**行业标准《掺锡氧化铟粉化学分析方法**

 **第2部分: 硅含量的测定 钼蓝光度法》**

**编制说明**

**(送审稿)**

行业标准《掺锡氧化铟粉化学分析方法》起草小组

 　 2019.4

1. **任务来源**

根据工信厅科[2017]40号《工业和信息化部办公厅关于印发2017年第一批行业标准制修订计划的通知》，全国有色金属标准化技术委员会文件“有色标委【2017】31号”《关于转发2017年有色金属国家、行业、协会标准制（修）订项目计划的通知》”，以及全国有色金属标准化技术委员会文件“有色标委【2017】95号”，“关于印发《掺锡氧化铟粉化学分析方法》等18项标准任务落实会会议纪要的通知”，《掺锡氧化铟粉化学分析方法 第2部分：硅含量的测定 钼蓝光度法》行业标准由广西壮族自治区冶金产品质量检验站负责起草，标准起草单位为广西晶联光电材料有限责任公司，第一验证单位为广西壮族自治区分析测试研究中心、桂林理工大学南宁分校、北矿检测技术有限公司、国标（北京）检验认证有限公司，第二验证单位为南宁奥博斯检测科技有限责任公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、广东先导稀材股份有限公司、广东省工业分析检测中心、洛阳晶联光电材料有限责任公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司。

项目计划号：2017-0136T-YS，完成时间2019年。

**二、编制过程（包括编制原则、工作分工、征求意见单位、各阶段工作过程等）** **1. 标准制订主要遵循的原则**

**1)** 符合性：本标准格式严格按照国家标准《标准化工作导则》GB/T 1.1-2009、标准编写规则 第4部分：试验方法标准GB/T 20001.4-2014的要求编写，并符合有色行业标准编制要求。

**2)** 合理性与实用性：本标准反映了国内生产、贸易、检验等企事业的技术水平，便于生产，利于应用，经济上合理，兼顾现有资源的合理配置，同时也可以起到规范和引导生产及消费市场的作用。

**3)** 创新性和先进性：本标准填补了国内掺锡氧化铟粉硅含量测定标准的空白，满足掺锡氧化铟粉行业硅含量的检测要求，适应高技术新材料产业的高质量发展。

**2. 工作过程**

**2.1** 立项批准

2017年4月12日，国家工业和信息化部下发《工业和信息化部办公厅关于印发2017年第一批行业标准制修订计划的通知》（工信厅科[2017]40号），2017年9月11日，全国有色金属标准化技术委员会下发“关于转发2017年有色金属国家、行业、协会标准制（修）订项目计划的通知”（有色标委【2017】31号），《掺锡氧化铟粉化学分析方法 第2部分：硅含量的测定 钼蓝光度法》行业标准获准立项，项目计划号：2017-0136T-YS，完成时间2019年。

批准立项后，由广西壮族自治区冶金产品质量检验站牵头，成立了行业标准《掺锡氧化铟粉化学分析方法 第2部分：硅含量的测定 钼蓝光度法》起草小组，负责该标准起草前期工作。

**2.2** 任务落实

根据国家标准化管理委员会及工业和信息化部标准计划项目的安排要求，全国有色金属标准化技术委员会于2017年8月22日～8月24日在山东省泰安市召开有色标准工作会议，会议代表就行业标准《掺锡氧化铟粉化学分析方法 第2部分：硅含量的测定 钼蓝光度法》（项目计划号：2017-0136T-YS）起草有关问题进行讨论，全国有色金属标准化技术委员会进一步明确各责任单位（人）的具体工作安排，并形成了会议纪要：“有色标委【2017】95号”，“关于印发《掺锡氧化铟粉化学分析方法》等18项标准任务落实会会议纪要的通知”。

本标准起草小组经与各个起草单位协商一致，并经全国有色金属标准化技术委员会同意，行业标准起草分工如下：

广西壮族自治区冶金产品质量检验站为牵头、负责起草单位，统筹协调标准起草各项工作；

广西晶联光电材料有限责任公司负责起草的试验研究工作、起草标准文本；

广西壮族自治区冶金产品质量检验站、广西壮族自治区分析测试研究中心、广东先导稀材股份有限公司负责制备试验所用的比对样品。由广西壮族自治区冶金产品质量检验站分发给试验单位；

第一验证单位：广西壮族自治区分析测试研究中心、桂林理工大学南宁分校、北矿检测技术有限公司、国标（北京）检验认证有限公司；

第二验证单位：南宁奥博斯检测科技有限责任公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、广东先导稀材股份有限公司、广东省工业分析检测中心、洛阳晶联光电材料有限责任公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司。

