|  |
| --- |
|  |
| **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** |
| 编制说明（审定稿） |
| 主编单位:云南锡业集团（控股）有限公司2022.10 |
|  |

**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**

**编制说明**

**一、工作简况**

**1.1任务来源**

根据中华人民共和国工业和信息化部下发的工信厅科函〔2020〕263号《工业和信息化部办公厅关于印发2020年第三批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》下达的行业标准制定的任务。《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》，计划编号为2020-1561T-YS，项目完成年限为2020-2022年，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会，由云南锡业集团（控股）有限责任公司、昆明冶金研究院有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、有研资源环境技术研究院(北京)有限公司、株洲科能新材料股份有限公司、云南华联锌铟股份有限公司、北矿检测技术有限公司、贵研铂业股份有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心负责起草。

**1.2主要参加单位和工作成员及其所做的工作**

主编单位云南锡业集团（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%22%20%5Ct%20%22_blank)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%22%20%5Ct%20%22_blank)、[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%22%20%5Ct%20%22_blank)、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%22%20%5Ct%20%22_blank)，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。

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%22%20%5Ct%20%22_blank)负责样品的收集和分发，完成分析方法研究工作，撰写了标准文稿、编制说明和研究报告。昆明冶金研究院有限公司负责对研究报告中的条件实验进行验证，并提供了实验样本的精密度数据。深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、有研资源环境技术研究院(北京)有限公司、株洲科能新材料股份有限公司、云南华联锌铟股份有限公司参与讨论和修改标准的各个版本，为标准的编制和编制说明编写提出了宝贵的意见和建议，并提供了实验样本的精密度数据。北矿检测技术有限公司、贵研铂业股份有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心提供了实验样本的精密度数据，并对标准文稿提出了相应的修改意见。

**1.3主要工作过程**

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%22%20%5Ct%20%22_blank)在接到标准制定任务后，成立了标准编制组，并召开了标准项目编制启动会议，对标准编写工作进行了部署和分工，主要工作过程经历了以下几个阶段。

**1.3.1立项阶段**

中华人民共和国工业和信息化部下发的工信厅科〔2020〕263号《2020年第三批行业标准制修订和外文版项目计划》的通知。全国有色金属标准化技术委员会下达了制定《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发射光谱法》行业标准的任务。

**1.3.2起草阶段**

第一次会议

2021年3月由标准委员会组织，在贵阳召开了标准讨论会。会议确定并落实任务，云南锡业集团（控股）有限公司编写《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发射光谱法》标准项目建议书、标准草案及标准立项说明等材料。会上确定株洲科能新材料股份有限公司、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、云南华联锌铟股份有限公司等五家单位作为第一次验证单位。

第二次会议

2022年3月，在全国有色金属标准化技术委员会主持下召开视频会议，《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发射光谱法》编制组提交了标准讨论稿及编制说明。本次材料提交对标准内容进行了详细讨论，会上各位专家对本标准（讨论稿）提出修改意见，同时要求编制组成员进一步补充实验数据，加快工作进度。编制组根据会议讨论意见及后期的数据及试验分析结果，对标准进行完善形成讨论稿，进一步推进工作。随着任务工作的推进，北矿检测技术有限公司、贵研铂业股份有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心等三家单位进入项目成为第二次验证单位。同时通过向氧化铟相关企业进行发函对《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发射光谱法》征求意见稿征询意见。编制组根据专家意见及征集的意见，对标准稿及其编制说明进行了修改，形成了标准预审稿及其编制说明和征求意见稿意见汇总处理表。

第三次会议

2022年8月由标准委员会组织，在湖北宜昌召开了标准预审定会议。《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发射光谱法》编制组提交了标准预审稿及编制说明。会上各位专家对本标准（预审稿）提出修改意见，编制组根据专家意见及征集的意见，对标准稿及其编制说明进行了修改，形成了标准审定稿及其编制说明和征求意见稿意见汇总处理表。

**二、编制原则依据**

**2.1符合性**

该标准按照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》、GB/T 20001.4­­——2015《标准编写规则第4部分：试验方法标准》、GB/T 6379.2——2004《测量方法与结果的准确度》的要求进行了编写。

**2.2合理性**

反映当前国内各生产企业的技术水平，宜于应用，经济上合理，兼顾现有资源的合理配置。

2**.3先进性**

通过充分调研，采用操作简便、灵敏度高、精密度和准确好、在行业内普及的分析方法，能很好地满足行业对氧化铟杂质元素的分析测试需求，提高了本标准的可操作性和先进性。

**三、标准化文件主要内容的确定依据**

本文件是首次制定，并且在充分调研了氧化铟生产和应用的实际情况以及相关标准、文献的基础上完成的。

**3.1测量范围的确定**

在确定本标准中氧化铟中镉、钴、铜、铁、锰、镍、锑、铅、铊元素测量范围时，一般杂质含量低于0.0050%的氧化铟采用GB/T 23364-2009《高纯氧化铟的化学分析方法》，主要通过ICP-MS进行测试，杂质含量高于0.0050%的氧化铟杂质不适宜用此法进行测定。参考了昆明理工大学制定的《氧化铟》产品标准（标委会已完成审定，暂未发布），本标准推荐氧化铟中镉、钴、铜、铁、锰、镍、锑、铅、铊含量的测定，测定范围为: 0.0050%～0.40%。

**3.2测量方法的确定**

通过积累的实验数据分析表明以电感耦合等离子体原子发射光谱法来进行杂质含量在0.0050%~0.40%的氧化铟能在保证准确性的同时，有效的提高样品检测速度，满足产品需求，又能大大减低测试成本。本标准推荐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。

**3.3 测量方法原理的确定**

通过积累的实验数据分析，以电感耦合等离子体原子发射光谱法来进行杂质含量时称取适量的试样，用硝酸和盐酸溶解，采用工作曲线法，于所推荐的分析波长处测定镉、钴、铜、铁、锰、镍、锑、铅、铊的发射强度，按标准工作曲线计算各元素的质量分数，能够快速准确的计算出氧化铟中各杂质的含量。

**3.4 设备及其谱线的确定**

**3.4.1 仪器设备的确定**

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。凡是满足或优于下列条件的设备均可用于测定。

表1设备工作条件

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| RF发生器功率/W | 1150 | 分辨率 | ＜0.008nm，在200nm处 |
| 波长范围 | 166nm~847nm | 短时间稳定性 | RSD%≤0.5% |
| 注入泵速/ rpm | 50 | 长时间稳定性 | RSD%≤2% |
| 载气/ L/min | 0.5 | 测量方式 | 标准曲线法 |
| 雾化器流量/L/min | 0.55 | 分析信号 | 峰面积 |

