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 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

**Methods for chemical analysis of indium oxide-**

**Part 1 Determination of cadmium,cobalt,copper,iron,manganese,nickel,antimony,lead,thallium content—Inductively coupled plasma emission spectrometry**

|  |
| --- |
|  |
|  |

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

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1部分。

本部分按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

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：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公司、有研资源环境技术研究院(北京)有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、文山锌铟有限公司

本部分主要起草人：

氧化铟粉化学分析方法

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. 范围

YS/T XXX的本部分规定了采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定氧化铟中镉、钴、铜、铁、锰、 镍、锑、铅、铊含量的方法。

本部分适用于氧化铟中镉、 钴、 铜、铁、 锰、 镍、 锑、 铅、 铊含量的测定，测定范围为: 0.0050%～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。

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（ρ=1.19 g/mL)。
  2. 镉标准贮存液：称取0.1000g纯镉（wCd≥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100µg镉。
  3. 钴标准贮存液：称取0.1000g纯钴（wCo≥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100µg钴。
  4. 铜标准贮存液：称取0.1000g纯铜（wCu≥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100µg铜。
  5. 铁标准贮存液：称取0.1000g纯铁（wFe≥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100µg铁。
  6. 锰标准贮存液：称取0.1000g纯锰（wMn≥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100µg锰。
  7. 镍标准贮存液：称取0.1000g纯镍（wNi≥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100µg镍
  8. 锑标准贮存液：称取0.1000g纯锑（wSb≥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100µg锑
  9. 铅标准贮存液：称取0.1000g纯铅（wPb≥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100µg铅
  10. 铊标准贮存液：称取0.1000g纯铊（wTl≥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100µg铊
  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200mL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，20µg铁。

(上述标准溶液均可用同浓度标准溶液替代)

* 1. 高纯氩气（≥99.999 %）。

1. 仪器与设备
   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%。

* 1. 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 | 226.5 | 228.6 | 224.7 | 259.9 | 257.6 |
| 元素 | 镍 | 锑 | 铅 | 铊 | — |
| 波长/nm | 231.6 | 217.5 | 220.3 | 190.8 | — |

* 1. 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 |

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0.5g，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

将试料置于200mL的烧杯中，加入10mL盐酸（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。

* 1. 工作曲线的绘制

准确移取0mL、0.50mL、2.50mL、5.00mL、10.00mL、25.00mL、50.00mL 镉、钴、铜、铁、锰、镍、锑、铅、铊标准溶液(4.11)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。

1. 分析结果的计算

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：

………………………………（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（µg/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（µg/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）。

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1数据采用线性内插法求得。

* 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1数据采用线性内插法求得。

1. 重复性限和再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 质量分数*wCd*/% | 0.00001 | 0.021 | 0.0296 |
| 重复性限（r）/% | 0.00001 | 0.0014 | 0.0011 |
| 再现性限（R）/% | 0.00001 | 0.0377 | 0.0753 |
| 质量分数*wCo*/% | 0.00000 | 0.017 | 0.0253 |
| 重复性限（r）/% | 0.00001 | 0.0008 | 0.0007 |
| 再现性限（R）/% | 0.00001 | 0.0262 | 0.0546 |
| 质量分数*wCu*/% | 0.00010 | 0.013 | 0.0096 |
| 重复性限（r）/% | 0.00001 | 0.0003 | 0.0006 |
| 再现性限（R）/% | 0.00001 | 0.0147 | 0.0087 |
| 质量分数*wFe*/% | 0.00114 | 0.040 | 0.0474 |
| 重复性限（r）/% | 0.00002 | 0.0007 | 0.0006 |
| 再现性限（R）/% | 0.00014 | 0.1334 | 0.1900 |
| 质量分数*wMn*/% | 0.00004 | 0.023 | 0.0404 |
| 重复性限（r）/% | 0.00001 | 0.0054 | 0.0045 |
| 再现性限（R）/% | 0.00001 | 0.0520 | 0.1442 |
| 质量分数*wNi*/% | 0.00002 | 0.012 | 0.0070 |
| 重复性限（r）/% | 0.00001 | 0.0004 | 0.0006 |
| 再现性限（R）/% | 0.00001 | 0.0120 | 0.0050 |
| 质量分数*wSb*/% | 0.00005 | 0.017 | 0.0271 |
| 重复性限（r）/% | 0.00001 | 0.0021 | 0.0019 |
| 再现性限（R）/% | 0.00001 | 0.0266 | 0.0647 |
| 质量分数*wPb*/% | 0.00046 | 0.015 | 0.0242 |
| 重复性限（r）/% | 0.00001 | 0.0015 | 0.0015 |
| 再现性限（R）/% | 0.00001 | 0.0200 | 0.0514 |
| 质量分数*wTl*/% | 0.00010 | 0.00019 | 0.0002 |
| 重复性限（r）/% | 0.00001 | 0.00001 | 0.00001 |
| 再现性限（R）/% | 0.00001 | 0.00001 | 0.00001 |

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。