**2.3** **各阶段工作过程**

**1）**2017年10月24日至10月26日，标准起草小组人员参加了全国有色金属标准工作会议，对起草《掺锡氧化铟粉化学分析方法 第2部分：硅含量的测定 钼蓝光度法》行业标准进行了研讨。会后，充实了标准起草小组人员，确定了建标的工作计划和进度安排，建标工作任务落实到位。

**2）**2017年11月～2018年3月，标准起草小组收集、整理有关《掺锡氧化铟粉化学分析方法 第2部分：硅含量的测定 钼蓝光度法》资料。标准起草小组在广西壮族自治区冶金产品质量检验站进行初步探索性试验研究。

**3）**2018年4月，标准起草小组在广西壮族自治区冶金产品质量检验站，召开了第一次标准起草工作会议。会议参加单位为标准起草的主要单位，有广西壮族自治区冶金产品质量检验站、广西壮族自治区分析测试研究中心、广西晶联光电材料有限责任公司、南宁奥博斯检测科技有限责任公司、桂林理工大学南宁分校、广西壮族自治区地质矿产测试研究中心等。会议讨论了分析方法的试验情况和比对样品研制等内容，并形成了标准讨论稿初稿。

**4）**2018年5月～6月，标准讨论稿初稿征求各起草单位意见，并做初步修改。标准起草小组人员到广东清远广东先导稀材股份有限公司、广西晶联光电材料有限责任公司进行调研。

**5）**2018年6月，广西壮族自治区冶金产品质量检验站、广西壮族自治区分析测试中心和广东先导稀材股份有限公司的标准制定小组人员通力合作，完成了比对样品的设计，并由广东先导稀材股份有限公司完成了比对样品的研制。

**6）**2018年3月～10月分析方法试验研究、验证单位试验验证。标准讨论稿进一步修改完善，并向全国有色金属标准化技术委员会重金属分标委汇报标准起草情况。

**7）**2018年10月，标准讨论稿修改完善，形成送审讨论稿，并在[www.cnsmq.com](http://www.cnsmq.com)挂网，征求意见。

**8）**2018年10月24日至26日，标准起草小组人员参加了在安徽省合肥市召开的全国有色金属标准工作会议。全国有色金属标准化技术委员会组织业内专家对《掺锡氧化铟粉化学分析方法 第2部分：硅含量的测定 钼蓝光度法》行业标准进行了预审。会上，标准起草单位向与会专家汇报了标准的起草过程、回答专家的质询，听取了专家的修改意见和建议。

**9）**2018年11月14日，全国有色金属标准化技术委员会下文“有色标秘[2018]63号”：“关于印发《掺锡氧化铟粉》等5项标准预审会会议纪要的通知”。

**10）**2018年11月15日，标准起草小组主要成员在广西壮族自治区冶金产品质量检验站召开了工作会议，就落实会议纪要“有色标秘[2018]63号”文精神做了安排。会后，标准起草小组成员分头开展相关工作。

**11）**2018年12月12日，全国有色金属标准化技术委员会下文“有色标秘[2018]71号”：“关于开展锡领域企业现场调研的函”。2018年12月16日至20日，全国有色金属标准化技术委员会对广西华锡集团股份有限公司、柳州百韧特先进材料有限公司、广西晶联光电材料有限责任公司、广西壮族自治区冶金产品质量检验站等单位进行了现场调研，标准起草小组主要成员参与了调研活动。

**12）**2019年1月～2月，标准预审稿进一步修改完善，形成标准送审稿初稿。

**13）**2019年3月29日，标准起草小组主要成员单位广西晶联光电材料有限责任公司、广西壮族自治区分析测试研究中心、广西壮族自治区地质矿产测试研究中心在广西壮族自治区冶金产品质量检验站召开了工作会议，对标准终审稿初稿进行集中讨论修改，形成标准送审稿。

**14）**2019年4月，标准送审稿在[www.cnsmq.com](http://www.cnsmq.com)挂网，征求意见。

**三、主要试验（或验证）的分析、综述报告**

**1、标准提出背景**

我国是铟资源大国，也是铟产品生产的主要国家，占据了世界铟年产量50%以上。金属铟具有延展性好，可塑性强，熔点低，沸点高，低电阻，抗腐蚀等优良特性，且具有较好的光渗透性和导电性，被广泛应用于宇航、无线电和电子工业、医疗、国防、高新技术、能源等领域。生产ITO靶材是金属铟的主要消费领域，占全球铟消费量的70%，ITO靶材通过磁控溅射获得的ITO导电膜作为透明电极广泛应用于笔记本电脑、电脑显示器、智能手机、液晶电视等。掺锡氧化铟粉是生产ITO靶材的主要原料，使用量日益增多，已成为当今信息产业极为重要的基础电子功能材料。掺锡氧化铟粉产品及其检测方法的规范化和标准化，对“中国制造2025”有着积极的促进作用。

