ICS 77.120.99

CCS H 66

|  |
| --- |
|  |

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXX—20XX

 氧化铟化学分析方法

 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**

|  |
| --- |
| （审定稿） |
|  |

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

本文件按照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》的规定起草。

本文件是YS/T XXX-20XX《氧化铟化学分析方法》的第2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

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。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：

引  言

氧化铟是一种新的n型透明半导体功能材料，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），对氧化铟的产量与品质也相应提高。YS/T XXX旨在通过实验研究建立一套满足产品需求的、完整的、切实可行的氧化铟化学分析方法标准，拟由以下两部分组成。

——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

本文件提供了一套科学、准确、快速、适用的测定氧化铟中砷含量的分析检测方法，满足市场上各种氧化铟产品的质检要求，为氧化铟新型功能材料的发展提供了技术支撑。

氧化铟化学分析方法

 第2部分：砷含量的测定

原子荧光光谱法

1. 范围

本文件规定了采用原子荧光光谱法为测定氧化铟中砷含量的方法。

本文件适用于氧化铟中砷含量的测定。测定范围: 0.00050 %~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. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 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. 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

* 1. 水，GB/T 6682，二级。
	2. 盐酸（ρ1.19 g/mL)。
	3. 硝酸（ρ1.42 g/mL)。
	4. 盐酸（1+9）。
	5. 硝酸（1+1）。
	6. 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。
	7. 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。
	8. 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（5.7)中，过滤备用，用时现配。
	9. 砷标准贮存溶液：准确称取 0.1320 g三氧化二砷（*w*As2O3＞99.95 %）于 300 mL烧杯中，盖上表皿，加入 20 mL氢氧化钾溶液(5.7)，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。
	10. 砷标准溶液：移取 5 mL砷标准贮存溶液(5.9)于 500 mL容量瓶中，加入 50 mL盐酸(5.2)，用水稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL含 1 µg砷。
	11. 铟基体溶液：准确称取 5.000 g铟（*w*In≥99.995 %）于 150 mL烧杯中，加入20mL水，分次缓慢加入 20mL硝酸(5.3)，盖上表皿，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。
	12. 氩气（φAr≥99.99 %）。
1. 仪器设备

原子荧光光谱仪，附砷空心阴极灯。

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. 样品

将氧化铟样品进行研磨，样品应通过0.074mm的标准筛。

1. 试验步骤
	1. 试料

称取0.25g样品，精确至0.0001g

* 1. 平行试验

平行做两份试验，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（8.1）置于100 mL烧杯中，用少量水润湿，缓慢加入4.0 mL硝酸(5.5)，6.0mL盐酸（5.2），盖上表面皿，置于电热板上，低温加热至样品溶解完全，并煮沸。取下冷却，补加4mL盐酸（5.2），移入100 mL容量瓶中。

——当砷质量分数为 0.00050 %～ 0.0040 %时，加入10mL硫脲—抗坏血酸溶液（5.6）, 用水稀释至刻度，混匀。室温下放置 30 min，用基体匹配工作曲线测量。

——当砷质量分数＞0.0040 %时，将溶液8.4.1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(5.2)和10mL硫脲—抗坏血酸溶液(5.6), 用水稀释至刻度，混匀。室温下放置 30 min，用纯标准工作曲线测量。

1. 分取试液体积和补加盐酸体积

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

* + 1. 在原子荧光光谱仪上，以盐酸(5.4)为载流剂，硼氢化钾溶液(5.8)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（5.10）于一组 100 mL容量瓶中，分别加入4.0 mL铟基体溶液(5.11),加入 10 mL盐酸(5.2)和 10 mL硫脲—抗坏血酸溶液(5.6)，用水稀释至刻度，混匀，室温下放置 30 min。
		2. 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（5.10）于一组 100 mL容量瓶中，分别加入 10 mL盐酸(5.2)和 10 mL硫脲—抗坏血酸溶液(5.6)，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. 试验数据处理

砷含量以质量分数计*w*As计，按公式（1）计算：

$w\_{As}=\frac{ρV\_{0}V\_{2}×10^{-6}}{m\_{0}V\_{1}}×100\%$……………..…………….…(1)