**3.4.2 元素谱线的确定**

元素谱线的选择以仪器推荐的元素谱线为前提，再通过实验筛选出本方法测定范围内干扰最小、相关系数最高的元素谱线。本实验最终确定的元素谱线如表2。

表2元素谱线的选择

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | 元素谱线/nm | 相关系数r |
| 镉 | 226.5 | 0.99999 |
| 钴 | 228.6 | 0.99995 |
| 铜 | 224.7 | 0.99995 |
| 铁 | 259.9 | 0.99996 |
| 锰 | 257.6 | 0.99999 |
| 镍 | 231.6 | 0.99999 |
| 锑 | 217.5 | 0.99997 |
| 铅 | 220.3 | 0.99995 |
| 铊 | 190.8 | 0.99995 |

根据验证单位的反馈，不同设备之间的元素谱线存在细微差异，故推荐元素谱线不做硬性规定。只需满足在本方法测定范围内干扰最小、相关系数最高的元素谱线，可根据情况适当改变。

**3.5试剂或材料的确定**

为确保实验测定的准确性，除非另有说明，在分析仅使用确认为优级纯的试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。根据实验报告还需选择使用如下试剂：盐酸（ρ=1.19 g/mL）、硝酸（ρ=1.42 g/mL）、镉、钴、铜、铁、锰、镍、锑、铅、铊单元素标准贮存溶液（采用国内外可以量值溯源的有证标准样品，其质量浓度均为1000µg/mL）、混合标准溶液（准确移取2mL镉、钴、铜、铁、锰、镍、锑、铅、铊标准贮存液于200mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液中各元素含量均为10µg/mL）、高纯氩气（φAr≥99.999 %）

**3.6试样的确定**

为保证待测的试样具有代表性，测试结果的重复性好，准确度高，试样需要均匀，根据昆明理工大学制定的《氧化铟》产品标准规定的粒度为不大于800nm，杂质含量总和不大于0.40%，为合格试样，考虑到不合格产品的可能性，需对试样进行过筛处理，确定试样分析前应通过0.074mm的标准筛。

**3.7试验条件的确定**

本实验方法的确定，由云南锡业集团（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%22%20%5Ct%20%22_blank)提出，昆明冶金研究院有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、有研资源环境技术研究院(北京)有限公司、株洲科能新材料股份有限公司、云南华联锌铟股份有限公司作为一验单位对所有条件实验进行测定并提供数据支撑。北矿检测技术有限公司、贵研铂业股份有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心作为二验单位对方法的精密度进行测定，并提供数据支持。

**3.7.1溶样方法试验**

本文试验了用盐酸、硝酸、盐酸与硝酸的混合酸在加热下进行溶解试验，观察溶解情况。试验结果表明，单独采用盐酸或硝酸较难溶解试样，采用盐酸与硝酸混合酸可以使试样溶解完全。

第一验证单位昆明冶金研究院有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、有研资源环境技术研究院(北京)有限公司、株洲科能新材料股份有限公司、云南华联锌铟股份有限公司的验证试验证明采用上述溶样方式，溶解过程平稳，溶解完全，溶解速率较快。

**3.7.2硝酸含量的影响试验**

硝酸具备氧化性，试样溶解的过程中可能对样品中的测定元素产生干扰。为此设计如下试验。分别在一系列100mL容量瓶中移入2.00mL混合标准溶液（10µg/mL）, 再加入3mL盐酸，再分别准确加入0.00mL、5.00mL、10.00mL、15.00mL硝酸，用水稀释至刻度，混匀，测定其中各物质的含量。排除引入的人为误差，测量值随硝酸用量增加而降低，所以硝酸的用量因尽可能的小。本标准中推荐使用5mL硝酸，3mL盐酸的混合酸。既能保证样品测试不受影响，又能完成大部分样品的溶解。

第一验证单位昆明冶金研究院有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、有研资源环境技术研究院(北京)有限公司、株洲科能新材料股份有限公司、云南华联锌铟股份有限公司结果均一致。表3为云南锡业集团（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%22%20%5Ct%20%22_blank)的测定结果。

表3硝酸含量对各元素测定的影响

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 硝酸用量/mL | 0.00 | 5.00 | 10.00 | 15.00 |
| 镉相对误差/% | 0.05 | 0.45 | 2.15 | 3.85 |
| 钴相对误差/% | 5.00 | 1.65 | 0.25 | 1.55 |
| 铜相对误差/% | 2.25 | 0.60 | 1.25 | 2.45 |
| 铁相对误差/% | 4.35 | 0.80 | 1.70 | 2.30 |
| 锰相对误差/% | 4.90 | 0.35 | 0.65 | 2.70 |
| 镍相对误差/% | 3.20 | 0.15 | 0.45 | 0.05 |
| 锑相对误差/% | 0.70 | 2.65 | 2.10 | 2.65 |
| 铅相对误差/% | 1.00 | 1.90 | 1.25 | 4.10 |
| 铊相对误差/% | 1.20 | 2.40 | 1.25 | 2.40 |

**3.7.3铟基体对各元素测定的影响试验**

在电感耦合等离子体原子发射光谱的测定过程中，必须考察基体元素及其他共存元素对待测定元素的干扰。所以设计试验，在一系列100mL容量瓶中加入5.00mL混合标准溶液（10µg/mL），分别加入铟基体溶液（50mg/mL）4.00mL、8.00mL、10.00mL、12.00mL（对应氧化铟含量为： 0.20g、0.40g、1.00g、1.10g）；加入5mL硝酸，再加入3mL盐酸，用水稀释至刻度，混匀，测定其中各物质的含量。排除引入的人为误差，测量值随基体增加而降低，0.20g时，整体误差值最小，建议试样称量量在0.20g-0.25g之间，0.20g样品×0.005%/100ml容量瓶=0.01µg/mL，仪器的测定下限<0.01µg/mL即可。本标准选定的试样称量量为0.20g。

第一验证单位昆明冶金研究院有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、有研资源环境技术研究院(北京)有限公司、株洲科能新材料股份有限公司、云南华联锌铟股份有限公司结果为加入0.20g氧化铟基体时，各元素的相对误差均小于5%，对测定不构成影响。表4为云南锡业集团（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%22%20%5Ct%20%22_blank)的测定结果。