目前，掺锡氧化铟粉分析检测鲜有报道，国内外尚未见关于掺锡氧化铟粉中硅量测定的分析方法标准，也没有直接可以引用的化学分析方法标准。为了更好推广掺锡氧化铟粉的应用，规范掺锡氧化铟粉交易双方的贸易行为，促进国内生产商的良性竞争，向国内外用户提供优质的产品，制定掺锡氧化铟粉产品硅量测定标准势在必行。

掺锡氧化铟粉属于高纯材料，一般以高纯金属铟、锡为原料，经湿法冶金（共沉淀法等）或混合法工艺制得。杂质元素一般有铁、铝、铅、镍、铜、镉、铬、铊、硅等，硅杂质元素含量控制在0.0015%以下。

钼蓝光度法是一种经典的硅元素分析方法，非常适合微量硅的测定，将其引入掺锡氧化铟粉分析，建立掺锡氧化铟粉中硅含量测定的化学分析行业标准。

**2、分析方法标准研究情况**

 **1）**方法提要

试料以氢氧化钠熔融分解，用沸水浸取，盐酸酸化。在稀盐酸介质中，硅酸与钼酸铵生成硅钼杂多酸；加入还原液消除磷、砷的干扰，并将其还原为硅钼蓝。于分光光度计波长810 nm处，测量其吸光度，通过标准曲线法计算出试样中硅含量。

硅含量的测定范围（质量分数）：0.0005 %~0.010%，满足掺锡氧化铟粉中硅杂质元素分析要求。

**2）**试料分解

将1.0 g试料（精确至0.000 1g），置于预先铺垫2.0 g氢氧化钠银坩埚中，再加入4.0 g氢氧化钠；放入400 ℃马弗炉，再升温至680 ℃，保温5 min～10 min，样品完全分解。

 **3）**基体干扰情况

硅钼蓝比色法的主要干扰元素为磷与砷，但掺锡氧化铟粉的原料均为高纯物质，基体杂质元素含量都较低，为保险起见，加入了适量草酸，磷、砷允许量分别达0.0025%。在试验条件下，基体共存元素无干扰。

 **4）**试验验证

起草单位、一验证单位、二验证单位比对样品硅含量分析结果吻合。

**（1）**起草单位广西晶联光电材料有限责任公司比对样品分析结果：

**表1** 广西晶联光电材料有限责任公司比对样品硅含量分析结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 样品序号 | 测定值(%) | 平均值(%) | 相对标准偏差RSD(%) |
| 样品1 | 0.00055, 0.00066, 0.00081, 0.00058, 0.00071, 0.00060, 0.00071,0.00065, 0.00079, 0.00084, 0.00056 | 0.00068 | 15.14 |
| 样品2 | 0.00093, 0.00092, 0.0010, 0.00098, 0.0011, 0.00097, 0.00099, 0.00091, 0.00095, 0.0012, 0.00098  | 0.00099 | 8.61 |
| 样品3 | 0.0027, 0.0024, 0.0025, 0.0026, 0.0027, 0.0024, 0.0026, 0.0028 0.0025, 0.0029, 0.0027 | 0.0026 | 6.12 |
| 样品4 | 0.0048, 0.0054, 0.0050, 0.0052, 0.0051, 0.0053, 0.0049, 0.0051, 0.0052,, 0.0047,, 0.0050 | 0.0050 | 4.17 |
| 样品5 | 0.0071, 0.0072, 0.0073, 0.0073, 0.0074, 0.0075, 0.0069, 0.0074, 0.0075, 0.0074, 0.0073 | 0.0073 | 2.45 |
| 样品6 | 0.0097, 0.0096, 0.0095, 0.0097, 0.0095, 0.0097, 0.0096, 0.010, 0.0096, 0.0095, 0.0098 | 0.0098 | 1.56 |

