氧化铟化学分析方法

第2部分：砷含量的测定

编制说明

（讨论稿）

《氧化铟化学分析方法 第2部分：砷含量的测定》

编制组

主编单位:昆明冶金研究院

2022年3月

氧化铟化学分析方法

第2部分：砷含量的测定

预审稿编制说明

1. **工作简况**
2. **立项目的和意义**

铟广泛应用于电子计算机、太阳能电池、电子、光电、国防军事、航空航天、核工业和现代信息产业等科技领域，被称为新兴产业的“维生素”。随着信息时代的发展，平面显示技术不断更新，氧化铟也出现了较快的发展。特别是随着IT产业的迅猛发展，笔记本电脑、电视和手机等各种新型液晶显示器以及接触式屏幕、建筑用材料对ITO薄膜或ITO玻璃的需求日益增加（ITO靶材生产占全球铟用量的70%以上），因此，近年来各国都开始加强对氧化铟的制备。国内外对ITO靶材需求量变得也越来越大，根据美铟公司预计，到19年全球溅射靶材需求将达到1680吨，而国内需求占比接近50%，超过800吨，国内靶材企业正迎来扩产高峰，根据测算，2018—2020年新建产能是原有产能的2—8倍。其次云南省作为最大的铟产地，有色及稀贵金属材料产业是云南省的特色支柱产业之一，具有资源优势和巨大的产业发展潜力。“十二五”期间，国家推出一系列工业转型升级政策，为稀贵金属材料产业和制造业的发展带来了良好的发展机遇。《中国制造2025》、《新材料产业“十三五”发展规划》、《新材料产业发展指南》均要求要发展新材料关键技术与标准，加强示范作用。

氧化铟是由In≥99.995%的铟锭和粗铟制得，查YS/T 257-2009《铟锭》和YS/T 1163-2016《粗铟》标准都没有对铟锭中的杂质元素砷As的含量做出规定，也没有相应的检测方法。查铟化学分析方法YS/T 276（所有部分）均没有发现铟中砷量的分析方法标准。查GB/T23363-2009《高纯氧化铟》其杂质元素含量也没有对砷量进行规定，在国外标准库中没有查到相关的欧盟标准或国际标准。因此制定氧化铟中砷含量的分析方法标准就显得十分重要。

原子荧光光谱分析法（AFS）是利用原子荧光谱线的波长和强度进行物质的定性及定量分析方法，具有以下优点：（1）有较低的检出限，灵敏度高；（2）干扰较少，谱线比较简单；（3）分析校准曲线线性范围宽；（4）能实现多元素同时测定。本标准的制定，主要是对氧化铟中砷杂质含量的测定，对氧化铟的生产、贸易过程中杂质元素砷进行规范的检测和有效的质量控制，填补了氧化铟产品中砷含量测定方法的空白，对铟产业发展的检测需求有积极作用。

1. **任务来源**

《国务院办公厅关于印发国家标准化体系建设发展规划（2016～2020年）的通知》强调，要完善有色金属等原材料工业标准，加快标准制修订工作，充分发挥标准的上下游协同作用，以促进材料工业结构调整；要建立健全的技术标准体系，能适应用户、市场需求，保持生产企业所用标准的先进性和适用性；要夯实标准化技术基础，增强标准化服务能力，提升标准国际化水平，加快标准化在经济社会各领域的普及应用，充分发挥“标准化+”效应。

2021年4月20日在贵州省贵阳市召开有色金属标准项目论证会暨标准制修订工作会议，会议对各单位提出的国家标准、行业标准和协会标准立项建议进行了项目论证，并审定了一批标准项目，根据全国有色金属标准化技术委员会论证会会议精神（2021年4月）明确了YS/T XXX-20XX《氧化铟化学分析方法》标准体系中涵盖的测定元素及制订项目原则，会上确定了《氧化铟化学分析方法 第2部分：砷含量的测定》的起草基本思路，项目编号为：工信厅科函〔2020〕263号2020-1556T-YS。根据会议讨论安排，由昆明冶金研究院负责起草YS/T XXX-20XX《氧化铟化学分析方法 第2部分：砷含量的测定》，由云南锡业集团有限公司、昆明理工大学、云南铜业楚雄滇中有色金属有限责任公司、国标(北京)检验认证有限公司、北京矿冶研究总院、国合通用（青岛）测试评价有限公司、通标标准技术服务（天津SGS）有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心、中国检验认证集团广东有限公司黄埔分公司等单位负责复验复核工作。

