（ %）；

*c*——样品中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*c*0——空白试验溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V*——测定试液体积，单位为毫升（mL）；

*F*——稀释系数；

*m*——试料的质量，单位为克（g）。

1. 精密度

重复性限

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（*ｒ*），超过重复性限（*ｒ*）的情况不超过5%，重复性限（*ｒ*）按表3数据采用线性内插法求得。

表3 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 质量分数/% | 0.00010 | 0.00050 | 0.0010 | 0.0050 | 0.0100 | 0.050 | 0.100 | 0.50 |
| 重复性限r/% |  |  |  |  |  |  |  |  |

* 1. 再现性限

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限（R）按表4数据采用线性内插法求得。

表4 再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 质量分数/% | 0.00010 | 0.00050 | 0.0010 | 0.0050 | 0.0100 | 0.050 | 0.100 | 0.50 |
| 再现性限R/% |  |  |  |  |  |  |  |  |

1. 质量保证和控制

每月用自制控制标样（如有国家级或行业级标样时，应首先使用）校核一次本标准分析方法的有效性。当过程失控时，应找出原因，纠正错误，重新进行校核。

1. 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

─—样品名称；

─—所使用的标准（包括发布或出版年号）；

─—分析结果及其表示；

─—测定中观察到的异常现象；

─—试验日期。

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

附录A

（资料性附录）

仪器工作条件

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 功率/W | 辅助气/(L/min) | 雾化器压力/MPa | 泵速/（r/min） | 长波/s | 短波/s |
| 1150 | 0.5 | 0.20～0.24 | 50 | 5～10 | 8～15 |