ICS 77.120.60

H 13

　中华人民共和国工业和信息化部 发布

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

再生锌原料化学分析方法

第12部分：铟量的测定

原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of regenerated zinc material—

Part 12：Determination of  [indium](http://www.so.com/link?url=http%3A%2F%2Fdict.youdao.com%2Fsearch%3Fq%3Dindium%26keyfrom%3Dhao360&q=%E9%93%9F+%E8%8B%B1%E6%96%87&ts=1506172435&t=446bb7ef5a6a89d2ea05f2e8b30caee) content—

The atomic absorption spectrometric method

(预审稿)

YS/T 1171.12—201X



中华人民共和国有色金属行业标准

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。

本文件是YS/T 1171《再生锌原料化学分析方法》的第12部分。YS/T 1171 已经发布了以下部分：

——第1部分：锌量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第2部分：铅量的测定 原子吸收光谱法和Na2EDTA滴定法；

——第3部分：铜、铅、铁、铟、镉、砷、钙和铝量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第4部分：氟量的测定 离子选择电极法；

——第5部分：氟量和氯量的测定 离子色谱法；

——第6部分：铁量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第7部分：砷量和锑量的测定原子荧光光谱法；

——第8部分：汞量的测定 冷原子吸收光谱法；

——第9部分：镉量的测定原子吸收光谱法；

——第10部分：氧化锌量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第11部分：锗含量的测定电感耦合等离子体发射光谱法；

----第12部分：铟含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

----第13部分：铊含量的测定 电感耦合等离子体质谱法和电感耦合等离子体发射光谱法。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、湖南有色金属研究院、北矿检测技术有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心、郴州市产商品质量监督检验所、紫金矿业集团股份有限公司、白银有色集团股份有限公司、广东先导稀材股份有限公司、湖南省有色地质勘查研究院、清远佳致新材料研究院有限公司、西安汉唐分析检测有限公司。

本文件主要起草人：

再生锌原料化学分析方法

第12部分： 铟含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本文件规定了再生锌中铟含量的测定方法。

本文件适用于再生锌中铟含量的测定。测定范围：0.020%～2.00%。

2 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

3 方法提要

试料用盐酸、硝酸、高氯酸和硫酸分解。用硝酸溶解盐类，在稀硝酸介质中，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长303.9nm处，测定铟的吸光度，按标准工作曲线法计算铟的质量分数。

4 试剂

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

4.1盐酸（ρ=1.19g/mL）。

4.2 硝酸（ρ=1.42g/mL）。

4.3高氯酸（ρ=1.47g/mL）。

4.4氢溴酸(ρ=1.49g/mL)。

4.5硫酸（ρ= 1.84g/mL）。

4.6硝酸（1+1）。

4.7氟化铵（250g/L），贮存于塑料瓶中。

4.8 铟标准贮存溶液：铟标准贮存溶液：称取1.0000g金属铟（*w*In≥99.99％）置于300mL烧杯中，加入60mL盐酸(4.1)、20mL硝酸(4.2)，低温加热至溶解完全，煮沸驱除氮的氧化物，取下冷却，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铟。

4.9 铟标准溶液：移取20.00mL铟标准贮存溶液（4.8）于200mL容量瓶中，加入10mL硝酸（4.6），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100μg铟。

5 仪器

火焰原子吸收光谱仪，附铟空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——特征浓度：在与测量试液基本一致的溶液中，铟的特征浓度应不大于0.6ug/mL。

——精密度：用最高浓度的标准溶液测量10次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的1.0%；用最低浓度（不是“零浓度”标准溶液）的标准溶液测量10次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的0.5%；

——工作曲线特性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于0.80。

6 试样

试样粒度应不大于100μm，于100℃～105℃烘箱中干燥1h，并置于干燥器中冷却至室温备用。

7 试验步骤

7.1 试料

按表1称取0.25g～0.50g试样， 精确至0.0001g。

7.2平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

7.3 空白试验

 随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1将试料（7.1）置于300 ml玻璃烧杯中，加入5ml氟化铵（4.7），用少量水溶解，加入15 ml盐酸（4.1），加表面皿低温溶解约5min，然后加入5ml 硝酸（4.2），5ml高氯酸（4.3）继续加热至冒起浓白烟，取下冷却，加入10ml氢溴酸（4.4），继续低温加热至冒高氯酸烟，如试料含碳较高，冒白烟时加入数滴硝酸（4.2），继续加热至冒浓白烟、可重复此操作1次-3次，至无黑色残渣为止，取下稍冷。加入5mL硫酸（4.5），加热至近干，取下稍冷。

7.4.2加10ml硝酸（4.2），用少量水冲洗表面皿及杯壁，加热至盐类溶解，取下烧杯冷却，按表1移入相应容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，静置或干过滤。

7.4.3 按表1分取试液于相应的容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，静置待测。

 表1 试料质量、定容体积及分取体积

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 铟的质量分数％ | 称样量g | 定容体积（V）mL | 分取体积V1 mL | 补加硝酸（4.2）mL | 测定体积V2mL |
| 0.020～0.20 | 0.50 | 100 | 全量 | / | / |
| >0.20～1.00 | 0.25 | 250 | 全量 | 15 | / |
| >1.00～2.00 | 0.50 | 100 | 10 | 10 | 100 |

7.4.4使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长303.9nm处，以水调零，分别测量试液及随同试料空白的吸光度。在工作曲线上查出相应的铟的浓度。

7.5 工作曲线的绘制

7.5.1分别移取0mL、1.00mL 、2.00mL、5.00mL、8.00mL、10.00mL、12.00mL铟标准溶液（4.9）于一组100mL容量瓶中，加入10mL硝酸（4.2），用水稀释至刻度，混匀。

7.5.2在与测量试料溶液相同的条件下，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长303.9nm处，以水调零，分别测量系列标准溶液的吸光度，减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度，以铟的质量浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

7.6试验数据处理

铟含量以铟的质量分数*w*In 计，数值以百分数表示，按公式（1）计算：

*w*In=×100……………………………………（1）

式中：

*ρ*——自工作曲线上查得的测定溶液中铟的浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*ρ*0——自工作曲线上查得的空白溶液中铟的浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*V*2——测定试液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*——试液定容体积，单位为毫升（mL）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）；

*V*1——试液分取体积，单位为毫升（mL）。

计算结果表示至小数点后第四位。

8 精密度

8.1 重复性

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2数据采用线性内插法或外延法求得：

表2 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*In /% | 0.0179 | 0.1159 | 0.5383 | 1.0234 | 1.5150 | 2.0366 |
| *r*/% | 0.0030 | 0.0171 | 0.0489 | 0.0636 | 0.0773 | 0.0949 |

8.2 再现性

在再现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3 数据采用线性内插法或外延法求得：

表3 再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*In/% | 0.0179 | 0.1159 | 0.5383 | 1.0234 | 1.5150 | 2.0366 |
| *R*/% | 0.0042 | 0.0279 | 0.0693 | 0.1052 | 0.1193 | 0.1351 |

9 试验报告

试验报告至少给出以下几个方面的内容：

——试样；

——使用的标准（YS/T1171.12-202X）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。