1. **项目编制工作组单位简介**
   1. **昆明冶金研究院**

昆明冶金研究院创建于1953年，是国家高新技术企业、云南省创新型试点企业，是国家级企业技术中心——云南冶金集团股份有限公司技术中心的核心研发机构，是云南省选冶新技术重点实验室、国家博士后科研工作站、国家科技部国际合作基地的依托单位，同时也是云南省湿法冶金工程技术研究中心、云南省铝电解节能减排工程技术研究中心、云南省铅冶金工程技术研究中心、云南省锰系列产品工程技术研究中心及云南省多晶硅产业化关键技术工程研究中心的主要依托单位，拥有云南省锗钛系列高新技术产品的技术开发创新团队、云南省铝电解冶金新技术创新团队、云南省加压湿法冶金技术应用研究创新团队、昆明市低成本多晶硅技术创新团队和昆明市钛及钛产品开发科技创新团队。现有资源开发（选矿）、冶金、物质成分、分析测试、材料、工程设计和环保等多个研究部门，主要从事矿产资源开发利用、技术研发与技术服务；冶金、环保技术开发与服务；新材料研究与开发；采、选、冶工程设计、民用建筑设计；矿石及金属产品中多元素分析、合金材料相分析和结构测定；矿物组成与赋存状态、各种材料成份结构分析等。本院分析测试研究部现有在职人员45人，其中有教授级高工3人、高级工程师22人、工程师15人。内部研究开发的分析方法汇编成方法集共23部，具有优良的科研传统和较强的研究能力；配备了目前世界上最为高端的诸多精密分析仪器，拥有ICP-AES、ICP-MS、GD-MS（辉光放电质谱）、X射线荧光光谱仪、X射线衍射仪、MLA（矿物解离度定量测定仪）、电子探针、光电直读光谱、原子荧光、原子吸收、高频红外碳硫分析仪等多套设备，具有较强的人才和技术力量。

* 1. **云南锡业集团有限公司**

云南锡业集团（控股）[有限责任公司](https://baike.baidu.com/item/%E6%9C%89%E9%99%90%E8%B4%A3%E4%BB%BB%E5%85%AC%E5%8F%B8)是[云南省人民政府国有资产监督管理委员会](https://baike.baidu.com/item/%E4%BA%91%E5%8D%97%E7%9C%81%E4%BA%BA%E6%B0%91%E6%94%BF%E5%BA%9C%E5%9B%BD%E6%9C%89%E8%B5%84%E4%BA%A7%E7%9B%91%E7%9D%A3%E7%AE%A1%E7%90%86%E5%A7%94%E5%91%98%E4%BC%9A/6065945)直接监管的省属重点国有企业，是世界锡生产企业中产业链最长、最完整的企业，国家520户重点企业之一、云南省重点培育的十大企业集团之一，在世界锡行业中排名第一。经过120多年的发展，云锡控股公司已发展成拥有40多个全资、控股子公司，有[云南锡业股份有限公司](https://baike.baidu.com/item/%E4%BA%91%E5%8D%97%E9%94%A1%E4%B8%9A%E8%82%A1%E4%BB%BD%E6%9C%89%E9%99%90%E5%85%AC%E5%8F%B8/7939920)、[贵研铂业股份有限公司](https://baike.baidu.com/item/%E8%B4%B5%E7%A0%94%E9%93%82%E4%B8%9A%E8%82%A1%E4%BB%BD%E6%9C%89%E9%99%90%E5%85%AC%E5%8F%B8/6988285)以及在澳大利亚上市的YTC资源有限公司三个上市公司，成为集[地质勘探](https://baike.baidu.com/item/%E5%9C%B0%E8%B4%A8%E5%8B%98%E6%8E%A2/1673180)、采矿、选矿、冶炼、锡化工、砷化工、锡材深加工、有色金属新材料、贵金属材料、建筑建材、房地产开发、机械制造、仓储运输、国际物流、科研设计和产业化开发等为一体的国有特大型有色金属联合企业，成为世界最大的锡生产、加工基地和世界最大的锡化工中心、世界最大的锡材[加工中心](https://baike.baidu.com/item/%E5%8A%A0%E5%B7%A5%E4%B8%AD%E5%BF%83/474705)，以及世界级的[稀贵金属](https://baike.baidu.com/item/%E7%A8%80%E8%B4%B5%E9%87%91%E5%B1%9E/7384069)研发中心。

* 1. **昆明理工大学**

昆明理工大学(Kunming University of Science and Technology)，位于云南省昆明市，是云南省综合性重点大学，由国防科技工业局与云南省人民政府共建高校，入选“中西部高校基础能力建设工程”、国家建设高水平大学公派研究生项目、教育部“卓越工程师教育培养计划”、中国政府奖学金来华留学生接收院校、全国首批深化创新创业教育改革示范高校、高等学校科技成果转化和技术转移基地、数据中国“百校工程”、“高等学校学科创新引智计划”，是国家创新人才培养示范基地，建立国家国际技术转移中心的高校，CDIO工程教育联盟成员单位。学校由原昆明理工大学与原云南工业大学于1999年合并组建。原昆明理工大学创建于1954年，时名昆明工学院，1995年更名为昆明理工大学。原云南工业大学创建于1974年，时名云南工学院，1994年更名为云南工业大学，历史起点可追溯到清宣统二年（1910年）。1999年，两校合并组建成新昆明理工大学。2004年，云南省分析测试中心并入。 [90]