（2）一验单位广西壮族自治区分析测试研究中心比对样品分析结果：

**表2** 广西壮族自治区分析测试研究中心比对样品硅含量分析结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 样品序号 | 测定值(%) | 平均值(%) | 相对标准偏差RSD(%) |
| 样品1 | 0.00057, 0.00063, 0.00076, 0.00061, 0.00075, 0.00061, 0.00069,0.00068, 0.00078, 0.00078, 0.00062 | 0.00068 | 11.33 |
| 样品2 | 0.00100, 0.00096, 0.00098, 0.00101, 0.00109, 0.00091, 0.00105, 0.00093, 0.00092, 0.00105, 0.000101  | 0.00099 | 5.88 |
| 样品3 | 0.0025, 0.0025, 0.0026, 0.0024, 0.0025, 0.0026, 0.0027, 0.0026 0.0025, 0.0025, 0.0024 | 0.0025 | 3.58 |
| 样品4 | 0.0050, 0.0055, 0.0047, 0.0052, 0.0052, 0.0052, 0.0048, 0.0050, 0.0053,, 0.0047, 0.0050 | 0.0050 | 5.03 |
| 样品5 | 0.0070, 0.0071, 0.0072, 0.0073, 0.0074, 0.0075, 0.0071, 0.0069, 0.0072, 0.0074, 0.0074 | 0.0072 | 2.71 |
| 样品6 | 0.0097, 0.0098, 0.0096, 0.0094, 0.0095, 0.0101, 0.0095, 0.0099, 0.0095, 0.0096, 0.0098 | 0.0097 | 2.17 |

（3）一验单位桂林理工大学南宁分校比对样品分析结果：

**表3** 桂林理工大学南宁分校比对样品硅含量分析结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 测定值(%) | 平均值(%) | 相对标准偏差RSD(%) |
| 样品1 | 0.00085, 0.00074, 0.00065, 0.00075, 0.00091, 0.00064, 0.00071,0.00097, 0.00082, 0.00081, 0.00070 | 0.00078 | 13.53 |
| 样品2 | 0.0010, 0.00099, 0.0010, 0.00096, 0.0011, 0.0012, 0.0012, 0.0010, 0.00097, 0.0011, 0.0013  | 0.0011 | 10.67 |
| 样品3 | 0.0028, 0.0027, 0.0025, 0.0029, 0.0027, 0.0028, 0.0026, 0.0027, 0.0026, 0.0030, 0.0028  | 0.0027 | 5.24 |
| 样品4 | 0.0049, 0.0052, 0.0054, 0.0050, 0.0056, 0.0049, 0.0055, 0.0053, 0.0050, 0.0054, 0.0056 | 0.0053 | 5.13 |
| 样品5 | 0.0074, 0.0075, 0.0074, 0.0075, 0.0070, 0.0072, 0.0076, 0.0074, 0.0071, 0.0073, 0.0069 | 0.0073 | 3.06 |
| 样品6 | 0.0095, 0.0097, 0.0098, 0.0093, 0.0092, 0.0096, 0.0100, 0.0096, 0.0094, 0.0101, 0.0095 | 0.0096 | 2.89 |

（4）一验单位北矿检测技术有限公司比对样品分析结果：

表4 北矿检测技术有限公司比对样品硅含量分析结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 样品序号 | 测定值(%) | 平均值(%) | 相对标准偏差RSD(%) |
| 样品1 | 0.00080,0.00054,0.00073,0.00085,0.00068,0.00082,0.00063,0.00065, 0.00070,0.00058,0.00068 | 0.00070 | 13.41 |
| 样品2 | 0.0012,0.0012,0.0010,0.0012,0.00130.0010,0.0010,0.0012,0.0013,0.00140.0010 | 0.0012 | 11.74 |
| 样品3 | 0.0029,0.0028,0.0028,0.0026,0.00310.0026,0.0029,0.0028,0.0027,0.00310.0029 | 0.0028 | 5.68 |
| 样品4 | 0.0049,0.0048,0.0050,0.0053,0.00430.0048,0.0048,0.0051,0.0049,0.00520.0045 | 0.0049 | 5.68 |
| 样品5 | 0.0067, 0.0064, 0.0065, 0.0073, 0.0075, 0.0065, 0.0067, 0.0067, 0.0068, 0.0071, 0.0072 | 0.0068 | 5.07 |
| 样品6 | 0.010, 0.0092,0.0090, 0.010, 0.0092, 0.010,0.010, 0.010, 0.0097, 0.0098, 0.010 | 0.0097 | 3.84 |