表4铟基体对各个元素测定的影响

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 加入氧化铟/g | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 1.10 |
| 镉相对误差/% | 4.78 | 6.40 | 6.78 | 7.08 |
| 钴相对误差/% | 3.48 | 4.32 | 5.56 | 5.72 |
| 铜相对误差/% | 3.74 | 4.84 | 5.74 | 5.98 |
| 铁相对误差/% | 0.50 | 1.08 | 1.30 | 1.44 |
| 锰相对误差/% | 1.62 | 2.30 | 2.56 | 2.50 |
| 镍相对误差/% | 4.96 | 5.94 | 6.12 | 8.68 |
| 锑相对误差/% | 4.64 | 4.90 | 5.94 | 6.86 |
| 铅相对误差/% | 4.62 | 8.02 | 8.38 | 8.44 |
| 铊相对误差/% | 4.50 | 4.66 | 5.32 | 5.66 |

**3.7.4共存元素干扰试验**

在电感耦合等离子体原子发射光谱的测定过程中，必须考察基体元素及其他共存元素对待测定元素的干扰。所以设计试验，在一系列100mL容量瓶中加入4.00mL铟基体溶液（50mg/mL）（相当于0.20g氧化铟），再分别准确加入1.00mL、2.00mL、6.00mL、9.00mL混合标准溶液（10µg/mL），加入5mL硝酸，再加入3mL盐酸，用水稀释至刻度，混匀，测定其中各物质的含量。排除引入的人为误差。排除引入的人为误差，相对误差不超过5%限度，判断为对实验结果不存在影响。

第一验证单位昆明冶金研究院有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、有研资源环境技术研究院(北京)有限公司、株洲科能新材料股份有限公司、云南华联锌铟股份有限公司结果均一致。表5为云南锡业集团（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%22%20%5Ct%20%22_blank)的测定结果。

表5各个元素共存干扰测定的影响

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 加入混标溶液/mL | 1.00 | 2.00 | 6.00 | 9.00 |
| 镉相对误差/% | 4.40 | 3.95 | 5.50 | 4.94 |
| 钴相对误差/% | 1.40 | 1.50 | 2.10 | 0.34 |
| 铜相对误差/% | 2.70 | 3.05 | 3.22 | 3.43 |
| 铁相对误差/% | 1.70 | 2.40 | 0.80 | 3.88 |
| 锰相对误差/% | 0.60 | 1.00 | 1.85 | 1.30 |
| 镍相对误差/% | 2.80 | 3.50 | 2.02 | 5.63 |
| 锑相对误差/% | 2.40 | 2.80 | 4.52 | 1.11 |
| 铅相对误差/% | 1.10 | 1.45 | 1.95 | 1.48 |
| 铊相对误差/% | 2.60 | 5.30 | 3.12 | 1.92 |

**3.7.5加标回收率试验**

按试验步骤对试样进行镉、钴、铜、铁、锰、镍、锑、铅、铊含量的加标回收率测定，各元素的标准回收率在95.00%-110.00%之间，结果满意。

第一验证单位昆明冶金研究院有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、有研资源环境技术研究院(北京)有限公司、株洲科能新材料股份有限公司、云南华联锌铟股份有限公司结果均一致。表6为深圳市中金岭南有色金属股份有限公司,加标回收率在96.94%~102.75%之间。

表6加标回收率实验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 编号 | 标准加入量/µg |  | 镉 | 钴 | 铜 | 铁 | 锰 | 镍 | 锑 | 铅 | 铊 |
| 1# | 0.00 | 测得值/µg | 0.64 | 0.04 | 3.00 | 6.31 | 0.21 | 0.60 | 0.18 | 0.56 | 0.16 |
| 10.00 | 测得值/µg | 10.36 | 10.12 | 13.23 | 16.36 | 10.59 | 10.31 | 10.24 | 10.96 | 10.39 |
| 回收率/% | 97.20 | 100.77 | 102.30 | 100.51 | 103.82 | 97.12 | 100.58 | 103.99 | 102.34 |
| 20.00 | 测得值/µg | 20.56 | 20.31 | 23.69 | 26.58 | 20.49 | 20.13 | 20.54 | 20.06 | 20.33 |
| 回收率/% | 99.60 | 101.34 | 103.45 | 101.35 | 101.41 | 97.66 | 101.79 | 97.49 | 100.87 |
| 3# | 0.00 | 测得值/µg | 63.26 | 60.24 | 13.88 | 86.95 | 86.38 | 18.37 | 62.74 | 64.53 | 20.89 |
| 20.00 | 测得值/µg | 83.21 | 79.65 | 34.33 | 105.96 | 105.62 | 37.56 | 84.05 | 85.36 | 41.32 |
| 回收率/% | 99.73 | 97.06 | 102.26 | 95.03 | 96.22 | 95.93 | 106.54 | 104.15 | 102.13 |
| 50.00 | 测得值/µg | 112.56 | 108.96 | 62.78 | 134.65 | 135.46 | 67.56 | 115.61 | 116.32 | 69.74 |
| 回收率/% | 98.59 | 97.44 | 97.80 | 95.39 | 98.17 | 98.37 | 105.73 | 103.58 | 97.69 |
| 5# | 0.00 | 测得值/µg | 87.83 | 110.30 | 39.86 | 348.04 | 335.54 | 59.35 | 181.03 | 213.32 | 162.69 |
| 50.00 | 测得值/µg | 135.89 | 161.23 | 88.05 | 396.26 | 385.33 | 112.26 | 230.94 | 261.41 | 210.46 |
| 回收率/% | 96.12 | 101.87 | 96.38 | 96.44 | 99.57 | 105.82 | 99.81 | 96.19 | 95.54 |
| 100.00 | 测得值/µg | 185.43 | 205.61 | 137.89 | 448.98 | 431.68 | 157.64 | 274.56 | 309.56 | 259.46 |
| 回收率/% | 97.60 | 95.31 | 98.03 | 100.94 | 96.14 | 98.29 | 93.53 | 96.24 | 96.77 |

**3.7.6精密度试验**

按试验步骤对5个梯度的试样进行镉、钴、铜、铁、锰、镍、锑、铅、铊含量的精密度测定，每个样品独立分析11次。通过测定计算，铁、锰、锑、铅、铊的5#测定结果超出测定范围偏大，判定为离群值，予以剔除。

第一验证单位昆明冶金研究院有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、有研资源环境技术研究院(北京)有限公司、株洲科能新材料股份有限公司、云南华联锌铟股份有限公司，第二验证单位北矿检测技术有限公司、贵研铂业股份有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心均的得出准确度较高，精密度较好，同意推荐为行业标准分析方法的结论。表7为各验证单位精密度结果统计。表8为重复性限。表9为再现性限。

