氧化铟化学分析方法

 第2部分：砷含量的测定

编制说明

（审定稿）

《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:昆明冶金研究院有限公司

2022年10月

氧化铟化学分析方法

 第2部分：砷含量的测定

审定稿编制说明

**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2部分：砷含量的测定 原子荧光光谱法》，计划编号为2020-1556T-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，由昆明冶金研究院有限公司、云南锡业集团（控股）有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、云南云铜锌业股份有限公司、通标标准技术服务（天津）有限公司、北矿检测技术有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、中国检验认证集团广东有限公司黄埔分公司、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**

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。

本公司分析测试中心现有在职人员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。公司一直致力于有色金属化学分析方法的标准研制工作，负责主起草及参与工业硅、铝及铝合金、粗锌、铜精矿、铅精矿、锌精矿等百余项国家及行业标准，已发布实施的有七十余项，国际标准2项。先后获得“全国有色金属技术标准优秀奖”三等奖3项、二等奖1项；《火试金法测定金银分析方法的应用》获得《中国黄金协会一线职工科技成果奖》二等奖、昆明冶金研究院科技进步一等奖。

《氧化铟粉化学分析方法 第2部分 砷含量的测定》标准主编单位昆明冶金研究院有限公司在标准的编制过程中积极主动收集国内外的产品标准，制定标准讨论初稿。在标准完善过程中，积极调动编制组成员单位收集产品各项数据，组织进行各项验证试验，带领编制组成员单位认真细致修改标准文本，征求修改意见，最终带领编制组完成标准的编制工作。

云南锡业集团（控股）有限公司和国标（北京）检验认证有限公司积极参加编制组各次工作会议和编制组的各项试验验证活动，积极配合主编单位多次参加对标准的各版文稿进行认真的讨论和审议，提出大量有益的意见和建议，在编制组中发挥了积极的作用。

云南云铜锌业股份有限公司、通标标准技术服务（天津）有限公司、北矿检测技术有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、中国检验认证集团广东有限公司黄埔分公司、广西壮族自治区分析测试研究中心积极参加标准工作会议，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。在标准的关键数据和检测方法中，及时取样进行试验并提供试验数据。积极提供样品数据支持，在标准编制过程中发挥了积极的作用。

为了更好完成该标准的起草任务，成立了标准编制工作组，编制组主要起草单位及工作职责见表1。

表1 编制组主要起草单位及工作职责

|  |  |
| --- | --- |
| 起草单位 | 工作职责 |
| 昆明冶金研究院有限公司 | 主起草，负责标准的工作指导，协调联系标准编制组成员，收集国内外氧化铟产品标准，负责提出分析标准制订的实验方案、实验报告，负责统一样品的制备与发放，汇总精密度数据，并进行数据处理，在标准完善过程中，调动编制组成员单位收集样品各项数据，组织进行各项验证试验，带领编制组成员单位认真细致修改标准文本及编制说明，并进行广泛的意见征集，负责在标准预审会、审定会上进行项目介绍与答辩，最终形成报批稿。 |
| 云南锡业集团（控股）有限公司 | 一验单位，提供实验样品，负责对主起草单位试验报告中的方法条件试验，精密度、准确度试验进行验证。 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 一验单位，负责对主起草单位试验报告中的方法条件试验，精密度、准确度试验进行验证。 |
| 云南云铜锌业股份有限公司 | 一验单位，负责对主起草单位试验报告中的方法条件试验，精密度、准确度试验进行验证。 |
| 通标标准技术服务(天津SGS)有限公司 | 二验单位，负责对主起草单位试验报告方法的精密度试验进行验证。 |
| 北矿检测技术有限公司 | 二验单位，负责对主起草单位试验报告方法的精密度试验进行验证。 |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 二验单位，负责对主起草单位试验报告方法的精密度试验进行验证。 |
| 中国检验认证集团广东有限公司黄埔分公司 | 二验单位，负责对主起草单位试验报告方法的精密度试验进行验证。 |
| 广西壮族自治区分析测试研究中心 | 二验单位，负责对主起草单位试验报告方法的精密度试验进行验证。 |

**1.3主要工作过程**

**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2部分：砷含量的测定 原子荧光光谱法》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，以及《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，确定了原子荧光光谱法作为氧化铟中砷含量的测定方法。同时会上与国标（北京）检验认证有限公司、云南锡业集团（控股）有限公司、通标标准技术服务(天津SGS)有限公司、北矿检测技术有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心等积极讨论，并邀请其加入氧化铟编制小组。我单位于2021年4月开展标准分析方法试验和验证工作，进行标准分析方法主要技术条件和试验条件的优化。

