



# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/903.3-202X

---

## 回收铟原料化学分析方法 第3部分：杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of recycling indium ingredients —  
Part 3 : Determination of impurity element contents —  
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(送审稿)

202X-XX-XX 发布

202X-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。

本文件为 YS/T 903《回收铟原料化学分析方法》的第3部分。YS/T 903 已经发布了以下部分：

——第1部分：铟量的测定 EDTA 滴定法；

——第2部分：锡量的测定 EDTA 碘量法；

——第3部分：杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

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：广西德邦科技有限公司、广西壮族自治区冶金产品质量检验站、广西晶联光电材料有限责任公司、广东先导稀材股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、桂林矿产地质研究院、来宾华锡冶炼有限公司、桂林理工大学、昆明冶金研究院有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司。

本文件主要起草人：

## 引 言

回收铟原料主要有纯铟料、ITO靶材、粗氢氧化铟、铟合金、铟盐、含铟半导体料等，已成为了主要的铟资源。YS/T 903旨在通过试验研究建立一套完整、切实可行、且适应于回收铟原料综合利用和贸易需求的化学成分分析的方法标准。限于文件篇幅、使用需求、适用范围以及各分析方法之间的技术独立性等方面原因，YS/T 903由3个部分组成。

——第1部分：铟量的测定 EDTA 滴定法；

——第2部分：锡量的测定 EDTA 碘量法；

——第3部分：杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

回收铟原料中的杂质元素含量的测定对回收铟原料的综合利用具有重要意义。本文件可以促进我国回收铟原料检测技术的进步，保证行业从业人员在贸易、生产、应用、科研、检测过程中有标准可依。

# 回收铟原料化学分析方法

## 第3部分：杂质元素含量的测定

### 电感耦合等离子体原子发射光谱法

警示—使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

警示—使用氢氧化钠熔融需戴护目镜。建议戴手套。溶解熔融物时需加小心。

#### 1 范围

本文件描述了采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定回收铟原料中杂质元素含量的方法。

本文件适用于回收铟原料中银、砷、铋、镉、钴、铜、铁、镓、铅、硒、锡、锌含量的测定。银的测定范围：0.02%~1.00%，锡的测定范围：0.02%~8.00%，砷、铋、镉、钴、铜、铁、镓、铅、硒和锌的测定范围：0.02%~5.00%。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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

#### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

#### 4 原理

试样经盐酸与硝酸的混合酸溶解或者碱熔融酸化，在酸介质中，使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪，于相应的波长处，测量待测元素的发射强度，按工作曲线法计算待测元素的含量。

#### 5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认的分析纯试剂。

5.1 水，GB/T 6682，二级。

5.1 氢氧化钠，优级纯。

5.2 盐酸（ $\rho=1.18\text{ g/mL}$ ）。

5.3 硝酸（ $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ）。

5.4 盐酸（1+9）。

5.5 钠溶液：称取 20.0 g 氢氧化钠（5.1）置于 300 mL 塑料烧杯，加入约 100 mL 水溶解，稍冷后加入 50 mL 盐酸（5.2），冷却至室温，移入 200 mL 塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.6 银、砷、铋、镉、钴、铜、铁、镓、铅、硒、锡、锌单元素标准溶液：有证国家标准溶液，质量浓度均为 1 000  $\mu\text{g/mL}$ 。

5.7 混合标准溶液：分别移取银、砷、铋、镉、钴、铜、铁、镓、铅、硒、锡、锌标准贮存溶液 10.00 mL 于一个 200 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸（5.3），用水稀释至刻度，混匀。此溶液中各元素浓度均为 50  $\mu\text{g/mL}$ 。

5.8 氩气（体积分数 $\geq 99.99\%$ ）。

## 6 仪器设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪，稳定性及各元素分析线如下：

——在仪器最佳工作条件下，用  $1.0 \mu\text{g/mL}$  的铜标准溶液测量 11 次，其光强度的相对标准偏差不超过 2.5%；

——各元素的推荐分析线见表 1。

表 1 推荐分析谱线

元素	波长 nm	元素	波长 nm
Ag	328.068	Fe	259.940
As	189.042	Ga	294.364
Bi	223.061	Pb	220.353
Cd	226.502	Se	196.090
Co	228.616	Sn	189.989
Cu	324.754	Zn	213.856

## 7 样品

7.1 样品粒度应不大于  $0.096 \text{ mm}$ 。

7.2 样品应在  $105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$  烘箱中烘 2 h，并置于干燥器中冷却至室温备用。

## 8 试验步骤

### 8.1 试料

称取  $0.50 \text{ g}$  试样，精确至  $0.0001 \text{ g}$ 。

### 8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

### 8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 8.4 测定

#### 8.4.1 试料溶液制备

##### 8.4.1.1 酸溶分解

将试料 (8.1) 置于  $200 \text{ mL}$  锥形瓶中，加少量水润湿，加入  $30 \text{ mL}$  盐酸 (5.2)，加入  $10 \text{ mL}$  硝酸 (5.3)，盖上表面皿，低温加热至试料完全溶解，取下，用水冲洗表面皿，低温加热蒸发至体积  $30 \text{ mL}$  左右，取下。冷却至室温后移入  $200 \text{ mL}$  容量瓶，用盐酸 (5.4) 稀释至刻度，混匀。此为待测溶液 A。

待测元素含量大于  $0.4\%$  时，移取  $10.00 \text{ mL}$  待测溶液 A 于  $200 \text{ mL}$  容量瓶中，加入  $30 \text{ mL}$  盐酸 (5.2)，用盐酸 (5.4) 稀释至刻度，混匀，此为待测溶液 B。