表7各验证单位精密度结果统计

|  |
| --- |
| [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) |
| 样品编号 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 元素 | Cd |
| 平均值% | 0.0002 | 0.0057 | 0.0259 | 0.0353 | 0.0337 |
| SD% | 0 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0004 |
| RSD% | 0.018 | 0.0103 | 0.0086 | 0.0096 | 0.0115 |
| 元素 | Co |
| 平均值% | 0.00001 | 0.0074 | 0.0235 | 0.0294 | 0.043 |
| SD% | 0 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0006 |
| RSD% | 0.6147 | 0.007 | 0.0057 | 0.0093 | 0.0132 |
| 元素 | Cu |
| 平均值% | 0.0009 | 0.0021 | 0.0056 | 0.0266 | 0.0161 |
| SD% | 0.00003 | 0.00002 | 0.0001 | 0.0004 | 0.0001 |
| RSD% | 0.0282 | 0.0115 | 0.0249 | 0.0139 | 0.0092 |
| 元素 | Fe |
| 平均值% | 0.0013 | 0.0077 | 0.03 | 0.0407 | 0.1353 |
| SD% | 0.0004 | 0.0003 | 0.0007 | 0.0003 | 0.0027 |
| RSD% | 0.2726 | 0.0366 | 0.0246 | 0.0067 | 0.02 |
| 元素 | Mn |
| 平均值% | 0.00003 | 0.0084 | 0.0287 | 0.0365 | 0.1333 |
| SD% | 0.00001 | 0.0003 | 0.002 | 0.0022 | 0.0013 |
| RSD% | 0.4531 | 0.0343 | 0.0689 | 0.061 | 0.0097 |
| 元素 | Ni |
| 平均值% | 0.0002 | 0.0029 | 0.0069 | 0.0413 | 0.0224 |
| SD% | 0.0001 | 0.0001 | 0.00005 | 0.0004 | 0.0007 |
| RSD% | 0.3074 | 0.0278 | 0.0068 | 0.0097 | 0.032 |
| 元素 | Sb |
| 平均值% | -0.00001 | 0.0067 | 0.0234 | 0.0322 | 0.0661 |
| SD% | 0.0001 | 0.0001 | 0.0005 | 0.0007 | 0.0012 |
| RSD% | -4.5711 | 0.0128 | 0.0203 | 0.0219 | 0.0183 |
| 元素 | Pb |
| 平均值% | 0.0002 | 0.0073 | 0.0234 | 0.0299 | 0.0801 |
| SD% | 0.00003 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0004 | 0.001 |
| RSD% | 0.106 | 0.012 | 0.0118 | 0.012 | 0.0119 |
| 元素 | Tl |
| 平均值% | 0.00002 | 0.0036 | 0.0075 | 0.0105 | 0.0554 |
| SD% | 0.00002 | 0 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0005 |
| RSD% | 1.2433 | 0.0111 | 0.0089 | 0.0131 | 0.0086 |
| 昆明冶金研究院有限公司 |
| 样品编号 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 元素 | Cd |
| 平均值% | 0.00026 | 0.00634 | 0.02531 | 0.03609 | 0.03513 |
| SD% | 0.00004 | 0.00017 | 0.00048 | 0.00085 | 0.00095 |
| RSD% | 14.6905 | 2.6819 | 1.8844 | 2.3498 | 2.705 |
| 元素 | Co |
| 平均值% | 0.00002 | 0.00711 | 0.0241 | 0.03241 | 0.04412 |
| SD% | 0.00001 | 0.00033 | 0.00058 | 0.00062 | 0.00089 |
| RSD% | 39.0861 | 4.5823 | 2.4277 | 1.9069 | 2.0286 |
| 元素 | Cu |
| 平均值% | 0.00123 | 0.00286 | 0.00555 | 0.0325 | 0.01594 |
| SD% | 0.00005 | 0.00022 | 0.00048 | 0.00105 | 0.00122 |
| RSD% | 4.1801 | 7.6145 | 8.5956 | 3.2325 | 7.6739 |
| 元素 | Fe |
| 平均值% | 0.0025 | 0.01394 | 0.03478 | 0.06085 | 0.139 |
| SD% | 0.00035 | 0.00094 | 0.00146 | 0.00228 | 0.0067 |
| RSD% | 13.8373 | 6.7744 | 4.1957 | 3.7439 | 4.8125 |
| 元素 | Mn |
| 平均值% | 0.00008 | 0.01385 | 0.03455 | 0.0579 | 0.134 |
| SD% | 0.00002 | 0.00017 | 0.00055 | 0.00078 | 0.00222 |
| RSD% | 20.1938 | 1.2415 | 1.5937 | 1.3388 | 1.6559 |
| 元素 | Ni |
| 平均值% | 0.00024 | 0.0034 | 0.00735 | 0.04496 | 0.02374 |
| SD% | 0.00005 | 0.00018 | 0.00028 | 0.00072 | 0.00046 |
| RSD% | 20.0435 | 5.1555 | 3.8226 | 1.6066 | 1.9226 |
| 元素 | Sb |
| 平均值% | 0.00007 | 0.0073 | 0.0251 | 0.03611 | 0.07241 |
| SD% | 0.00001 | 0.00021 | 0.00059 | 0.00097 | 0.00157 |
| RSD% | 10.6714 | 2.9023 | 2.3394 | 2.6749 | 2.1624 |
| 元素 | Pb |
| 平均值% | 0.00022 | 0.00868 | 0.02581 | 0.03651 | 0.08533 |
| SD% | 0.00003 | 0.00052 | 0.00077 | 0.00097 | 0.00115 |
| RSD% | 13.0487 | 5.9681 | 2.9873 | 2.6659 | 1.3453 |
| 元素 | Tl |
| 平均值% | 0.00006 | 0.00465 | 0.00836 | 0.01248 | 0.06508 |
| SD% | 0.00001 | 0.00036 | 0.00037 | 0.0004 | 0.00057 |
| RSD% | 21.3532 | 7.8316 | 4.4575 | 3.2102 | 0.8694 |
| 深圳市中金岭南有色金属股份有限公司 |
| 样品编号 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 元素 | Cd |
| 平均值% | ＜0.0014 | 0.0066 | 0.027 | 0.037 | 0.038 |
| SD% | - | 0.0003 | 0.0006 | 0.0007 | 0.0008 |
| RSD% | - | 3.9 | 2.3 | 1.9 | 2 |
| 元素 | Co |
| 平均值% | ＜0.0001 | 0.0087 | 0.027 | 0.037 | 0.049 |
| SD% | - | 0.0001 | 0.0008 | 0.0013 | 0.0019 |
| RSD% | - | 0.8 | 3.1 | 3.7 | 3.9 |
| 元素 | Cu |
| 平均值% | ＜0.0007 | 0.0026 | 0.0064 | 0.0327 | 0.018 |
| SD% | - | 0.0002 | 0.0002 | 0.0013 | 0.001 |
| RSD% | - | 9.4 | 3.5 | 3.9 | 5.6 |
| 元素 | Fe |
| 平均值% | ＜0.0066 | 0.0161 | 0.0381 | 0.0709 | 0.15 |
| SD% | - | 0.001 | 0.0015 | 0.0017 | 0.0063 |
| RSD% | - | 6.5 | 4 | 2.4 | 4.2 |
| 元素 | Mn |
| 平均值% | ＜0.0001 | 0.018 | 0.041 | 0.067 | 0.149 |
| SD% | - | 0.0013 | 0.0012 | 0.0013 | 0.007 |
| RSD% | - | 7.4 | 2.9 | 1.9 | 4.7 |
| 元素 | Ni |
| 平均值% | ＜0.0010 | 0.0038 | 0.0079 | 0.05 | 0.0261 |
| SD% | - | 0.0001 | 0.0001 | 0.0015 | 0.0008 |
| RSD% | - | 3.4 | 1.5 | 3.1 | 3.2 |
| 元素 | Sb |
| 平均值% | ＜0.0025 | 0.0089 | 0.032 | 0.043 | 0.081 |
| SD% | - | 0.0001 | 0.0008 | 0.0014 | 0.0017 |
| RSD% | - | 1.5 | 2.6 | 3.2 | 2.1 |
| 元素 | Pb |
| 平均值% | ＜0.0012 | 0.01 | 0.03 | 0.042 | 0.091 |
| SD% | - | 0.0005 | 0.0014 | 0.0019 | 0.0019 |
| RSD% | - | 4.8 | 4.5 | 4.4 | 2.1 |
| 元素 | Tl |
| 平均值% | ＜0.0005 | 0.0056 | 0.0099 | 0.0142 | 0.0682 |
| SD% | - | 0.0001 | 0.0001 | 0.0008 | 0.0014 |