内部讨论会：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。

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。

针对氧化铟产品的特性，其工业成品砷含量相对单一，为了标准方法的研制，经与参与单位云南锡业集团有限公司共同协商后，决定由云锡公司承担合成样品的研制工作。最终完成了样品的制备，形成了砷含量从0.00XX%～0.XX%的5个梯度样品。为方法的验证工作提供了必要前提。本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》，进行了充实完善。并将试验报告和验证样品提交给各个验证单位。

第二次会议：2022年3月31日，召开了《钨及钨合金板表面碳含量测定方法》等5项稀有金属标准网络工作会议。会议中，对《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》进行了讨论。针对参会专家与标委会老师们在会议中对标准文本提出的技术方面、格式方面的合理意见、建议，进行认真归纳和充分验证、经过修改总结，形成了征求意见稿。本次会议对标准内容进行了详细讨论，形成有效的更改意见，同时要求编制组成员进一步补充数据分析及试验比对样品分析，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。

2022年6月邀请通标标准技术服务（天津）有限公司、北矿检测技术有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、中国检验认证集团广东有限公司黄埔分公司、广西壮族自治区分析测试研究中心进行项目的二验工作，同时向氧化铟相关企业进行征求意见等工作。

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2部分：砷含量的测定 原子荧光光谱法》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文本（预审稿）提出了修改意见，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汇总处理表。

**二、编制原则依据**

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）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》、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。

2）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。本标准规范了当前国内氧化铟粉末氧化铟化学分析方法，并且符合氧化铟行业的市场应用需求，具有指导作用，并能规范市场。

3）以与实际相结合为原则，提高标准的可操作性。

4）充分考虑国家法律、安全、卫生、环保法规的要求。

**三、标准化文件主要内容的确定依据**

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：

**3.1砷含量测定范围的选择**

按照实验室最近三年来对氧化铟产品的分析检测结果汇总分析，结合产品标准《氧化铟》中的砷含量的新要求(As含量不大于0.01%)以及讨论会上专家的一致意见，将YS/T XXXX-20XX《氧化铟化学分析方法 第2部分：砷含量的测定》的测定范围定为：0.00050 %～0.40 %。

**3.2测量方法的确定**

原子荧光光谱分析法（AFS）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，原子荧光光谱法能满足氧化铟中0.00050%~0.40%的砷的杂质含量在测定，能在保证准确性的同时，有效提高样品检测速度，对铟产业发展的检测需求有积极作用。

**3.3 测量方法原理的确定**

通过积累的实验数据分析，以原子荧光光谱法来进行As含量的测定时称取适量的样品，用硝酸和盐酸溶解，采用工作曲线法，于原子荧光光谱仪上测定砷的荧光强度，按标准工作曲线计算砷的质量分数，能够快速准确的测量出氧化铟中砷的含量。

**3.4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 |

**3.5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，加入10mL盐酸，以砷标准溶液0.020μg/mL为例，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2mL，对最终测定结果无影响。

**3.6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。

**3.7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。

**3.8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）。

**3.9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。

**3.10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）；以砷标准溶液0.050 μg/mL为例，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。

**3.11精密度实验**

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8，通过计算得到重复性限、再现性限分别见表9、表10。

表8 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 |

表9 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 |

表10 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 |

**3.12加标回收率实验**

在1#，3#，4#，5#试样中分别按表11加入砷标准溶液进行加标标准回收率试验，分析结果见表11。

验证实验分别由昆明冶金研究院有限公司、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)、云南云铜锌业股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司4家单位进行，结果均满意，加标回收率均在95%~110%之间。

表11 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 |

**3.13结论**

本方法采用硝酸和盐酸溶解试料，用原子荧光光谱法测定氧化铟中砷杂质元素的含量。本方法测定的相对标准偏差在1.4%~7.1%之间，加标回收率在95.60%~105.50%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为0.00050%~0.40%的砷杂质元素的测定要求。可作为氧化铟中砷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**

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。

**六、采用国际标准和国外先进标准的情况**

现阶段GB/T 23364.1-2009～GB/T 23364.6-2009高纯氧化铟的化学分析方法，主要通过ICP-MS进行测试，其测试范围在0.00005%~0.0040%，不适用于纯度较低的氧化铟的杂质测试。因为没有适用于低纯度氧化铟杂质的检测方法，所以此标准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在0.0005 0%~0.40%的测定方法的空白，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。

**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**

本标准所规定的内容，完全满足国家法规要求。

**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**

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**

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2部分：砷含量的测定》行业标准编制组**  2022年10月20日