ICS 77.150.99

H 66

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

|  |
| --- |
| YS/TXXX—202X |

|  |
| --- |
| 氧化铟Indium oxide**（送审稿）** |
|  |

202X-XX-XX发布

202X-XX-XX实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

 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：昆明理工大学、云南省科学技术院、云南锡业集团（控股）有限责任公司、昆明冶金研究院、株洲科能新材料有限责任公司。

本文件主要起草人：宋鹏、翟瑞雄、高珺、彭巨擘、刘英波、刘文斌、黄太红、金智宏、赵科湘、王应武、周颖、张家涛、安正源、黄琳、杨筱筱、易健宏。

氧化铟

1. 范围

本文件规定了氧化铟的产品分类、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及随行文件和订货单（或合同）等内容。

本文件适用于制取催化剂、气敏材料和化学材料等产品用的氧化铟。

1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注明日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注明日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 5314 粉末冶金用粉末 取样方法

GB/T 19077 粒度分析 激光衍射法

GB/T 20307 纳米级长度的扫描电镜测量方法通则

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 产品规格

氧化铟按粒度分为50 nm、150 nm、300 nm、450 nm、600 nm、800 nm六种规格。

1. 要求

5.1 粒度

氧化铟的粒度分布应符合表1的规定。

表1 粒度分布

|  |  |
| --- | --- |
| 规格/nm | 粒度分布/μm |
| D10 | D50 | D90 |
| 50 | 0.005~0.030 | 0.031~0.070 | 0.071~0.100 |
| 150 | 0.070~0.130 | 0.131~0.350 | 0.351~0.650 |
| 300 | 0.100~0.240 | 0.241~0.480 | 0.481~0.880 |
| 450 | 0.150~0.300 | 0.301~0.600 | 0.601~0.900 |
| 600 | 0.250~0.500 | 0.501~0.930 | 0.931~1.500 |
| 800 | 0.450~0.750 | 0.751~1.350 | 1.351~1.900 |

5.2化学成分

氧化铟的化学成分应符合表2的规定。需方如对氧化铟的化学成分有特殊要求时，可由供需双方商定。

表2 化学成分

|  |  |
| --- | --- |
| 氧化铟（质量分数）%，不小于 | 杂质元素（质量分数）%，不大于 |
| In2O3 | Cu | As | Fe | Pb | Cd | Tl | Sb | Co | Ni | Mn | 其他单个 |
| 99.50 | 0.015 | 0.01 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.015 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.02 |
| 注1：氧化铟含量为100%减去实测杂质含量之和的余量。注2：杂质总和为包含且不限于表中所列杂质元素实测值之和。 |

5.3 微观结构

氧化铟微观形貌应为单一形貌，分为球型、片状、棒状、针状、立方形等。

5.4 外观质量

氧化铟为黄色粉末，无目视可见的夹杂物。

1. 试验方法

6.1 粒度

氧化铟粒度分布的测定方法按GB/T 19077的规定进行。

6.2 化学成分

6.2.1 氧化铟化学成分中镉、钴、铜、铁、锰、镍、锑、铅、铊的分析方法参见附录A。

6.2.2 氧化铟化学成分中砷的分析方法参见附录B。

6.3 微观结构

微观形貌检测采用GB/T 20307规定的方法进行。

6.4 外观质量

外观质量用目视法检测，必要时可借助仪器进行检测。

1. 检验规则

7.1检查与验收

7.1.1 产品应由供方质量检验部门进行检验，保证产品质量符合本标准（或订货合同）的规定，并提供产品质量证明书。

7.1.2 需方应对收到的产品按本标准的规定进行检验，如检验结果与本标准（或订货合同）的规定不符时，应在收到产品之日起一个月内向供方提出，有供需双方协商解决。如需仲裁，仲裁取样与需方共同进行。