| RSD% | - | 1.8 | 1.4 | 5.3 | 2.1 |
| 有研资源环境技术研究院(北京)有限公司 |
| 样品编号 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 元素 | Cd |
| 平均值% | 0.00031 | 0.00775 | 0.03037 | 0.04256 | 0.04211 |
| SD% | 0.00003 | 0.0001 | 0.00028 | 0.00106 | 0.0003 |
| RSD% | 10.47669 | 1.27864 | 0.93173 | 2.49002 | 0.7229 |
| 元素 | Co |
| 平均值% | 0.00002 | 0.00912 | 0.0241 | 0.03723 | 0.05176 |
| SD% | 0.00001 | 0.00017 | 0.00058 | 0.0028 | 0.00465 |
| RSD% | 48.77699 | 1.8817 | 2.4277 | 7.52869 | 8.97655 |
| 元素 | Cu |
| 平均值% | 0.00146 | 0.00311 | 0.00777 | 0.03866 | 0.02097 |
| SD% | 0.00005 | 0.00009 | 0.00025 | 0.00041 | 0.00024 |
| RSD% | 0.03648 | 0.02804 | 0.03218 | 0.01059 | 0.01157 |
| 元素 | Fe |
| 平均值% | 0.00581 | 0.01905 | 0.04295 | 0.07505 | 0.16576 |
| SD% | 0.00049 | 0.00181 | 0.00117 | 0.0009 | 0.00144 |
| RSD% | 0.08378 | 0.09492 | 0.02715 | 0.01197 | 0.0087 |
| 元素 | Mn |
| 平均值% | 0.00012 | 0.01676 | 0.04085 | 0.06817 | 0.15779 |
| SD% | 0.00004 | 0.00019 | 0.0004 | 0.00032 | 0.0007 |
| RSD% | 0.34057 | 0.01132 | 0.0099 | 0.0047 | 0.00444 |
| 元素 | Ni |
| 平均值% | 0.00035 | 0.00434 | 0.00879 | 0.05363 | 0.0292 |
| SD% | 0.00007 | 0.00007 | 0.00006 | 0.00082 | 0.00105 |
| RSD% | 0.18813 | 0.01682 | 0.00712 | 0.01531 | 0.03592 |
| 元素 | Sb |
| 平均值% | 0.00015 | 0.00907 | 0.03046 | 0.04387 | 0.08796 |
| SD% | 0.00015 | 0.00015 | 0.0003 | 0.00047 | 0.00094 |
| RSD% | 0.99461 | 0.01703 | 0.00977 | 0.01066 | 0.01069 |
| 元素 | Pb |
| 平均值% | 0.00061 | 0.00966 | 0.03073 | 0.04188 | 0.10163 |
| SD% | 0.00092 | 0.00014 | 0.00054 | 0.00036 | 0.00101 |
| RSD% | 1.51519 | 0.01453 | 0.01771 | 0.00869 | 0.00997 |
| 元素 | Tl |
| 平均值% | 0.00021 | 0.00548 | 0.00974 | 0.01378 | 0.07639 |
| SD% | 0.00013 | 0.00024 | 0.00021 | 0.00014 | 0.0006 |
| RSD% | 0.64669 | 0.04372 | 0.02205 | 0.0105 | 0.00782 |
| 株洲科能新材料股份有限公司 |
| 样品编号 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 元素 | Cd |
| 平均值% | 0.00025 | 0.0066 | 0.025 | 0.06 | 0.035 |
| SD% | 0.039 | 0.447 | 0.554 | 0.439 | 0.592 |
| RSD% | 1.53 | 0.68 | 0.22 | 0.12 | 0.17 |
| 元素 | Co |
| 平均值% | 0.000005 | 0.0075 | 0.023 | 0.31 | 0.043 |
| SD% | 0.008 | 0.467 | 0.498 | 0.542 | 0.585 |
| RSD% | 16.41 | 0.62 | 0.22 | 0.18 | 0.14 |
| 元素 | Cu |
| 平均值% | 0.0012 | 0.0028 | 0.0069 | 0.035 | 0.019 |
| SD% | 0.178 | 0.343 | 0.514 | 0.545 | 0.566 |
| RSD% | 1.44 | 1.21 | 0.75 | 0.15 | 0.3 |
| 元素 | Fe |
| 平均值% | 0.0022 | 0.012 | 0.03 | 0.056 | 0.128 |
| SD% | 0.245 | 0.342 | 0.667 | 0.579 | 0.999 |
| RSD% | 1.14 | 0.29 | 0.23 | 0.1 | 0.08 |
| 元素 | Mn |
| 平均值% | 0.00014 | 0.014 | 0.033 | 0.055 | 0.128 |
| SD% | 0.046 | 0.429 | 0.656 | 0.479 | 0.695 |
| RSD% | 3.19 | 0.31 | 0.2 | 0.09 | 0.05 |
| 元素 | Ni |
| 平均值% | 0.000035 | 0.0036 | 0.007 | 0.043 | 0.024 |
| SD% | 0.06 | 0.297 | 0.502 | 0.711 | 0.477 |
| RSD% | 1.7 | 0.82 | 0.7 | 0.16 | 0.2 |
| 元素 | Sb |
| 平均值% | 0.000003 | 0.0079 | 0.024 | 0.035 | 0.072 |
| SD% | 0.009 | 0.318 | 0.599 | 0.719 | 0.628 |
| RSD% | 29.12 | 0.4 | 0.25 | 0.2 | 0.09 |
| 元素 | Pb |
| 平均值% | 0.000066 | 0.0082 | 0.026 | 0.035 | 0.081 |
| SD% | 0.018 | 0.349 | 0.423 | 0.487 | 0.546 |
| RSD% | 2.76 | 0.43 | 0.16 | 0.14 | 0.07 |
| 元素 | Tl |
| 平均值% | 0.00023 | 0.0058 | 0.0086 | 0.015 | 0.074 |
| SD% | 0.142 | 0.374 | 0.543 | 0.361 | 0.918 |
| RSD% | 6.02 | 0.65 | 0.63 | 0.25 | 0.12 |
| 云南华联锌铟股份有限公司 |
| 样品编号 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 元素 | Cd |
| 平均值% | 0.000286 | 0.00709 | 0.0273 | 0.0384 | 0.037 |
| SD% | 0.000005 | 0.00013 | 0.0004 | 0.00033 | 0.00024 |
| RSD% | 1.6453 | 1.8778 | 1.4698 | 0.865 | 0.6485 |
| 元素 | Co |
| 平均值% | 0.00001 | 0.00743 | 0.0231 | 0.0308 | 0.0417 |
| SD% | 0.000006 | 0.00004 | 0.0002 | 0.00033 | 0.00042 |
| RSD% | 47.2692 | 0.5597 | 0.8513 | 1.0744 | 1.007 |
| 元素 | Cu |
| 平均值% | 0.00118 | 0.00265 | 0.00662 | 0.0339 | 0.0177 |
| SD% | 0.00003 | 0.00003 | 0.000007 | 0.00045 | 0.00041 |
| RSD% | 2.1345 | 1.1496 | 0.9915 | 1.33 | 2.3009 |
| 元素 | Fe |
| 平均值% | 0.0024 | 0.0123 | 0.0315 | 0.0596 | 0.133 |
| SD% | 0.00014 | 0.00028 | 0.00051 | 0.00068 | 0.00196 |
| RSD% | 5.7672 | 2.2855 | 1.6086 | 1.14261 | 1.4721 |
| 元素 | Mn |
| 平均值% | 0.00006 | 0.0142 | 0.0336 | 0.0546 | 0.128 |
| SD% | 0.000008 | 0.00024 | 0.00027 | 0.00057 | 0.00304 |
| RSD% | 14.0666 | 1.7019 | 0.7961 | 1.0374 | 2.3834 |
| 元素 | Ni |
| 平均值% | 0.000279 | 0.00359 | 0.00705 | 0.0429 | 0.0229 |
| SD% | 0.00002 | 0.00006 | 0.00013 | 0.00055 | 0.00067 |
| RSD% | 6.2633 | 1.7837 | 1.8914 | 1.2839 | 2.9194 |
| 元素 | Sb |
| 平均值% | 0.00005 | 0.00795 | 0.0262 | 0.0376 | 0.0733 |
| SD% | 0.000009 | 0.00014 | 0.00032 | 0.00045 | 0.00062 |
| RSD% | 17.15496 | 1.8086 | 1.2177 | 1.2019 | 0.8481 |
| 元素 | Pb |
| 平均值% | 0.000257 | 0.00854 | 0.0263 | 0.0361 | 0.0846 |
| SD% | 0.000005 | 0.00005 | 0.00023 | 0.00035 | 0.00055 |
| RSD% | 1.7657 | 0.5604 | 0.8634 | 0.9814 | 0.6512 |
| 元素 | Tl |
| 平均值% | 0.00005 | 0.00488 | 0.00866 | 0.0126 | 0.0664 |