（5）一验单位国标（北京）检验认证有限公司比对样品分析结果：

表5 国标（北京）检验认证有限公司比对样品硅含量分析结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 样品序号 | 硅量测定值/% | 平均值/% | RSD/% |
| 1# | 0.00072 | 0.00055 | 0.00068 | 0.00061 | 0.00072 | 0.00066 | 0.000641 | 12.35 |
| 0.00064 | 0.00049 | 0.00072 | 0.00070 | 0.00056 |  |
| 2# | 0.00121 | 0.00115 | 0.00102 | 0.00111 | 0.00108 | 0.00115 | 0.00113 | 8.54 |
| 0.00124 | 0.00102 | 0.00104 | 0.00132 | 0.00108 |  |
| 3# | 0.00245 | 0.00251 | 0.00246 | 0.00262 | 0.00271 | 0.00275 | 0.00259 | 4.49 |
| 0.00262 | 0.00271 | 0.00251 | 0.00248 | 0.00272 |  |
| 4# | 0.00522 | 0.00514 | 0.00505 | 0.00507 | 0.00515 | 0.00526 | 0.00519 | 2.41 |
| 0.00518 | 0.00533 | 0.00545 | 0.00523 | 0.00504 |  |
| 5# | 0.00733 | 0.00742 | 0.00751 | 0.00748 | 0.00726 | 0.00742 | 0.00744 | 1.61 |
| 0.00755 | 0.00763 | 0.00729 | 0.00739 | 0.00756 |  |
| 6# | 0.00988 | 0.00976 | 0.00995 | 0.00986 | 0.0101 | 0.0103 | 0.00993 | 1.53 |
| 0.00986 | 0.00992 | 0.00988 | 0.00993 | 0.00978 |  |

**（6）**二验单位广西壮族自治区冶金产品质量检验站比对样品硅含量分析结果：

**表 6** 广西壮族自治区冶金产品质量检验站比对样品硅含量分析结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 样品序号 | 测定值(%) | 平均值(%) | 相对标准偏差RSD(%) |
| 样品1 | 0.00085, 0.00074, 0.00077, 0.00079, 0.00078, 0.00082, 0.00064,0.00082, 0.00073, 0.00094, 0.00059 | 0.00077 | 12.50 |
| 样品2 | 0.0010, 0.00095, 0.0011, 0.00097, 0.00096, 0.00095, 0.0011, 0.0010, 0.00099, 0.0011, 0.00098  | 0.0010 | 6.04 |
| 样品3 | 0.0028, 0.0029，0.0027, 0.0029, 0.0026, 0.0022, 0.0033, 0.0028, 0.0027, 0.0028, 0.0027 | 0.0028 | 9.02 |
| 样品4 | 0.0054, 0.0050, 0.0049, 0.0047, 0.0052, 0.0053, 0.0050, 0.0051, 0.0051, 0.0056, 0.0053 | 0.0051 | 4.86 |
| 样品5 | 0.0073, 0.0070, 0.0073, 0.0075, 0.0073, 0.0078, 0.0072, 0.0071, 0.0071, 0.0074, 0.0075 | 0.0073 | 3.11 |
| 样品6 | 0.0098, 0.0097, 0.0088, 0.0100, 0.0096, 0.0095，0.0094, 0.0112, 0.0096, 0.0102, 0.0093 | 0.0097 | 6.04 |

**（7）**二验单位南宁奥博斯检测科技有限责任公司比对样品分析结果：

**表7** 南宁奥博斯检测科技有限责任公司比对样品硅含量分析结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 样品序号 | 测定值(%) | 平均值(%) | 相对标准偏差RSD(%) |
| 样品1 | 0.00099, 0.00076, 0.00079, 0.0010, 0.00095, 0.00068, 0.00080,0.0094, 0.00075, 0.0011, 0.00081 | 0.00087 | 15.12 |
| 样品2 | 0.0010, 0.0012, 0.0010, 0.0011, 0.0013, 0.0011, 0.00094, 0.0012, 0.0013, 0.0011, 0.0012  | 0.0011 | 10.65 |
| 样品3 | 0.0027, 0.0031, 0.0032, 0.0028, 0.0030, 0.0031, 0.0030, 0.0026, 0.0027, 0.0028, 0.0029 | 0.0029 | 6.72 |
| 样品4 | 0.0052, 0.0049, 0.0053, 0.0052, 0.0054, 0.0052, 0.0055, 0.0053, 0.0056, 0.0053, 0.0053 | 0.0053 | 3.43 |
| 样品5 | 0.0074, 0.0075, 0.0078, 0.0072, 0.0074, 0.0073, 0.0077, 0.0074, 0.0073, 0.0072, 0.0076 | 0.0074 | 2.64 |
| 样品6 | 0.0095, 0.0098, 0.0099, 0.0098, 0.0098, 0.0096，0.0102, 0.0095, 0.0103, 0.0102, 0.0095 | 0.0098 | 3.02 |