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）；

*V2*——测定试液体积，单位为毫升（mL）；

$m\_{0}$——试样质量，单位为克（g）

*V1*——分取试液体积，单位为毫升（mL）；。

计算结果保留两位有效数字, 数值修约应符合GB/T 8170的规定。

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。

1. 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 质量分数*wAs* /% | 0.0015 | 0.0016 | 0.0029 | 0.019 | 0.17 |
| 重复性限（*r*）/% | 0.00021 | 0.00021 | 0.00032 | 0.0027 | 0.012 |

* 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。

1. 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 质量分数*wAs* /% | 0.0015 | 0.0016 | 0.0029 | 0.019 | 0.17 |
| 再现性限（*R*）/% | 0.00026 | 0.00029 | 0.00033 | 0.0031 | 0.014 |

1. 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——本文件编号；

——分析结果；

——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。

附 录 A

（资料性）

精密度试验原始数据

精密度数据是在2022年由9家实验室对氧化铟中砷含量在5个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的氧化铟中砷含量在重复性条件下独立测定11次。测量原始数据见表A.1。

表A.1 精密度试验原始数据

|  |
| --- |
| 昆明冶金研究院有限公司 |
| 样品编号 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| As含量平均值% | 0.00150 | 0.00161 | 0.00289 | 0.0195 | 0.165 |
| SD% | 0.000077 | 0.000058 | 0.000095 | 0.00082 | 0.0029 |
| RSD% | 5.15 | 3.58 | 3.29 | 4.20 | 1.78 |
| 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) |
| As含量平均值% | 0.00151  | 0.00170  | 0.00287 | 0.0194  | 0.161  |
| SD% | 0.000061 | 0.00011 | 0.00020 | 0.00064 | 0.0053 |
| RSD% | 4.03  | 6.93  | 7.14 | 3.27  | 3.29  |
| 国标（北京）检验认证有限公司 |
| As含量平均值% | 0.00153 | 0.00163 | 0.00285 | 0.0193 | 0.165 |
| SD% | 0.000067 | 0.000052 | 0.000097 | 0.00065 | 0.0027 |
| RSD% | 4.40 | 3.2 | 3.4 | 3.4 | 1.6 |
| 云南云铜锌业股份有限公司 |
| As含量平均值% | 0.00152 | 0.00165 | 0.00286 | 0.0193 | 0.165 |
| SD% | 0.000048 | 0.000056 | 0.000060 | 0.0018 | 0.0027 |
| RSD% | 3.18 | 3.39 | 2.01 | 9.17 | 1.66 |
| 通标标准技术服务(天津SGS)有限公司 |
| As含量平均值% | 0.0014  | 0.0015  | 0.0029  | 0.020  | 0.17  |
| SD% | 0.000074 | 0.000050 | 0.00012 | 0.0010 | 0.0041 |
| RSD% | 5.22  | 3.34  | 4.21  | 5.23  | 2.42  |
| 北矿检测技术有限公司 |
| As含量平均值% | 0.00153 | 0.00173 | 0.00284 | 0.0186 | 0.167 |
| SD% | 0.00011 | 0.000069 | 0.00010 | 0.00073 | 0.0052 |
| RSD% | 7.05 | 4.01 | 3.66 | 3.92 | 3.13 |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 |
| As含量平均值% | 0.00156  | 0.00169  | 0.00288  | 0.0196  | 0.163  |
| SD% | 0.000077 | 0.000084 | 0.00012 | 0.00078 | 0.0040 |
| RSD% | 4.91  | 4.95  | 4.13  | 3.97  | 2.45  |
| 中国检验认证集团广东有限公司黄埔分公司 |
| As含量平均值% | 0.00140  | 0.00165  | 0.00281  | 0.0192  | 0.162  |
| SD% | 0.000064 | 0.000079 | 0.000054  | 0.00069 | 0.0053 |
| RSD% | 4.59 | 4.79  | 1.93  | 3.57  | 3.28  |
| 广西壮族自治区分析测试研究中心 |
| As含量平均值% | 0.00153 | 0.00168 | 0.00290 | 0.0179 | 0.162 |
| SD% | 0.000081 | 0.000066 | 0.000087 | 0.00090 | 0.0022 |
| RSD% | 5.28 | 3.92 | 3.00 | 4.78 | 1.35 |

说明：带“＜”的为离群值，不参与后续计算，带“-”的为歧离值，可参与后续计算。