

ICS 77.040.30

CCS H 14

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

富铟物料中铟含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Determination of indium content in indium rich materials inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

（预审稿）

YS/T XXXX-202X

1. 前 言

本文件按照GB/T1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

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。

本文件负责起草单位：

本文件起草单位：

本文件参加起草单位：

本文件主要起草人：

富铟物料中铟含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本文件规定了富铟物料中中铟含量的测定方法。

本文件适用于锌冶炼过程中得到的铟渣中铟含量的测定。测定范围：0.10%～10.00%。

2 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 分析实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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法提要

试料用盐酸、硝酸、氢氟酸、高氯酸溶解，在稀硝酸介质中以钇为内标溶液，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上测定发射强度，按照内标标准工作曲线法计算出铟量。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和符合GB/T 6682规定的二级水及以上纯度的水。

5.1 盐酸（ρ1.19 g/mL)）。
5.2 硝酸（ρ1.42 g/mL）。
5.3 氢氟酸（ρ1.15 g/mL）。
5.4 高氯酸（ρ1.68 g/mL）。
5.7 铟标准贮存溶液：称取1.0000 g金属铟（质量分数不小于99.99%）于250 mL烧杯中，加入60 mL盐酸（1+1）、20 mL硝酸（1+1），盖上表面皿，加热至完全溶解，取下，冷却至室温，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含1 mg铟。

5.8 铟标准溶液：准确移取铟标准溶液（5.7）10.00 mL于100 mL容量瓶中，加入5 mL硝酸（5.2），水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 μg铟。

5.9 钇标准贮存溶液：称取1.269 9 g三氧化二钇（质量分数不小于99.99%，预先经1000℃灼烧1 h后，置于干燥器中冷却至室温），置于250 mL烧杯中，加入30 mL盐酸（1+1），加热溶解，取下冷却至室温，移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg钇。

5.10 钇标准溶液：准确移取钇标准溶液（1.9）10.00 mL于100 mL容量瓶中，加入5 mL硝酸（1.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 μg钇。

6 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪：在仪器的最佳工作条件下，用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度标准溶液）测量11次，光强度的相对标准偏差不超过2.5%。推荐的分析谱线见表1。

表1 推荐谱线

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | In  | Y（内标） |
| 谱线波长/nm  | 325.609 | 324.228 |

7 样品

样品粒度应不大于0.074 mm ，应在100 ℃ ±5 ℃烘箱中烘干1h，置于干燥器中冷却至室温备用。

8 分析步骤

8.1 试料

按表2称取试料，精确至0.0001 g。

表2 试料质量、试液体积、分取体积及补加硝酸体积

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 铟的质量分数 /% | 试料质量/g | 试液总体积/mL | 分取体积/ mL | 补加硝酸（5.2）体积/mL |
|  0.10 ~ 1.00 | 0.3 | 100 | 25 | 3.0 |
| >1.00 | 0.2 | 5 |

8.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将试料（8.1）置于聚四氟乙烯烧杯中，加入少量水润湿，加入15 mL盐酸（5.1）、5 mL硝酸（5.2）、5 mL高氯酸（5.4）、3 mL氢氟酸（5.3），盖上聚四氟乙烯盖，低温加热冒浓白烟至湿盐状，溶解至清亮，取下稍冷，加入10 mL盐酸（5.1），用少量水冲洗聚四氟乙烯盖及杯壁，加热溶解盐类，取下冷却。将试液转移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2 按表2移取相应体积试液于100 mL容量瓶中，加入5.0 mL钇内标溶液（5.10），加入3 mL硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。

8.4.3 在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，于选定的分析谱线处，测量试液（8.4.2）及随同试料空白溶液（8.3）中铟的发射强度，从工作曲线上查得铟的质量浓度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 移取0 mL、0.50 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL铟标准溶液（5.8），分别置于一组100 mL容量瓶中，各加入5.0 mL钇内标溶液（5.10）、3mL硝酸（5.2），用水稀释至刻度，摇匀。

8.5.2 在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，于选定的分析谱线处，测量系列标准溶液中被测元素的发射强度，减去系列标准溶液中“零”浓度溶液中被测元素的发射强度，以被测元素的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

9 分析结果的计算

铟含量以铟的质量分数*ω*In计，数值以百分数表示，按式（1）计算：

*ω*In= ……………………………（1）

式中：

——自工作曲线上查得的测定试液中铟的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

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

$V$——试液总体积，单位为毫升（mL）；

$V$1——分取试液的体积，单位为毫升（mL）；

$V$2——测定试液的体积，单位为毫升（mL）；

*m*—— 试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示至小数点后两位。数值修约按照GB/T 8170规定执行。

10 精密度

10.1 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5数据采用线性内插法或外延法求得。

表3 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ωIn* /% | 0.58 | 2.81 | 4.68  | 6.42 | 8.22 |
| *r* / % | 0.025 | 0.097 | 0.16 | 0.17 | 0.18 |

10.2 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6数据采用线性内插法或外延法求得。

表4 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ωIn* /% | 0.58 | 2.81 | 4.68  | 6.42 | 8.22 |
| *R* / % | 0.070 | 0.19 | 0.32 | 0.29 | 0.30 |

11 试验报告

试验报告至少应包括以下几个方面的内容：

——试验；

——使用的标准（YS/T XXX.4—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。