**（8）**二验单位洛阳晶联光电材料有限责任公司比对样品硅含量分析结果：

**表8** 洛阳晶联光电材料有限责任公司比对样品硅含量分析结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 样品序号 | 测定值(%) | 平均值(%) | 相对标准偏差RSD(%) |
| 样品1 | 0.00082, 0.00075, 0.00087, 0.00065, 0.00064, 0.00083, 0.00092,0.00078, 0.00066, 0.00085, 0.00063 | 0.00076 | 13.61 |
| 样品2 | 0.00093, 0.0011, 0.0097, 0.0012, 0.0011, 0.00095, 0.00098, 0.0010, 0.00099, 0.0013, 0.0011  | 0.0011 | 10.95 |
| 样品3 | 0.0029, 0.0024，0.0030, 0.0027, 0.0026, 0.0028, 0.0027, 0.0028, 0.0025, 0.0027, 0.0028  | 0.0027 | 6.33 |
| 样品4 | 0.0055, 0.0056, 0.0052, 0.0051, 0.0056, 0.0049, 0.0052, 0.0048, 0.0055, 0.0053, 0.0053 | 0.0053 | 5.10 |
| 样品5 | 0.0073, 0.0076, 0.0070, 0.0077, 0.0075, 0.0074, 0.0072, 0.0069, 0.0073, 0.0075, 0.0071 | 0.0073 | 3.45 |
| 样品6 | 0.0103, 0.0095, 0.0094, 0.0097, 0.0095, 0.0092，0.0093, 0.0095， 0.0092, 0.0095, 0.0094 | 0.0095 | 3.19 |

**（9）**二验单位深圳市中金岭南有色金属股份有限公司比对样品硅含量分析结果：

表9 深圳市中金岭南有色金属股份有限公司比对样品硅含量分析结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品序号 | 测定值(%) | 平均值(%) | 标准偏差S | 相对标准偏差RSD(%) |
| 样品1 | 0.000817 0.000827 0.000872 0.000878 0.000786 0.000702 0.000908 | 0.000827 | 6.903E-05 | 8.346 |
| 样品2 | 0.00148 0.00142 0.001280.00138 0.00143 0.001260.00133 | 0.00137 | 8.174E-05 | 5.972 |
| 样品3 | 0.00382 0.00391 0.00375 0.00388 0.00406 0.003700.00364 | 0.00382 | 0.000142 | 3.714 |
| 样品4 | 0.00448 0.00468 0.00439 0.00476 0.00454 0.00436 0.00472 | 0.00456 | 0.000161 | 3.531 |
| 样品5 | 0.00752 0.00813 0.00796 0.00774 0.00816 0.00772 0.00836 | 0.00794 | 0.000294 | 3.698 |
| 样品6 | 0.00952 0.00991 0.00939 0.00911 0.00969 0.0108 0.00919 | 0.00966 | 0.000574 | 5.946 |

**（10）**二验单位长沙矿冶研究院有限责任公司比对样品硅含量分析结果：

表10 长沙矿冶研究院有限责任公司比对样品硅含量分析结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | Si单次测量值 % | 平均值 % | RSD % |
| 样品1 | 0.00058 | 0.00068 | 0.00079 | 0.00076 | 0.00057 | 0.00064 | 0.00059 | 0.00066 | 13.45 |
| 样品2 | 0.0011 | 0.001 | 0.001 | 0.0011 | 0.0011 | 0.00097 | 0.00098 | 0.0010 | 5.90 |
| 样品3 | 0.0025 | 0.0026 | 0.0027 | 0.0026 | 0.0026 | 0.0027 | 0.0024 | 0.0026 | 4.13 |
| 样品4 | 0.0054 | 0.0051 | 0.0049 | 0.0047 | 0.0052 | 0.005 | 0.0051 | 0.0051 | 4.40 |
| 样品5 | 0.0069 | 0.0074 | 0.007 | 0.0072 | 0.0071 | 0.007 | 0.0069 | 0.0071 | 2.54 |
| 样品6 | 0.0102 | 0.0098 | 0.0097 | 0.0099 | 0.0103 | 0.0104 | 0.0104 | 0.0101 | 2.91 |