截止到2021年7月，学校有呈贡、莲华、新迎三个校区，占地3915余亩；设有研究生院、1个学部、26个学院、1个教学部、7个研究院、13个临床教学基地（含9个附属医院、3个教学医院、1个实习医院）、107个本科专业；有博士后科研流动站11个，一级学科博士点17个，专业学位博士点1个，一级学科硕士点41个，专业学位硕士点21个；有教职工3823人，全日制在校本科生32352人，博士、硕士研究生13062人，各类留学生1658人。

* 1. **云南铜业楚雄滇中有色金属有限责任公司**

楚雄滇中有色金属有限责任公司（以下简称“滇中有色公司”）成立于1994年10月，为云南铜业（集团）有限公司下属企业云铜股份公司全资控股子公司。位于楚雄市东瓜镇桃园办事处程家坝，离市中心约3公里，占地面积504亩，员工610人。公司环境优美，绿树如茵，为楚雄州境内最大的有色金属冶炼企业，其主要产品为阳极铜和硫酸。近年来，滇中公司着力于观念创新和制度创新，严格按市场经济和现代企业制度要求，建立起了以制度管理为基础，预算化管理为中心的管理体系。经营范围包括有色金属冶炼及压延加工、技术研究；有色金属销售；硫酸生产销售；化工产品的生产技术研究、技术服务及咨询；金属矿销售；化工产品、百货、五金、交电、建筑材料的批发、零售；机电安装；道路货物运输。

* 1. **国标(北京)检验认证有限公司**

国标（北京）检验认证有限公司（简称国标公司，英文简称GTC），是中国的第三方检验认证服务机构，致力于为客户提供一站式质量保障服务。公司前身为北京有色金属研究总院分析测试技术研究所，同时运行管理着“国家有色金属质量监督检验中心”和“国家有色金属及电子材料分析测试中心”，分别由原国家质量技术监督局于1985年批准建立和原国家科委于1983年批准建立。

国标公司通过ISO 17025实验室国家认可(CNAS)、中国计量认证(CMA)、实验室审查认可（CAL）、培训机构资质认证（NTC）等，是国家工业与信息化部挂牌“有色金属标准样品\*\*研制单位（YSRK 07-2014）”、 “多晶硅行业准入检测测评实验室”、“工业(有色金属及半导体材料)产品质量控制及评价实验室”；中国有色金属工业协会认定的“有色金属失效分析行业重点实验室”；中关村高新技术企业园区挂牌的开放实验室；“航天器材料质量保证机构”；中国船级社检测和试验机构；同时是中国有色金属学会理化检验学术\*\*、中国稀土学会理化检验专业\*\*的主任委员单位。

国标公司主营业务涉及第三方检测服务，分析测试仪器装备及配件的研制和销售、标准物质/样品、无损检测设备检定、分析检测人员培训、实验室规划设计、特种功能材料研发与生产等领域。公司是中国第三方金属检测的成员之一者，主要从事有色金属、黑色金属、矿物材料、建筑材料、环境样品等的分析检测服务；服务项目包括化学成分成分、组织结构分析、物理性能测试、力学性能测试、无损探伤检测等。

国标公司拥有一支基础理论扎实、实践经验丰富的研究和服务队伍，先后承担了国家科技支撑计划、国家863计划、国家自然科学基金、\*\*配套等计划项目的研究。曾获国家科技进步奖6项，国家发明奖3项，省部级科技进步一等奖6项，二、三等奖107项；近5年获得国家发明专利20余项；负责和参加起草制订分析方法国家标准、行业标准300余项；国家标准物质/标准样品120个，在国内外科技期刊上发表论文800余篇，撰写论着22部。

* 1. **北京矿冶研究总院**

北京矿冶研究总院是隶属于国务院国资委管理的中央企业，属国家首批创新型企业，是我国以金属矿产资源综合开发利用为核心主业的规模最大的综合性研究与设计机构（工程设计具有甲级资质），在有色金属采矿、选矿、冶炼和金属粉体材料等研究领域可代表国家水平，在国内外同行中有较大的影响。