| SD% | 0.000009 | 0.00003 | 0.00005 | 0.00023 | 0.00055 |
| RSD% | 17.155 | 0.6979 | 0.6272 | 1.792 | 0.831 |
| 北矿检测技术有限公司 |
| 样品编号 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 元素 | Cd |
| 平均值% | <0.005 | 0.0067 | 0.0258 | 0.0371 | 0.0348 |
| SD% | 0 | 0.00012 | 0.00085 | 0.00056 | 0.00094 |
| RSD% | 0 | 1.763 | 3.286 | 1.507 | 2.711 |
| 元素 | Co |
| 平均值% | <0.005 | 0.0074 | 0.0237 | 0.0317 | 0.0431 |
| SD% | 0 | 0.00038 | 0.0005 | 0.0004 | 0.00053 |
| RSD% | 0 | 5.103 | 2.115 | 1.256 | 1.225 |
| 元素 | Cu |
| 平均值% | <0.005 | 0.0035 | 0.0073 | 0.0333 | 0.0185 |
| SD% | 0 | 0.00028 | 0.00038 | 0.00068 | 0.00078 |
| RSD% | 0 | 8.143 | 5.26 | 2.053 | 4.214 |
| 元素 | Fe |
| 平均值% | <0.005 | 0.0141 | 0.034 | 0.0618 | 0.134 |
| SD% | 0 | 0.00067 | 0.00091 | 0.00118 | 0.00419 |
| RSD% | 0 | 4.759 | 2.691 | 1.902 | 3.133 |
| 元素 | Mn |
| 平均值% | <0.005 | 0.0136 | 0.0338 | 0.0563 | 0.125 |
| SD% | 0 | 0.00054 | 0.00035 | 0.00064 | 0.00423 |
| RSD% | 0 | 4.011 | 1.046 | 1.137 | 3.382 |
| 元素 | Ni |
| 平均值% | <0.005 | 0.0036 | 0.0073 | 0.045 | 0.0238 |
| SD% | 0 | 0.00022 | 0.00038 | 0.00063 | 0.00071 |
| RSD% | 0 | 6.14 | 5.234 | 1.41 | 2.992 |
| 元素 | Sb |
| 平均值% | <0.005 | 0.0054 | 0.0229 | 0.0321 | 0.079 |
| SD% | 0 | 0.00026 | 0.00076 | 0.00082 | 0.00101 |
| RSD% | 0 | 4.873 | 3.337 | 2.538 | 1.277 |
| 元素 | Pb |
| 平均值% | <0.005 | 0.0074 | 0.0249 | 0.0353 | 0.0706 |
| SD% | 0 | 0.00066 | 0.0009 | 0.00104 | 0.00146 |
| RSD% | 0 | 8.954 | 3.64 | 2.957 | 2.067 |
| 元素 | Tl |
| 平均值% | <0.005 | 0.0048 | 0.0082 | 0.0122 | 0.0643 |
| SD% | 0 | 0.00042 | 0.00044 | 0.00053 | 0.00078 |
| RSD% | 0 | 8.737 | 5.357 | 4.379 | 1.215 |
| 贵研铂业股份有限公司 |
| 样品编号 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 元素 | Cd |
| 平均值% | 0.00028 | 0.0058 | 0.02062 | 0.02922 | 0.03125 |
| SD% | 0.00002 | 0.00018 | 0.00065 | 0.00061 | 0.00049 |
| RSD% | 0.0721 | 0.0313 | 0.0315 | 0.0207 | 0.0157 |
| 元素 | Co |
| 平均值% | 0.00002 | 0.00703 | 0.02203 | 0.02896 | 0.04546 |
| SD% | 0 | 0.00021 | 0.00068 | 0.0006 | 0.00071 |
| RSD% | 0.118 | 0.0293 | 0.0308 | 0.0207 | 0.0157 |
| 元素 | Cu |
| 平均值% | 0.00102 | 0.00283 | 0.00528 | 0.02789 | 0.01605 |
| SD% | 0.00006 | 0.00007 | 0.00032 | 0.00076 | 0.00038 |
| RSD% | 0.0607 | 0.0263 | 0.0602 | 0.0271 | 0.0237 |
| 元素 | Fe |
| 平均值% | 0.00187 | 0.0119 | 0.03077 | 0.05674 | 0.1385 |
| SD% | 0.00013 | 0.00038 | 0.00093 | 0.00137 | 0.00201 |
| RSD% | 0.0683 | 0.0316 | 0.0303 | 0.0242 | 0.0145 |
| 元素 | Mn |
| 平均值% | 0.00004 | 0.01337 | 0.03229 | 0.05332 | 0.13371 |
| SD% | 0.00001 | 0.00038 | 0.00107 | 0.00121 | 0.00193 |
| RSD% | 0.1423 | 0.0283 | 0.033 | 0.0228 | 0.0145 |
| 元素 | Ni |
| 平均值% | 0.00011 | 0.00356 | 0.00632 | 0.03618 | 0.02332 |
| SD% | 0.00002 | 0.00021 | 0.00016 | 0.00073 | 0.00041 |
| RSD% | 0.1467 | 0.0597 | 0.0258 | 0.0201 | 1.77 |
| 元素 | Sb |
| 平均值% | 0.00032 | 0.00721 | 0.02148 | 0.03057 | 0.06842 |
| SD% | 0.00007 | 0.00027 | 0.00086 | 0.00076 | 0.00134 |
| RSD% | 0.2158 | 0.038 | 0.04 | 0.025 | 0.0195 |
| 元素 | Pb |
| 平均值% | 0.00028 | 0.0081 | 0.02429 | 0.03372 | 0.08229 |
| SD% | 0.00007 | 0.00028 | 0.00095 | 0.00074 | 0.00131 |
| RSD% | 0.2373 | 0.0348 | 0.0392 | 0.0219 | 0.0159 |
| 元素 | Tl |
| 平均值% | -0.00001 | 0.00354 | 0.0062 | 0.00889 | 0.05322 |
| SD% | 0.00002 | 0.0001 | 0.0002 | 0.00017 | 0.00104 |
| RSD% | -2.4618 | 0.0281 | 0.032 | 0.0186 | 0.0195 |
| 广西壮族自治区分析测试研究中心 |
| 样品编号 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 元素 | Cd |
| 平均值% | 0.00022 | 0.00631 | 0.0242 | 0.035 | 0.0338 |
| SD% | 0.00007 | 0.00013 | 0.00061 | 0.00071 | 0.00068 |
| RSD% | 2.918 | 2.0046 | 2.527 | 2.025 | 2.018 |
| 元素 | Co |
| 平均值% | 0 | 0.00727 | 0.0224 | 0.0325 | 0.0447 |
| SD% | 0 | 0.00014 | 0.00053 | 0.0006 | 0.0009 |
| RSD% | 0 | 1.95 | 2.342 | 1.844 | 2.019 |
| 元素 | Cu |
| 平均值% | 0.00105 | 0.00249 | 0.0062 | 0.0316 | 0.0158 |
| SD% | 0.00004 | 0.00004 | 0.00014 | 0.0008 | 0.0037 |
| RSD% | 3.915 | 1.747 | 2.325 | 2.451 | 2.337 |
| 元素 | Fe |
| 平均值% | 0.0028 | 0.013 | 0.0333 | 0.0601 | 0.135 |
| SD% | 0.00018 | 0.00029 | 0.0007 | 0.0019 | 0.0022 |
| RSD% | 6.57 | 2.28 | 2.16 | 3.12 | 1.64 |
| 元素 | Mn |
| 平均值% | 0.00005 | 0.01334 | 0.03491 | 0.0578 | 0.132 |
| SD% | 0.00001 | 0.00029 | 0.00092 | 0.0013 | 0.0027 |
| RSD% | 14.34 | 2.17 | 2.639 | 2.269 | 2.1 |
| 元素 | Ni |
| 平均值% | 0.00025 | 0.00355 | 0.00722 | 0.04373 | 0.02312 |
| SD% | 0.00005 | 0.0001 | 0.00014 | 0.00091 | 0.00068 |
| RSD% | 21.28 | 1.983 | 2.03 | 2.089 | 2.922 |
| 元素 | Pb |
| 平均值% | 0.0003 | 0.00827 | 0.02489 | 0.0338 | 0.0804 |
| SD% | 0.00006 | 0.00019 | 0.00059 | 0.00073 | 0.0015 |
| RSD% | 21.76 | 5.27 | 2.379 | 2.514 | 1.896 |
| 元素 | Sb |
| 平均值% | 0 | 0.00737 | 0.02283 | 0.0341 | 0.07239 |
| SD% | 0 | 0.00022 | 0.00059 | 0.0006 | 0.0016 |
| RSD% | 0 | 3.06 | 2.48 | 1.783 | 3.06 |
| 元素 | Tl |
| 平均值% | 0 | 0.00445 | 0.00802 | 0.0109 | 0.023 |
| SD% | 0 | 0.00015 | 0.00023 | 0.00025 | 0.0016 |
| RSD% | 0 | 3.49 | 2.83 | 2.31 | 2.52 |