**（11）**二验单位广东先导稀材股份有限公司比对样品硅含量分析结果：

表11 广东先导稀材股份有限公司比对样品硅含量分析结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 样品序号 | 测定值(%) | 平均值(%) | 相对标准偏差RSD(%) |
| 样品1 | 0.00066, 0.00070, 0.00073, 0.00085, 0.00064, 0.00075, 0.00076,0.00055, 0.00088, 0.00077, 0.00057 | 0.00071 | 14.62 |
| 样品2 | 0.0013, 0.0015, 0.0010, 0.0013, 0.0012, 0.0015, 0.0012, 0.0011, 0.0014, 0.0014, 0.0010  | 0.0013 | 14.28 |
| 样品3 | 0.0026, 0.0028，0.0024, 0.0024, 0.0026, 0.0027, 0.0025, 0.0023, 0.0028, 0.0026, 0.0025  | 0.0026 | 6.36 |
| 样品4 | 0.0050, 0.0053, 0.0055, 0.0048, 0.0053, 0.0054, 0.0052, 0.0049, 0.0050, 0.0049, 0.0048 | 0.0051 | 4.88 |
| 样品5 | 0.0074, 0.0069, 0.0075, 0.0072, 0.0075, 0.0073, 0.0078, 0.0071, 0.0074, 0.0072, 0.0077 | 0.0074 | 3.56 |
| 样品6 | 0.0102, 0.0101, 0.0097, 0.0103, 0.0105, 0.0098，0.0101, 0.0095, 0.0098, 0.0096, 0.0102 | 0.0101 | 3.19 |

**（12）**二验单位中国有色桂林矿产地质研究院有限公司比对样品硅含量分析结果：

表12 中国有色桂林矿产地质研究院有限公司比对样品硅含量分析结果

|  |  |
| --- | --- |
| 样品编号测定次数 | Si/ % |
| 样品-1 | 样品-2 | 样品-3 | 样品-4 | 样品-5 | 样品-6 |
| 1 | 0.00056 | 0.00095 | 0.0026 | 0.0049 | 0.0070 | 0.0098 |
| 2 | 0.00080 | 0.00094 | 0.0024 | 0.0048 | 0.0072 | 0.0097 |
| 3 | 0.00078 | 0.00097 | 0.0025 | 0.0051 | 0.0074 | 0.0097 |
| 4 | 0.00071 | 0.00098 | 0.0025 | 0.0052 | 0.0073 | 0.0097 |
| 5 | 0.00065 | 0.00099 | 0.0026 | 0.0050 | 0.0073 | 0.0098 |
| 6 | 0.00069 | 0.0011 | 0.0024 | 0.0054 | 0.0072 | 0.0099 |
| 7 | 0.00072 | 0.00097 | 0.0024 | 0.0050 | 0.0070 | 0.0097 |
| 8 | 0.00062 | 0.00098 | 0.0026 | 0.0051 | 0.0075 | 0.010 |
| 9 | 0.00085 | 0.00097 | 0.0025 | 0.0053 | 0.0072 | 0.0098 |
| 10 | 0.00066 | 0.0011 | 0.0025 | 0.0050 | 0.0073 | 0.0097 |
| 11 | 0.00072 | 0.00098 | 0.0026 | 0.0050 | 0.0072 | 0.0099 |
| 平均值/% | 0.00071 | 0.00099 | 0.0025 | 0.0051 | 0.0072 | 0.0098 |
| 标准偏差 | 0.000083 | 0.000054 | 0.000083 | 0.00017 | 0.00015 | 0.00010 |
| RSD/% | 11.77 | 5.43 | 3.31 | 3.35 | 2.07 | 1.02 |

**（13）**二验单位广东省工业分析检测中心比对样品硅含量分析结果：

表13 广东省工业分析检测中心比对样品硅含量分析结果

|  |  |
| --- | --- |
| 检测元素 | Si |
| 样品编号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 测试结果∕% | 1 | 0.00056 | 0.0013 | 0.0025 | 0.0047 | 0.0066 | 0.0092 |
| 2 | 0.00053 | 0.00097 | 0.0024 | 0.0042 | 0.0074 | 0.0096 |
| 3 | 0.00055 | 0.0014 | 0.0027 | 0.0048 | 0.0071 | 0.0095 |
| 4 | 0.00062 | 0.00098 | 0.0026 | 0.0051 | 0.0069 | 0.0098 |
| 5 | 0.00075 | 0.0011 | 0.0027 | 0.0052 | 0.0073 | 0.0097 |
| 6 | 0.00081 | 0.00097 | 0.0024 | 0.0046 | 0.0074 | 0.0093 |
| 7 | 0.00067 | 0.00099 | 0.0025 | 0.0043 | 0.0073 | 0.010 |
| 8 | 0.00073 | 0.0010 | 0.0025 | 0.0044 | 0.0068 | 0.0098 |
| 9 | 0.00078 | 0.0012 | 0.0026 | 0.0047 | 0.0069 | 0.0099 |
| 10 | 0.00064 | 0.00099 | 0.0025 | 0.0050 | 0.0071 | 0.0092 |
| 11 | 0.00082 | 0.00096 | 0.0024 | 0.0043 | 0.0072 | 0.0094 |
| 平均值 | 0.00068 | 0.0011 | 0.0025 | 0.0047 | 0.0071 | 0.0096 |
| 标准偏差 | 0.00011 | 0.00015 | 0.00011 | 0.00034 | 0.00026 | 0.00028 |
| RSD | 16.18 | 13.64 | 4.40 | 7.23 | 3.66 | 2.92 |