我院拥有两家上市公司，北矿磁材科技股份有限公司的A股股票在上海证券交易所上市，北京当升材料科技股份有限公司在创业板上市。

截止到2011年底，全院在职职工3495人，其中有中国工程院院士3人，国家级有突出贡献的中青年专家8人，享受政府特殊津贴的科技专家85人。国家百千万人才工程第一、二层次和新世纪百千万人才工程人才7人。在现职科技人员中有教授级高级工程师187人、高级工程师199人，工程师310人，其中博士71人、硕士484人。矿业工程、冶金工程、材料科学工程、机械工程四个一级学科有硕士学位授予权。总计培养硕士生234名，通过高校招生或合作培养博士生87名。

我院共完成5660多项科研课题，取得科研成果及工程设计项目2370多项，其中获国家级科技和工程设计奖90余项，省部级科技奖900多项，取得授权专利230多项。

* 1. **国合通用（青岛）测试评价有限公司**

国合通用（青岛）测试评价有限公司（以下简称“国合青岛”）是承担国家新材料测试评价平台-主中心项目的国合通用测试评价认证股份公司（以下简称“国合通测”）的全资子公司，是国务院国资委直属央企有研科技集团有限公司（以下简称“有研集团”）的三级子公司，2018年5月注册于青岛市市北区，注册资本1亿元。

国合青岛实验室建设于青岛市市北区纺织谷，总建筑面积约14194.84平方米，目前拥有化学分析、性能测试、组织结构和无损检测四个专业实验室，逐步建设汽车整车及零部件实验室、轨道交通实验室、船舶与海洋工程实验室、环境实验室、食品实验室、纺织品实验室等专业实验室，重点对汽车、轨道交通、船舶、海洋工程等行业提供第三方检测服务，同时开展材料失效分析、应用评价、产品认证、专业技能培训等业务。

国合青岛作为国合通测山东省总部，致力于成为山东省内一流、国家级第三方综合测试评价服务机构及新材料测试评价技术研究机构，为山东省新旧动能转换提供强大动力。

2019年1月，为贯彻落实国合通测战略规划，落实山东省的网络布局，扩大业务领域，国合青岛收购青岛元信检测技术有限公司（以下简称“元信检测”)作为全资子公司。元信检测是经国家认监委认可的具备CMA,CATL,CNAS资质的第三方检测机构，提供食品安全检测，食品包材，绿色食品，饮用水，土壤，大气，公共卫生等领域的监测服务。

* 1. **通标标准技术服务（天津SGS）有限公司**

我们是SGS——国际公认的测试、检验和认证机构，瑞士上市企业，股票代码：SGSN，拥有140多年的企业历史，全球测试设施网络配备知识渊博、经验丰富的人员，能够有效降低分析风险、缩短上市时间并根据相关的健康、安全和规范标准对您产品的质量、安全和性能进行测试。提供全方位检测和验证服务，例如转运时检查贸易商品的状况和重量，帮助控制数量和质量，满足不同地区和市场的所有相关监管要求。通过认证，我们能够向客户证明您的产品、流程、系统或服务是否符合国内和国际标准及规范或客户定义的标准。

SGS通标标准技术服务有限公司由SGS集团和隶属于国家市场监督管理总局系统的中国标准科技集团共同于1991年成立，现已在全国建成了90个分支机构和200多间实验室，拥有15,000多名训练有素的专业人员。

SGS是中国境内首家获得中国合格评定国家认可委员会(CNAS) ISO 17020认可的第三方合资检验机构，实验室获多家权威机构的认可，如CNAS、CMA、IECCC、GS、DAKKS、UKAS、HOKLAS、KFDA、JPMA、ISTA、CCC、cGMP等。

在中国，SGS的服务能力已全面覆盖到纺织品及鞋类、玩具及婴幼儿用品、家居及轻工产品 、电子电气、农产食品、生命科学、化妆品及个人护理、石油化工、矿产、环境、工业、交通和电子商务等多个行业的供应链上下游。凭借全球化技术优势和本地化服务理念，我们不断创新，通过一流的检测、认证服务，致力在企业组织、政府和个人间传递信任，更助力本土及全球客户加速业务成功、提升可持续发展竞争力。

作为优秀的企业公民，SGS始终以负责任的态度经营企业、回馈社会。如在全国各分支机构持续开展捐资助学、爱心支教、扶贫帮困、赈灾救危、保护环境等公益活动；并对办公场所进行能效评估和改造工作，减少碳排放，是可持续发展理念的积极践行者。

* 1. **广西壮族自治区分析测试研究中心**

广西壮族自治区分析测试研究中心（以下简称“中心）为公益二类事业单位，成立于1978年，是广西科技厅直属的以分析测试服务、技术研究为主的省级综合分析测试研究机构，是广西质量技术监督局授权建立的“广西壮族自治区保健食品及生物产品质量监督检验站”，是为社会公众服务、对外独立开展检验/检测业务的第三方检测机构。