表8重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *wCd*/% | 0.0051 | 0.020 | 0.031 | 0.028 |
| *rCd*/% | 0.0042 | 0.0052 | 0.0041 | 0.0055 |
| *wCo*/% | 0.0068 | 0.021 | 0.063 | 0.040 |
| *rCo*/% | 0.0044 | 0.0047 | 0.0051 | 0.0055 |
| *wCu*/% | 0.0021 | 0.0049 | 0.025 | 0.014 |
| *rCu*/% | 0.0032 | 0.0048 | 0.0051 | 0.0053 |
| *wFe*/% | 0.010 | 0.026 | 0.047 | - |
| *rFe*/% | 0.0032 | 0.0062 | 0.0055 | - |
| *wMn*/% | 0.011 | 0.027 | 0.044 | - |
| *rMn*/% | 0.0040 | 0.0061 | 0.0045 | - |
| *wNi*/% | 0.0028 | 0.0057 | 0.035 | 0.019 |
| *rNi*/% | 0.0028 | 0.0047 | 0.0067 | 0.0045 |
| *wSb*/% | 0.0061 | 0.020 | 0.029 | - |
| *rSb*/% | 0.0030 | 0.0056 | 0.0067 | - |
| *wPb*/% | 0.0067 | 0.021 | 0.028 | - |
| *rPb*/% | 0.0033 | 0.0040 | 0.0046 | - |
| *wTl*/% | 0.0037 | 0.0066 | 0.0097 | - |
| *rTl*/% | 0.0035 | 0.0051 | 0.0034 | - |