**5）**精密度

经广西壮族自治区冶金产品质量检验站、广西晶联光电材料有限责任公司、广西壮族自治区分析测试研究中心、桂林理工大学南宁分校、北矿检测技术有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、南宁奥博斯检测科技有限责任公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、广东先导稀材股份有限公司、广东省工业分析检测中心、洛阳晶联光电材料有限责任公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司十三家实验室分析结果统计，方法精密度如下：重复性限见表14、再现性限见表15。

表14 **重复性限**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ωSi* /％ | 0.00073  | 0.0011  | 0.0027 | 0.0050 | 0.0073 | 0.0097  |
| /％ | 0.00027 | 0.00031 | 0.00043 | 0.00069 | 0.00070 | 0.00092 |

表 15 再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ωSi* /％ | 0.00073  | 0.0011  | 0.0027 | 0.0050 | 0.0073 | 0.0097 |
| *R*/％ | 0.00032 | 0.00042 | 0.00053 | 0.00093 | 0.00087 | 0.00099 |

**四、国内外同类标准的对比分析**

 目前，国内外尚未见以钼蓝光度法测定掺锡氧化铟粉中硅含量的分析标准。

**五**、**与现行法规、标准的关系**

 本标准的制订与现行标准没有冲突，且符合国家相关法律法规的规定。

**六**、**重大分歧意见的处理经过和依据**

标准制订过程中，无重大分歧意见。

**七、标准水平**

本标准在制定过程中，以生产实际为依据，广泛征集国内生产厂家和用户意见，采用了目前国际上广泛使用的钼蓝光度法，标准客观反映了目前掺锡氧化铟粉硅含量检测的技术现状，具有适用性、准确性、指导性，填补掺锡氧化铟粉硅含量检测的标准空白。

本标准达到国际先进水平。

**八、下一步工作**

根据对生产企业、用户及检验单位的征求意见和建议，进一步修改、完善标准草案，尽快形成标准报批稿。

**九、附录**

标准送审稿意见汇总处理表。

附录：

标准送审稿意见汇总处理表

起草单位：广西晶联光电材料有限责任公司

意见汇总处理人：黄誓成

电话：13737248315

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准章条编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
| 1 | 封面（以下同） |  “硅量”改为 “硅含量”。 | 中国有色金属工业标准计量质量研究所 | 采纳 |  |
| 2 | 2 | 增加规范性引用文件：水，GB/T 6682。其他章节号顺延。 | 贵州省分析测试研究院 | 采纳 |  |
| 3 | 4 | 增加4.1 水，GB/T 6682, 一级。其他章节号顺延。 | 贵州省分析测试研究院 | 采纳 |  |
| 4 | 7 | “分析步骤”改为“试验步骤”。 | 阳谷祥光铜业有限公司 | 采纳 |  |
| 5 | 7.2 | “测定次数”改成“平行试验”。“独立地进行两次测定”改成“平行做两份试验”。 | 金川集团股份有限公司 | 采纳 |  |
| 6 | 7.4.1 | 建议减少氢氧化钠用量，降低空白。 | 大冶有色设计研究院有限公司 | 不采纳 | 加入6 g，样品熔融成红色流体。 |
| 7 | 7.4.4 | “100 mL容量瓶”改成“100 mL塑料容量瓶”。 | 河南豫光金铅股份有限公司 | 不采纳 | 发色后瓶不易清洗。试验证明无影响。 |
| 8 | 8 | “分析结果计算”改为“试验数据处理”。 | 云南驰宏锌锗股份有限公司 | 采纳 |  |
| 9 |  | 回函同意，无意见。 | 广西南南铝加工有限公司 |  |  |
| 10 |  | 回函同意，无意见。 | 广西冶金研究院 |  |  |
| 11 |  | 回函同意，无意见。 | 广西大学 |  |  |
| 12 |  | 回函同意，无意见。 | 四川省冶金产品质量监督检验站 |  |  |
| 13 |  | 回函同意，无意见。 | 广东邦普循环科技有限公司 |  |  |
| 14 |  | 回函同意，无意见。 | 云南锡业股份有限公司 |  |  |
| 15 |  | 回函同意，无意见。 | 格林美股份公司 |  |  |
| 16 |  | 回函同意，无意见。 | 湖南有色金属研究院 |  |  |

说明：（1）发送《送审稿》的单位数：15个；

 （2）提出修改意见的单位数：7个；

（3）回函同意，无意见的单位数：8个。