中心办公、实验室和辅助用房总面积为6300平方米，其中检验室面积3191平方米。检测仪器设备先进精良，分析检测技术力量雄厚，分析测试项目较齐全。中心下设检验研究一室、检验研究二室、业务科、资源管理科、办公室、财务科、科研与大型仪器服务中心、技术管理与质量控制科、实验动物管理科等9个职能科室。现有职工80人，其中技术人员60人，其中高级职称24人，中级职称24人，硕士研究生13人。中心拥有固定资产6700多万元，仪器设备1100多台套，其中国家科技部统管的精密仪器81台套，如气相色谱/质谱联用仪（GC/MS）、液相色谱/质谱联用仪（LC/MS）、气相色谱/红外光谱联用仪（GC/RFX）、氨基酸分析仪、全自动遗传分析仪、高效液相色谱仪、全自动超高压液相色谱仪、等离子发射光谱仪（ICP）、等离子体质谱仪(ICP/MS)、离子色谱仪（IC）、X射线荧光光谱仪、原子荧光分光光度计、原子吸收分光光度计、气相色谱仪、紫外分光光度计、元素分析仪、近红外品质分析仪、全自动微生物快速检测系统、600MHZ付立叶核磁共振波谱仪、热脱附系统-气质联用仪、凝胶净化浓缩联用仪、药物残留检测系统、宽频电磁辐射分析仪等。

* 1. **中国检验认证集团广东有限公司黄埔分公司**

中国检验认证集团广东有限公司黄埔分公司（以下简称黄埔CCIC）是中国检验认证集团广东有限公司（简称广东CCIC）的分支机构。多年以来，黄埔CCIC在黄埔出入境检验检疫局及广东CCIC的正确指导下，充分发挥公司具有的地理优势和业务覆盖面广泛、专业技术力量强、仪器设备齐全等特长，在货物鉴定、检验、检测等方面为众多客户提供了公正、准确、快捷的优质服务，得到客户的充分认同和信赖。“以事实为依据，按照标准要求履行法规、合同规定，凭借高素质团队和雄厚技术实力，认真进行各项检测和鉴定，准确、及时出具检测鉴定证书。

1. **主要工作过程（征求意见过程，讨论会情况）和工作内容**

**4.1征求意见**

从项目申报开始，昆明冶金研究院就组建了YS/T XXXX-20XX《氧化铟化学分析方法 第2部分：砷含量的测定》起草项目组。项目组由长期负责标准制修订的教授级高工担任组长，高级工程师、工程师及硕士担任组员。2021年4月全国有色金属标准化技术委员会在贵阳市召开了任务落实会，根据会上的讨论，形成征求意见稿。同时，根据《氧化铟化学分析方法 第2部分：砷含量的测定》任务落实会议纪要的规定，我单位于2021年5月开展标准分析方法开发和验证工作，并将标准分析方法讨论稿、实验报告和样品提交给验证单位，以进行标准分析方法主要技术条件和准确度、精密度的实验验证。针对讨论稿存在的问题，编制组根据实验计划和各成员的任务情况，重新组织专业技术人员做了大量氧化铟中砷含量的实验工作，结合实际情况和具体实验结果，对拟制定的标准所涉及的内容、范围、适用性、可操作性、科学性等内容进行了认真研讨、论证和改进，对标准进行修改，形成预审稿。

**4.2 讨论会**

2021年12月昆明冶金研究院在云南省昆明市组织召开专题会议，对负责起草制订的YS/T XXXX-20XX《氧化铟化学分析方法 第2部分：砷含量的测定》标准项目进行了讨论，对各个标准测定范围、方法提要、测定步骤、精密度等部分进行了详细的论证，基本达成了统一。

**4.3 主要工作过程**

从该标准起草项目申报开始，昆明冶金研究院就组建了YS/T XXXX-20XX《氧化铟化学分析方法 第2部分：砷含量的测定》起草项目组。项目组由长期负责标准制修订的教授级高工担任组长，高级工程师、工程师及硕士担任组员。

2021年4月全国有色金属标准化技术委员会在贵州省贵阳市召开了YS/T XXXX-20XX《氧化铟化学分析方法 第2部分：砷含量的测定》任务落实工作会议，会上确定了YS/T XXXX-20XX《氧化铟化学分析方法 第2部分：砷含量的测定》的起草思路。方法是采用原子荧光光谱法，我们在总结过去工作经验的基础上，认真地进行了条件试验，对共存离子进行了干扰试验，对方法进行了样品分析，在此基础上我们编制完成了《试验报告》，并进行了充实完善。

**二、标准编制原则**

从该标准起草项目申报开始，昆明冶金研究院就组建了YS/T XXXX-20XX《氧化铟化学分析方法 第2部分：砷含量的测定》起草项目组，撰写开题报告，落实项目组长及参与组员的起草任务，确定标准编审原则如下：