表9再现性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *wCd*/% | 0.0051 | 0.020 | 0.031 | 0.028 |
| *RCd*/% | 0.0044 | 0.0054 | 0.0043 | 0.0058 |
| *wCo*/% | 0.0068 | 0.021 | 0.063 | 0.040 |
| *RCo*/% | 0.0046 | 0.0049 | 0.0055 | 0.0057 |
| *wCu*/% | 0.0021 | 0.0049 | 0.025 | 0.014 |
| *RCu*/% | 0.0033 | 0.0050 | 0.0053 | 0.0055 |
| *wFe*/% | 0.010 | 0.026 | 0.047 | - |
| *RFe*/% | 0.0033 | 0.0065 | 0.0057 | - |
| *wMn*/% | 0.011 | 0.027 | 0.044 | - |
| *RMn*/% | 0.0042 | 0.0064 | 0.0047 | - |
| *wNi*/% | 0.0028 | 0.0057 | 0.035 | 0.019 |
| *RNi*/% | 0.0029 | 0.0049 | 0.0069 | 0.0047 |
| *wSb*/% | 0.0061 | 0.020 | 0.029 | - |
| *RSb*/% | 0.0031 | 0.0058 | 0.0070 | - |
| *wPb*/% | 0.0067 | 0.021 | 0.028 | - |
| *RPb*/% | 0.0034 | 0.0041 | 0.0048 | - |
| *wTl*/% | 0.0037 | 0.0066 | 0.0097 | - |
| *RTl*/% | 0.0037 | 0.0053 | 0.0035 | - |

**3.7.7结论**

本方法采用盐酸和硝酸溶解试料，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、铊杂质元素的含量。本方法测定的相对标准偏差在0.8%~9.4%之间，加标回收率在95.00%~110.00%之间，测定结果的准确度高、精密度好，能够满足氧化铟中质量分数0.00050%~0.40%镉、钴、铜、铁、锰、镍、锑、铅、铊杂质元素的测定要求。可作为氧化铟中镉、钴、铜、铁、锰、镍、锑、铅、铊含量测定的推荐性分析标准。

**四、标准中涉及的专利情况**

本文件不涉及专利问题。

**五、预期达到的社会效益等情况**

**5.1标准编写的目的和意义**

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。

2N、3N的氧化铟产品是由In≥99.995%的铟锭或粗铟制备而成。在国内外标准库中没有查到相关的国际标准。目前， 2N、3N的氧化铟产品标准于2018年昆明理工大学已制定并通过标委会审定阶段，但对应的分析方法标准还尚未制定。因此制定氧化铟化学分析方法标准就显得十分重要。其标准符合国家在新材料领域的发展规划需求。其对应的标准体系的建设是保证产品质量的一致性，规范性和引领新产业健康发展的重要支撑，这也是国家对新材料发展的基本要求。

电感耦合等离子体原子发射光谱法是根据原子的特征发射光谱来研究物质的结构和测定物质的化学成分的方法：（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等优点。本标准的制定，主要是对氧化铟的生产、贸易过程中杂质元素镉、钴、铜、铁、锰、镍、锑、铅、铊进行规范的检测和有效的质量控制，填补了氧化铟产品中镉、钴、铜、铁、锰、镍、锑、铅、铊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。

**5.2标准预期的作用和效益**

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。

本文件充分考虑我国氧化铟生产企业和使用加工企业的生产工艺水平。本文件颁布执行后，能够与现行产品标准《氧化铟》（昆明理工大学制定，已通过标委会审定，暂未发布）配套使用，有利于生产采用统一的分析方法开展产品质量检验工作，有利于市场公平交易环境的形成，具有较大的社会效益。

**六、采用国际标准和国外先进标准的情况**

**6.1 采用国际标准和国外先进标准的程度**

经查，国外无相同类型的国际标准。

**6.2 国际、国外同类标准水平的对比分析**

经查，国外无相同类型的国际标准。

**6.3与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况**

无。

**七、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况**

本文件与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。标准涉及内容全面、条款详细、在编制过程中吸纳了国内相关先进技术，能够与现行产品标准《氧化铟》（昆明理工大学制定，已通过标委会审定，暂未发布）配套使用，整体达到国内先进水平。

**八、重大分歧意见的处理经过和依据**

编制组严格按照既定编制原则进行编写，本文件起草过程中未发生重大的分歧意见。

**九、标准作为强制性或推荐性标准的建议**

建议本标准为推荐性行业标准，供相关组织参考采用。

**十、贯彻标准的要求和措施的建议**

建议向企业、公司和科研院校（所）推荐本标准。

**十一、废止现行有关标准的建议**

本标准为新制定标准，不涉及其它标准的废止。

**十二、其他应予说明的事项**

无。

《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》

编制组

2022年10月