7.2 组批

产品应成批提交检验，每批应由同一类别、同一微观结构的产品组成，每批重量不超过100kg。

7.3 检验项目

每批产品应进行粒度、化学成分、外观质量的检验，微观结构由供方工艺保证，每年至少检测一次，确保该指标符合标准要求。

7.4 取样

取样按GB/T 5314规定的方法进行。

7.5 检验结果的判定

7.5.1 产品的粒度、化学成分不合格时，应另取双倍数量的试样进行重复检验。若重复试验结果中仍有试样指标不合格，则判该批产品不合格

7.5.2 产品的外观质量和微观结构不合格时，判该批产品不合格。

1. 标志、包装、运输、贮存及随行文件

8.1 标志

外包装袋表面应标上不易脱落醒目的标志，其上注明：

a）供方名称；

b) 产品名称；

c）批号；

d）粒度和微观结构；

e）净重；

f）生产日期；

g）本标准编号；

h）各项分析检验结果和技术监督部门印记。

8.2 包装

8.2.1 采用的包装应能防止产品被挤压和团聚。

8.2.2 外包装采用纸桶或塑料桶包装。

8.2.3 内包装采取充惰性气体保护封装或者真空包装，或采用厚塑料袋抽真空塑封。包装过程中应严格控制环境避免污染。产品包装重量分1kg、2kg、5kg、10kg四种规格，需方如有特殊要求时，由供需双方商定。

8.3 运输和贮存

产品在运输和贮存过程中应防止雨淋及日晒，在干燥、通风和避免光照的环境中贮存，不应与碱类及酸类物品混运混存。

8.4 随行文件

每批产品应附有质量证明书，其上注明：

a）供方名称；

b) 产品名称；

c）批号；

d）粒度和微观结构；

e）净重；

f）生产日期；

g）本标准编号；

h）各项分析检验结果和技术监督部门印记。

1. 订货单(或合同)内容

本文件所列产品的订货单（或合同）应包括下列内容：

a）产品名称；

b) 等级规格；

c）对化学成分和内包装的特殊要求；

d）总量；

e）包装方式；

f）本标准编号；

g）其他。

附录A

(资料性)

氧化铟化学分析方法

第1部分：镉、钴、铜、铁、锰、镍、锑、铅、铊含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1. 方法原理

试料用盐酸溶解，采用电感耦合等离子体原子发射光谱仪直接测定要分析的元素，按工作曲线法计算各元素的浓度，以质量分数表示测定结果，测定范围0.0050%～0.40%。

2 仪器与设备

2.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

2.2 分析天平，分辨力为0.1mg。

3 试剂

除非另有说明，本部分所用试剂均为分析纯试剂，所用水电阻率不小于18.2MΩ·cm。

3.1硝酸（1+1）。

3.2镉标准贮存液：称取0.1000g纯镉（*w*Cd≥99.99%），置于300mL烧杯中，缓慢加入30mL盐酸（1+1），盖上表皿，低温溶解，冷却，用水洗涤表皿及杯壁，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100ug镉。

3.3钴标准贮存液：称取0.1000g纯钴（*w*Co≥99.99%），置于300mL烧杯中，缓慢加入30mL盐酸（1+1），盖上表皿，低温溶解，冷却，用水洗涤表皿及杯壁，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100ug钴。

3.4铜标准贮存液：称取0.1000g纯铜（*w*Cu≥99.99%），置于300mL烧杯中，缓慢加入30mL盐酸（1+1），盖上表皿，低温溶解，冷却，用水洗涤表皿及杯壁，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100ug铜。

3.5铁标准贮存液：称取0.1000g纯铁（*w*Fe≥99.99%），置于300mL烧杯中，缓慢加入30mL盐酸（1+1），盖上表皿，低温溶解，冷却，用水洗涤表皿及杯壁，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100ug铁。

3.6锰标准贮存液：称取0.1000g纯锰（*w*Mn≥99.99%），置于300mL烧杯中，缓慢加入30mL盐酸（1+1），盖上表皿，低温溶解，冷却，用水洗涤表皿及杯壁，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100ug锰。

3.7镍标准贮存液：称取0.1000g纯镍（*w*Ni≥99.99%），置于300mL烧杯中，缓慢加入30mL盐酸（1+1），盖上表皿，低温溶解，冷却，用水洗涤表皿及杯壁，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100ug镍