1）以满足我国铟行业的实际生产和使用的需要为原则，提高标准的适用性。

2）以与实际相结合为原则，提高标准的可操作性。

3）充分考虑国家法律、安全、卫生、环保法规的要求。

4）GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分:试验方法标准》和有色加工产品标准和国家标准编写示例的要求进行格式和结构编写。

**三、确定标准主要内容的依据**

查阅了相关资料，拟定了试验方案，通过大量的条件试验确定了《氧化铟化学分析方法 第2部分：砷含量的测定》中测定范围的选择、称样量的选择、共存离子的影响等内容，通过氧化铟标准样品验证及精密度试验确定了方法的重复性限和再现性限。本标准具有操作简便、准确度较好等优点。具体工作内容如下：

**1.原子荧光光谱仪工作条件选择**

原子荧光光谱仪工作条件的选择以仪器说明书推荐的条件为前提，再通过实验进行优化，本实验最终确定的条件如表1。

1. 原子荧光光谱仪工作条件

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| PMT电压 | 280 V | 原子化方式 | 火焰法 |
| 灯电流 | 60 mA | 采样时间 | 8s |
| 载气 | 600 mL/min | 读数时间 | 18s |
| 辅助气 | 300 mL/min | 延时时间 | 4s |
| 原子化器温度 | 300℃ | 注入泵速 | 100 r/min |
| 测量方式 | 标准曲线法 | 分析信号 | 峰面积 |
| 基体匹配工作曲线 | | | |
| 荧光强度/IF | 52.3、1748.2、3460.2、6912.3、13853.8、17307.2、20545.1 | | |
| 曲线回归方程 | y=171713x+49.306 | | |
| 相关系数 | r=0.99995 | | |
| 纯标准工作曲线 | | | |
| 荧光强度/IF | 67.9、2184.1、4168.2、8302.2、16637.4、20596.5、24502.7 | | |
| 曲线回归方程 | y=204324x+125.31 | | |
| 相关系数 | r=0.99987 | | |

**2.溶液残留硝酸的影响**

分别在一系列100mL容量瓶中加入加入0mL、1mL、2.0mL、5.0mL、10.0mL硝酸（3.2），移入2.00mL砷标准溶液（3.9），加入10mL盐酸（3.1），用水定容混匀，测得荧光强度见表2。

1. 硝酸对砷测定的影响

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 硝酸浓度/% | 0 | 1 | 2 | 5 | 10 |
| 砷标准溶液强度0.020μg/mL | 3649.0 | 3682.2 | 3681.9 | 3629.7 | 3306.4 |

从表2可以看出，溶液残留硝酸0mL~5mL时，对砷测定强度影响值均小于1%，可视为基本无干扰；残留10mL以上对测定产生负干扰。本实验加入硝酸2.5mL，对最终测定结果无影响。

**3.还原剂浓度的影响**

在原子荧光法中，还原剂的用量对样品以及空白值得影响较大。高浓度硼氢化钾产生大量的氢气稀释了待测元素氢化物，因此硼氢化钾浓度不宜超过3.0%。

表3 硼氢化钾浓度对砷测定影响

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序列 | 还原剂（KBH-KOH） | A道荧光强度 | | | 砷标准溶液（0.020μg/mL） |
| 1 | 0.5%KBH-  1.0%KOH | 3565.9 | 3568.2 | 3566.1 | 0.0192 |
| 2 | 1.0%KBH-  1.0%KOH | 3845.6 | 3851.2 | 3852.4 | 0.0200 |
| 3 | 2.0%KBH-  1.0%KOH | 3705.8 | 3710.2 | 3709.4 | 0.0194 |
| 4 | 3.0%KBH-  1.0%KOH | 3513.9 | 3510.7 | 3508.5 | 0.0188 |
| 5 | 4.0%KBH-  1.0%KOH | 3463.4 | 3461.0 | 3448.2 | 0.0186 |

从表3中可以看出，还原剂硼氢化钾浓度对砷测定有影响，还原剂浓度并非越大越好，在保证测量样品用量的情况下，还原剂浓度小一些为宜。实验表明，当硼氢化钾浓度为1%时，仪器灵敏度和测定结果的准确度都较高，并且能有效消除干扰。

**4.载流酸度的影响**

分别使用盐酸浓度为1%、2%、3%、4%、5%、6%、7%、8%、9%、10%的载流，以砷标准溶液0.020 μg/mL为例，测得荧光强度见表4。

表4载流浓度与荧光强度

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 载流浓度 % | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 15 |
| 砷标准溶液强度 | 1502.6 | 2823.0 | 3400.2 | 3465.8 | 3461.2 | 3466.5 | 3462.8 | 3468.1 | 3465.3 | 3462.2 | 3467.1 |

