ICS 77.120.99

H 66

|  |
| --- |
|  |

YS

中华人民共和国有色金属协会行业标准

YS/T XXX—20XX

氧化铟粉化学分析方法

第2部分：砷含量的测定

原子荧光光谱法

**Indium oxide powder chemical analysis method-**

**Part 2 Determination of arsenic content –**

**atomic fluorescence spectrometry**

|  |
| --- |
| （讨论稿） |
|  |

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

中华人民共和国工业和信息化部  发布

前  言

本部分按照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》给出的规则起草。

YS/T XXX-201X《氧化铟粉化学分析方法》共分为两个部分：

——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；

——第2部分：砷含量的测定 原子荧光光谱法

本部分为YS/T XXX的第2部分。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本部分起草单位： 昆明冶金研究院、昆明理工大学、云南锡业集团（控股）有限责任公司、XX

本部分主要起草人：

氧化铟粉化学分析方法

第2部分：砷含量的测定

原子荧光光谱法

1. 范围

YS/T XXX的本部分规定了采用氢化物发生-原子荧光光谱法为测定氧化铟中砷含量的方法。

本部分适用于氧化铟中砷含量的测定，测定范围为: 0.000 50 %~0.40 %。

1. 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

1. 方法原理

试料用硝酸、盐酸溶解，在盐酸介质中，用硫脲-抗坏血酸将砷还原，同时掩蔽铜、铁、锰等杂质元素。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。

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，所用水为蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

* 1. 盐酸（ρ1.19 g/mL)。
  2. 硝酸（ρ1.42 g/mL)。
  3. 盐酸（1+9）。
  4. 硝酸（1+1）。
  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. 铟基体溶液：准确称取 5.000 g铟（wIn≥99.995 %）于 150 mL烧杯中，盖上表皿，分次加入 20mL硝酸（4.4)，低温加热溶解完全，稍冷，移入 100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含 50 mg铟。
  11. 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. 试样

将氧化铟样品进行研磨，试样应通过0.074mm的标准筛。

1. 分析步骤
   1. 试料

称取试样0.25g，精确至0.0001g

* 1. 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

* 1. 空白试验

随同试料做空白试验。

* 1. 测定
     1. 将试料（7.1）置于100 mL烧杯中，用少量水润湿，缓慢加入5.0 mL硝酸（4.4)，6mL盐酸（4.1），盖上表面皿，低温溶解完全，取下冷却，补加4mL盐酸（4.1），移入100 mL容量瓶中。
     2. 当砷质量分数为 0.00050 %～ 0.0040 %时，加入10mL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。

当砷质量分数＞0.0040 %时，将溶液6.4.1用水稀释至刻度，混匀。按表1分取试液于100 mL的容量瓶中，按表1补加入盐酸（4.1)和10mL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. 分取试液体积和补加盐酸体积

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 砷质量分数  % | 分取试液体积  mL | 补加盐酸体积  mL |
| ＞0.0040～0.040 | 10.00 | 9 |
| >0.04~0.40 | 2.00 | 10 |

* + 1. 在原子荧光光谱仪上，以盐酸（3.3)为载流剂，硼氢化钾溶液（3.7)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，分别从基体匹配工作曲线（砷质量分数为0.00050 %～ 0.0040 %时）和纯标准工作曲线（砷质量分数＞ 0.0040 %时）上查出砷的浓度。
  1. 工作曲线的绘制
     1. 基体匹配工作曲线

移取0 mL、1.00mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、12.00mL砷标准溶液（4.9）于一组 100 mL容量瓶中，分别加入4.0 mL铟基体溶液(4.10),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。

* + 1. 纯标准工作曲线

移取0 mL、1.00mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、12.00mL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。

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

按公式（1）计算砷含量，以*wAs*的质量分数计(%)。



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）；

*m 0*——试样质量，单位为克（g）。

计算结果保留两位有效数字。

1. 精密度
   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求得。

|  |  |
| --- | --- |
| 质量分数*wAs* /% | 重复性限（r）/% |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |

* 1. 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，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求得。

|  |  |
| --- | --- |
| 质量分数*wAs* /% | 再现性限（R）/% |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |

1. 实验报告

试验报告所包括以下内容：

——试样；

——使用的标准（包括发布或出版年号）；

——使用的方法（如果标准中包括几个方法）；

——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。