3.8锑标准贮存液：称取0.1000g纯锑（*w*Sb≥99.99%），置于300mL烧杯中，缓慢加入30mL盐酸（1+1），盖上表皿，低温溶解，冷却，用水洗涤表皿及杯壁，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100ug锑

3.9铅标准贮存液：称取0.1000g纯铅（*w*Pb≥99.99%），置于300mL烧杯中，缓慢加入30mL硝酸（1+1），盖上表皿，低温溶解，冷却，用水洗涤表皿及杯壁，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100ug铅

3.10铊标准贮存液：称取0.1000g纯铊（*w*Tl≥99.99%），置于300mL烧杯中，缓慢加入30mL盐酸（1+1），盖上表皿，低温溶解，冷却，用水洗涤表皿及杯壁，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100ug铊

3.11镉、钴、铜、铁、锰、镍、锑、铅、铊标准溶液：准确移取20mL镉、钴、铜、锰、镍、锑、铅、铊标准贮存液、40mL铁标准贮存液200容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1mL含10ug镉、钴、铜、锰、镍、锑、铅、铊，20ug铁。

4 分析步骤

4.1试验条件

4.1.1 在仪器最佳工作条件下凡是能达到下列指标者均可使用：

——光源：氩气等离子体光源，发生器最大输出功率不小于135kW；

——仪器稳定性：仪器1h内漂移不大于2.0%。

4.1.2电感耦合等离子发射光谱仪，各元素谱线见表1。

表1 各元素谱线

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 镉 | 钴 | 铜 | 铁 | 锰 |
| 波长/nm | 214.438 | 230.786 | 224.700 | 259.940 | 260.569 |
| 元素 | 镍 | 锑 | 铅 | 铊 | — |
| 波长/nm | 221.647 | 231.147 | 220.353 | 190.856 | — |

4.1.3 仪器工作参数见表2。

表2 仪器工作参数

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| RF发生器功率/W | 雾化器压力/MPa | 辅助气流量/（L/min） | CID积分时间（紫外）/s | CID积分时间（可见）/s |
| 1150 | 0.2 | 0.5 | 20 | 10 |

4.2 试料

称取0.50g试样，精确至0.0001g。

4.3空白实验

随同试样做空白实验。

4.4测定

4.4.1 平行试验

独立地进行两次测定，取其平均值。

4.4.2 测定

将试料置于200mL的烧杯中，加入30mL硝酸（4.1）。盖上表皿，加热溶解，待试料溶解完全后，取下，冷却，用水洗涤表皿及杯壁，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上测定。

4.4.3工作曲线的绘制

准确移取0mL、0.10mL、0.50mL、1.00mL、5.00mL、10.00mL、20.00mL 镉、钴、铜、铁、锰、镍、锑、铅、铊标准溶液于100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。按表1推荐的分析线同时测定试液和标准系列溶液。

4.5试验数据处理

各待测元素的含量以待测元素的质量分数计，按公式（A.1）计算：

$w\_{x}=\frac{（ρ\_{1}-ρ\_{0}）⋅V}{m×10^{6}}×100\%$………………………………（A.1）

式中：

*ρ* ——从工作曲线上查的试液中各元素的浓度，单位为微克每毫升（ug/mL）；

*ρ*0——从工作曲线上查的空白溶液中各元素的浓度，单位为微克每毫升（ug/mL）；

*V* ——测量试液总体积，单位为毫升（mL）；

*M* ——试料的质量，单位为克（g）；

计算结果保留两位有效数字，数值修约按GB/T 8170的规定进行。

附录B

(资料性)

氧化铟化学分析方法

第2部分：砷含量的测定

原子荧光光谱法

1. 方法原理

试料用王水溶解，在盐酸介质中，用硫脲-抗坏血酸将砷还原，同时掩蔽铜、铁等杂质元素。在氢化物发生器中，砷被硼氢化钾还原为氢化物，用氩气导入石英炉原子化器中，于原子荧光光谱仪上测量其荧光强度，按工作曲线法计算砷的含量，测定范围为: 0.000 20%~0.050%。