实验证明较高的酸度能增强砷荧光信号并消除一些金属离子的干扰。当盐酸体积分数低于4％时砷荧光强度显著降低，因此宜选用体积分数不小于4％的盐酸为载流溶液，但载流浓度不能超过10％，否则会对仪器造成腐蚀。另外考虑到，载流中的酸浓度要不大于标准空白、标准样、待测样中的酸浓度（后三者酸浓度应是一致的），故选择10%的盐酸作为载流溶液。

**5.硫脲—抗坏血酸溶液加入量的影响**

分别向50mL容量瓶中加入2,3,4,5,10,15,20mL的硫脲—抗坏血酸溶液（50g/L），以砷标准溶液0.020 μg/mL为例，测得荧光强度见表5。

表5硫脲—抗坏血酸溶液与荧光强度

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 硫脲一抗坏血酸溶液加入量/mL | 2 | 3 | 4 | 5 | 10 | 15 | 20 |
| 砷标准溶液荧光强度 | 1530.6 | 2103.6 | 3011.2 | 3460.9 | 3466.3 | 3465.9 | 3465.7 |

从表5可看出，50mL容量瓶中硫脲—抗坏血酸混合液（50g/L）的加入量不小于5mL时荧光强度较高。本方法选择100mL容量瓶中加入10mL硫脲—抗坏血酸混合液（50g/L）。

**6.硫脲—抗坏血酸溶液加入后稳定时间对砷荧光强度的影响**

标准样与待测样均需用硫脲—抗坏血酸混合液预还原五价砷至三价砷，因此硫脲—抗坏血酸混合液加入后的稳定时间也会影响荧光强度值并影响标准曲线的相关系数。在室温20±2℃下，以砷标准溶液0.020 μg/mL为例，通过实验研究了稳定时间与荧光强度值以及标准曲线相关系数ｒ的关系，见表6。

**表6 稳定时间与荧光强度值及标准曲线相关系数ｒ值关系**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 稳定时间/min | 荧光强度值（均值） | 曲线相关系数r（均值） |
| 10 | 1712.2 | 0.9878 |
| 12 | 2158.9 | 0.9983 |
| 20 | 3033.6 | 0.9991 |
| 30 | 3467.7 | 0.9996 |
| 40 | 3448.9 | 0.9998 |

由表6可以看出，室温下加入硫脲一抗坏血酸混合液后还原时间在30min以上为宜，但还原速度受温度影响也很大，如室温低于15℃或水样、试剂等温度很低时，应延长稳定时间或置于60℃以上的水浴中适当保温，以加速还原。另外，加入硫脲一抗坏血酸混和液后，可消除 Cu、Ni、Co等30种共存元素的干扰。本方法选择常温下稳定时间为30min。

**7.铟基体对砷测定的影响**

在一系列100mL容量瓶中加入5.00mL砷标准溶液（3.9），分别加入50.0mg/mL的铟标准溶液2.0mL、3.0mL、4.0mL、8.0mL、10.0mL（对应氧化铟含量为：0.12g、0.18g、0.24g、0.48g、0.97g）；加入盐酸10mL（3.1)和5mL硫脲—抗坏血酸溶液（3.5), 用水稀释至刻度，混匀。室温下放置 30 min。按6.4.3步骤测定溶液中砷的浓度，通过实验观察铟基体对砷的干扰。见表7

表7 铟基体对砷的影响

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 砷标准溶液（0.050μg/mL） | | | | | |
| 加入氧化铟  基体量 | 0.12g | 0.18g | 0.24g | 0.48g | 0.97g |
| 测得值  (μg/mL) | 0.053 | 0.055 | 0.058 | 0.059 | 0.060 |
| 相对误差(%) | 6.0 | 10.0 | 16.0 | 18.0 | 20.0 |

由表7可知，当氧化铟含量小于0.18g时，测定结果的相对误差小于10%，铟基体干扰可忽略。当氧化铟含量大于0.18g时，测定结果的相对误差大于10%，且随基体加入量的增加而增大，铟基体对砷的测定存在明显的正干扰。因此溶液中氧化铟含量大于0.18g时，需排除铟基体的干扰。本试验采用基体匹配法消除干扰。

