

国 家 市 场 监 督 管 理 总 局

国 家 标 准 化 管 理 委 员 会

发布

××××-××-××实施

××××-××-××发布

 **金属锗化学分析方法**

 **第3部分： 痕量杂质元素的测定**

 **辉光放电质谱法**

Method for chemical analysis of Metal germanium—

Determination of trace impurity elements content— Glow discharge mass spectrometry

 (讨论稿)

GB/T ××××.3-20××

中华人民共和国国家标准

ICS 29.045

CCS H 14

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口

本标准起草单位：广东先导稀材股份有限公司

本标准主要起草人：

金属锗化学分析方法

第3部分：痕量杂质元素的测定

辉光放电质谱法

1. **范围**

本文件规定了金属锗中痕量杂质元素含量的测定方法。

本文件适用于金属锗中痕量杂质元素含量的测定。元素测定范围为：10µg/kg~2000µg/kg。

**2 规范性引用文件**

本文件没有规范性引用文件。

**3 原理**

试料作为阴极进行辉光放电，在氩气气氛下，其表面原子被溅射而脱离试样进入辉光放电等离子体中，在等离子体中离子化后被导入质谱仪。在各元素同位素质量数处以预设的扫描点数和积分时间对相应谱峰积分，所得面积即为谱峰强度。有标准样品时，首先在相同测定条件下对标准样品进行独立测定获得相对灵敏度因子，然后用该相对灵敏度因子计算出各元素的质量分数；无标准样品时，计算机根据仪器软件中的“典型相对灵敏度因子”自动计算出各元素的质量分数。

**4 术语和定义**

 本文件没有需要界定的术语和定义

**5 试剂和材料**

 除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

**5.1**无水乙醇。

**5.2**氢氟酸（*ρ* 1.42g/mL）。

**5.3**氢氟酸（1+9）。

**5.4**仪器背景监控样品，被测元素质量分数低于被测试样的10倍以上。

**5.5**氩气（纯度≥99.999%）。

**5.6**氮气（纯度≥99.99%）。

**6 仪器和设备**

**6.1**高质量分辨率辉光放电质谱仪，中分辨率模式下分辨率可达3000～4000，高分辨率模式下分辨率可达9000～10000。

**6.2**测定同位素及分辨率见表1。测定时要求Ge同位素的谱峰强度不小于1×109cps，峰形符合分辨率要求。

表1 同位素及分辨率

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元 素 | 同位素质量数 | 分辨率 | 元 素 | 同位素质量数 | 分辨率 | 元 素 | 同位素质量数 | 分辨率 |
| Li | 7 | 中分辨 | As | 75 | 高分辨 | Sm | 152 | 中分辨 |
| Be | 9 | 中分辨 | Se | 82 | 高分辨 | Eu | 153 | 中分辨 |
| B | 11 | 中分辨 | Br | 79 | 高分辨 | Gd | 158 | 中分辨 |
| F | 19 | 中分辨 | Rb | 85 | 高分辨 | Tb | 159 | 中分辨 |
| Na | 23 | 中分辨 | Sr | 88 | 高分辨 | Dy | 164 | 中分辨 |
| Mg | 24 | 中分辨 | Y | 89 | 高分辨 | Go | 165 | 中分辨 |
| Al | 27 | 中分辨 | Zr | 91 | 高分辨 | Er | 166 | 中分辨 |
| Si | 28 | 中分辨 | Nb | 93 | 高分辨 | Tm | 169 | 中分辨 |
| P | 31 | 中分辨 | Mo | 95 | 中分辨 | Yb | 174 | 中分辨 |
| S | 32 | 中分辨 | Ru | 102 | 中分辨 | Lu | 175 | 中分辨 |
| Cl | 35 | 中分辨 | Rh | 103 | 中分辨 | Hf | 178 | 中分辨 |
| K | 39 | 高分辨 | Pd | 105 | 中分辨 | Ta | 181 | 中分辨 |
| Ca | 44 | 中分辨 | Ag | 107 | 中分辨 | W | 184 | 中分辨 |
| Sc | 45 | 中分辨 | Cd | 111 | 高分辨 | Re | 187 | 中分辨 |
| Ti | 48 | 中分辨 | In | 115 | 中分辨 | Os | 192 | 中分辨 |
| V | 51 | 中分辨 | Sn | 119 | 中分辨 | Ir | 193  | 中分辨 |
| Cr | 52 | 中分辨 | Sb | 121 | 中分辨 | Pt | 194 | 中分辨 |
| Mn | 55 | 高分辨 | Te | 130 | 中分辨 | Au | 197 | 高分辨 |
| Fe | 56 | 高分辨 | I | 127 | 中分辨 | Hg | 202 | 中分辨 |
| Co | 59 | 中分辨 | Cs | 133 | 中分辨 | Tl | 205 | 中分辨 |
| Ni | 60 | 中分辨 | Ba | 138 | 中分辨 | Pb | 208 | 中分辨 |
| Cu | 63 | 中分辨 | La | 139 | 中分辨 | Bi | 209 | 中分辨 |
| Zn | 64 | 中分辨 | Ce | 140 | 中分辨 | Th | 232 | 中分辨 |
| Ga | 69 | 中分辨 | Pr | 141 | 中分辨 | U | 238 | 中分辨 |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |

**6.3** 用机械加工设备将样品制备成所需要的几何形状（块状或棒状），试料待分析面应平坦光滑。

**7 样品**

试料尺寸符合要求，能放入辉光放电离子源内并且能够稳定地进行辉光放电。

**8 试验步骤**

**8.1**样品预处理

将加工好的样品依次用氢氟酸（5.3）、去离子水、无水乙醇（5.1）清洗干净，吹干或晾干后，装入辉光放电离子源中。

**8.2**仪器背景监控试验

测定仪器背景监控样品，观察被测元素的仪器背景情况。

**8.3**相对灵敏度因子的测定

使用锗标准样品（3.4）得出各被测元素的相对灵敏度因子。

**8.4测定**

**8.4.1**选择适当电流进行10～20min电流预溅射，以清除试料表面污染。

**8.4.2**将辉光放电离子源溅射条件调节到分析所需要的条件，进行测量。同一溅射点连续采集的三个测量数据的精密度满足表2所允许的相对偏差的要求时，取其平均值作为测量结果。被测元素的含量以质量分数计，计算机直接给出计算结果。

**9 分析结果的计算**

被测元素的含量以质量分数计，按公式(1)计算：

 ……………………………(1)

式中:

*w*x ——待测元素质量分数，单位为微克每千克（μg/kg）；

RSF（X/Ge）——在特定辉光放电条件下测定Ge中X杂质的校正系数，即“典型相对灵敏度因子”；

Ix ——待测元素X的同位素谱峰强度，cps；

IGe  ——Ge元素的同位素谱峰强度，cps；

Ax ——待测元素X的同位素丰度；

AGe ——Ge元素的同位素丰度；

*W*Ge——锗的质量分数定义为1.00×109μg/Kg。

**10 允许差**

实验室之间分析结果的相对偏差应不大于表2所列的允许相对偏差。

表2 允许差

|  |  |
| --- | --- |
| 元素含量范围*w/*(µg/kg) | 允许相对偏差/% |
| 10～50 | 200 |
| ＞50～100 | 150 |
| ＞100～300 | 100 |
| ＞300～500 | 40 |
| ＞500～1000 | 30 |
| ＞1000～2000 | 20 |

**11 试验报告**

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

*——*试验对象；

*——*所使用的标准（包括发布或出版年号）；

*——*所使用的方法（如果标准中包括几个方法）；

*——*结果；

*——*观察的异常现象；

*——*试验日期。