1. 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂，所用水为符合GB/T 6682的二级水。

* 1. 盐酸（ρ1.19 g/mL)。
	2. 硝酸（ρ1.42 g/mL)。
	3. 盐酸（1+9）。
	4. 王水（硝酸+盐酸+水=1+3+3），优级纯。
	5. 硫脲‐抗坏血酸溶液（50 g/L）：称取硫脲、抗坏血酸各 25 g溶解于 500 mL水中。用时现配。
	6. 氢氧化钾溶液（10 g/L）：称取氢氧化钾10 g溶解于1000 mL水中，过滤备用，用时现配。
	7. 硼氢化钾溶液（10 g/L）：称取 5 g硼氢化钾溶解于500 mL氢氧化钾溶液（4.6)中，过滤备用，用时现配。
	8. 砷标准贮存溶液：准确称取 0.1320 g三氧化二砷（*wAs*＞99.95 %）于 300 mL烧杯中，盖上表皿，加入 20 mL氢氧化钾溶液（4.6)，加热溶解完全，用盐酸中和至微酸性，稍冷，移入 1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含 l00 µg砷。或使用有证的国家标准溶液。
	9. 砷标准溶液：移取 5 mL砷标准贮存溶液（4.8)于 500 mL容量瓶中，加入 50 mL盐酸(4.1)，用水稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL含 1 µg砷。
	10. 氩气（≥99.99 %）。
1. 仪器与设备

原子荧光光谱仪，附砷特种空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——检出限：不大于0.4×10-9 g/mL,

——精密度：用0.1 µg/mL的砷标准溶液测量荧光强度10 次，其标准偏差应不超过平均荧光强度

的3.0 ％。

1. 分析步骤
	1. 试料

称取试样0.5g，精确至0.0001g

* 1. 空白试验

随同试料做空白试验。

* 1. 平行试验

独立地进行两次测定，取其平均值。

* 1. 测定

4.4.1 将试料置于100mL烧杯中，盖上表面皿，缓慢加入10 mL王水（4.4)，低温溶解完全，并蒸至小体积，取下冷却，加入5mL水，加入10mL盐酸（4.1），低温加热至溶液体积约10mL，冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.4.2 按表1分取试液于相应的容量瓶中，补加入盐酸（4.1)和硫脲—抗坏血酸溶液（4.5),用水稀释至刻度，混匀。室温下放置 30 min。

1. 分取试液体积、测定溶液体积、补加盐酸体积和补加硫脲—抗坏血酸溶液体积

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 砷质量分数% | 分取试液体积mL | 测定溶液体积mL | 补加盐酸体积mL | 补加硫脲—抗坏血酸溶液体积mL |
| 0.000 20%～0.00 50 | 20 | 50 | 5 | 5 |
| >0.0050～0.050 | 2.5 | 50 | 5 | 5 |
| >0.05~0.1 | 1 | 50 | 5 | 5 |
| >0.1~0.2 | 1 | 100 | 10 | 10 |
| >0.2~0.5 | 0.5 | 100 | 10 | 10 |

4.4.3 在原子荧光光谱仪上，以盐酸（4.3)为载流剂，硼氢化钾溶液（4.7)为还原剂，测量砷的荧光强度，减去试料空白溶液的荧光强度，从工作曲线上查出砷的浓度。

* 1. 工作曲线的绘制

4.5.1 移取0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、12.00 mL、14.00 mL砷标准溶液（4.9）于一组 100 mL容量瓶中，分别加入 10 mL盐酸（4.1)和 10 mL硫脲—抗坏血酸溶液（4.5)，用水稀释至刻度，混匀，室温下放置 30 min。

4.5.2 测量标准溶液的荧光强度，减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的荧光强度，以砷浓度为横坐标，荧光强度值为纵坐标，绘制工作曲线。

1. 分析结果的计算

砷含量以砷的质量分数*wAs*计，按公式（1）计算。



式中：

*ρ* ——自工作曲线上查得的砷的浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*V0*——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V1*——分取试液体积，单位为毫升（mL）；

*V2*——测定试液体积，单位为毫升（mL）；

*m0*——试样质量，单位为克（g）。

计算结果保留两位有效数字，数值修约按GB/T 8170的规定进行。

参考文献

[1] GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

[2] GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

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