**8.精密度实验**

选取5个试验样品，每个样品独立分析11次，结果见表8。

表8 精密度实验数据

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号  测定次数 | 1#  As(%) | 2#  As(%) | 3#  As(%) | 4#  As(%) | 5#  As(%) |
| 1 | 0.00145 | 0.00156 | 0.00284 | 0.0181 | 0.160 |
| 2 | 0.00152 | 0.00172 | 0.00289 | 0.0204 | 0.165 |
| 3 | 0.00147 | 0.00158 | 0.00297 | 0.0188 | 0.170 |
| 4 | 0.00160 | 0.00157 | 0.00301 | 0.0191 | 0.168 |
| 5 | 0.00146 | 0.00154 | 0.00293 | 0.0195 | 0.164 |
| 6 | 0.00148 | 0.00161 | 0.00284 | 0.0195 | 0.166 |
| 7 | 0.00150 | 0.00165 | 0.00301 | 0.0194 | 0.169 |
| 8 | 0.00164 | 0.00164 | 0.00273 | 0.0193 | 0.165 |
| 9 | 0.00151 | 0.00159 | 0.00295 | 0.0213 | 0.162 |
| 10 | 0.00135 | 0.00170 | 0.00289 | 0.0195 | 0.164 |
| 11 | 0.00154 | 0.00159 | 0.00275 | 0.0194 | 0.165 |
| 平均值% | 0.00150 | 0.00161 | 0.00289 | 0.0195 | 0.165 |
| SD% | 7.72×10-3 | 5.77×10-3 | 9.52×10-3 | 0.082 | 0.29 |
| RSD% | 5.15 | 3.58 | 3.29 | 4.20 | 1.78 |

9.加标回收率实验

在1#，3#，4#，5#试样中分别按表9加入砷标准溶液进行加标标准回收率试验，分析结果见表9。

表9 加标回收率实验结果

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 编号 | 称样量/g | 试样含砷量/µg | 加入砷量/µg | 测得砷量/µg | 回收率/% |
| 1# | 0.25 | 3.70 | 2.00 | 5.65 | 97.50 |
| 0.25 | 3.75 | 4.00 | 7.83 | 102.0 |
| 3# | 0.25 | 7.30 | 2.00 | 9.26 | 98.00 |
| 0.25 | 7.20 | 4.00 | 11.42 | 105.5 |
| 4# | 0.25 | 48.95 | 20.00 | 68.07 | 95.60 |
| 0.25 | 49.07 | 40.00 | 88.29 | 98.05 |
| 5# | 0.25 | 411.0 | 100.0 | 508.7 | 97.70 |
| 0.25 | 410.8 | 200.0 | 603.8 | 96.50 |

以上试验结果表明：本方法测定氧化铟中的砷含量，分析结果准确可靠，加标回收率在95%~110%之间，适用于砷含量在0.00050%~0.40%之间的砷的测定，可作为氧化铟中砷含量测定的推荐性分析标准。

**五、标准水平分析（采用国际标准和国外先进标准的程度（IDT、MOD或NEQ）、国际、国外同类标准水平的对比分析）**

没有查到相关国际标准和国外先进标准。此方法为氧化铟中砷含量的检测方法，填补了氧化铟产品中砷含量测定方法的空白，对铟产业发展的检测需求有积极作用。本方法能达到国际先进水平要求。

**六、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系**

本标准所规定的内容，完全满足国家法规要求。

**七、标准中如涉及专利，应有明确的知识产权说明**

无

**八、重大分歧意见的处理经过和依据**

无

1. **标准作为强制性或推荐性标准的建议**

本标准建议不作为强制性标准，而建议作为推荐性标准。

**十、贯彻标准的要求和措施建议**

本标准适用于氧化铟中微量元素As的原子荧光光谱测定。建议相关单位组织专项标准宣贯会进行系统学习。本标准发布后，各企业应积极宣传和贯彻，并立即采用新标准进行分析，以保证产品质量，满足国内、外市场及用户的需要。

**十一、废止现行有关标准的建议**

无

**十二、其他应予说明的事项**

无

**十三、预期效果**

氧化铟广泛应用于新型液晶显示器的制造，随着信息时代的发展，特别是随着IT产业的迅猛发展，笔记本电脑、电视和手机等各种新型液晶显示器以及接触式屏幕、建筑用材料对ITO薄膜或ITO玻璃的需求日益增加（ITO靶材生产占全球铟用量的70%以上），所以就必须有更加科学、准确、快速、更加适用的分析检测方法标准进行技术支撑，以满足市场上各种氧化铟产品的化学成分分析检测。

本标准《氧化铟化学分析方法 第2部分：砷含量的测定》无论是在分析方法准确性还是在方法的适用性、前瞻性、可操作性上都做了很多开发和验证工作，能达到国际先进水平要求。该标准全面反映了我国铟行业化学检测技术水平，有利于促进国内铟生产企业进一步完善分析检测手段，进一步提升产品质量，提升我国在军工、航空航天、食品、医药等领域的技术水平。能够满足中国铟产业的实际使用和未来发展的需求，为中国铟产业的发展提供了基础性的技术支撑。

# 《氧化铟化学分析方法 第2部分：砷含量的测定》 行业标准编制组 2022年3月9日