##### 8.4.1.2 碱熔分解

将试料 (8.1) 置于  $30 \text{ mL}$  的镍坩埚中，加入  $2 \text{ g}$  氢氧化钠 (5.1)，放入马弗炉中，在  $700^\circ\text{C}$  下熔融  $15 \text{ min} \sim 20 \text{ min}$ ，取出稍冷，放入预先盛有  $50 \text{ mL}$  水的  $200 \text{ mL}$  烧杯中，加热浸出，取出洗净坩埚，加入  $30 \text{ mL}$  盐酸 (5.2)，加热溶解，取下，冷却至室温，移入  $200 \text{ mL}$  容量瓶中，用盐酸 (5.4) 稀释至刻度，混匀。此为待测溶液 A。

待测元素含量大于  $0.4\%$  时，移取  $10.00 \text{ mL}$  待测溶液 A 于  $200 \text{ mL}$  容量瓶中，加入  $30 \text{ mL}$  盐酸 (5.2)、 $9.0 \text{ mL}$  氢氧化钠溶液 (5.5)，用盐酸 (5.4) 稀释至刻度，混匀，此为待测溶液 B。

8.4.2 于电感耦合等离子体发射光谱仪上，在相应的元素波长处，测定试液 A 或 B 及随同试料空白溶液中各被测元素的发射强度。从对应的工作曲线上查出各被测元素的质量浓度。

## 8.5 工作曲线的绘制

### 8.5.1 酸溶系列标准溶液

移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 混合标准溶液 (5.7)，置于 6 个 100 mL 容量瓶中，分别加入 20 mL 盐酸 (5.2)，用盐酸 (5.4) 稀释至刻度，混匀。此系列标准溶液每毫升含待测元素 0 μg、0.50 μg、1.00 μg、2.00 μg、5.00 μg、10.00 μg。

### 8.5.2 碱熔系列标准溶液

移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 混合标准溶液 (5.7)，置于 6 个 100 mL 容量瓶中，分别加入 20 mL 盐酸 (5.2)、10.0 mL 氢氧化钠溶液 (5.5)，用盐酸 (5.4) 稀释至刻度，混匀。此系列标准溶液每毫升含待测元素 0 μg、0.50 μg、1.00 μg、2.00 μg、5.00 μg、10.00 μg。

### 8.5.3 标准工作曲线的绘制

8.5.3.1 将空白试验溶液 (8.3)、试料溶液 (8.4.1) 与系列标准溶液 (8.5.1、8.5.2) 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在选定的分析谱线处，测量被测元素谱线的发射强度。

8.5.3.2 系列标准溶液中被测元素的发射强度，减去系列标准溶液中“零”浓度溶液中被测元素的发射强度，以被测元素的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，由仪器自动分别绘制酸溶标准工作曲线、碱熔标准工作曲线。

## 9 试验数据处理

被测元素含量以质量分数  $w_x$  计，按公式 (1) 计算：

$$w_x = \frac{(\rho_x - \rho_0) \cdot V \cdot k \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\rho_x$  ——测得试料溶液中各待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升 (μg/mL)；

$\rho_0$  ——测得空白溶液中各待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升 (μg/mL)；

$V$  ——试液总体积，单位为毫升 (mL)；

$k$  ——稀释倍数；

$m$  ——试料的质量，单位为克 (g)。

当  $w_x < 0.10\%$  时，计算结果表示到小数点后 3 位；当  $w_x \geq 0.10\%$  时，计算结果表示到小数点后 2 位。

## 10 精密度

### 10.1 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，在表 2 给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 ( $r$ )，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或外延法求得。精密度试验原始数据参见附录 A。

表 2 重复性限 ( $r$ )

$w_{Ag}/\%$	0.88	0.36	0.091	0.052	0.020	/
$r/\%$	0.032	0.021	0.005	0.003	0.002	/
$w_{As}/\%$	5.20	2.13	0.55	0.11	0.022	/
$r/\%$	0.12	0.059	0.043	0.012	0.003	/
$w_{Ba}/\%$	5.08	2.04	0.50	0.10	0.020	/
$r/\%$	0.13	0.070	0.027	0.008	0.003	/
$w_{Ca}/\%$	5.07	2.01	0.51	0.10	0.021	/
$r/\%$	0.10	0.049	0.023	0.005	0.002	/
$w_{Co}/\%$	4.96	1.99	0.49	0.10	0.019	/
$r/\%$	0.12	0.060	0.025	0.005	0.002	/

$w_{Cu}/\%$	4.95	2.01	0.51	0.10	0.021	/
$r/\%$	0.11	0.13	0.040	0.014	0.003	/
$w_{Fe}/\%$	4.99	2.09	0.53	0.11	0.021	/
$r/\%$	0.13	0.084	0.040	0.018	0.003	/
$w_{Ga}/\%$	5.01	2.01	0.51	0.10	0.020	/
$r/\%$	0.13	0.066	0.036	0.013	0.003	/
$w_{Pb}/\%$	5.01	1.99	0.50	0.10	0.020	/
$r/\%$	0.10	0.053	0.032	0.010	0.002	/
$w_{Se}/\%$	4.99	1.98	0.51	0.10	0.019	/
$r/\%$	0.11	0.073	0.036	0.010	0.003	/
$w_{Sn}/\%$	7.51	4.83	1.90	0.49	0.097	0.020
$r/\%$	0.18	0.13	0.065	0.030	0.007	0.002
$w_{Zn}/\%$	5.10	2.04	0.50	0.10	0.020	/
$r/\%$	0.11	0.054	0.027	0.005	0.002	/

## 10.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限( $R$ )，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。

表3 再现性限

$w_{Ag}/\%$	0.88	0.36	0.091	0.052	0.020	/
$R/\%$	0.044	0.026	0.006	0.005	0.003	/
$w_{As}/\%$	5.20	2.13	0.55	0.11	0.022	/
$R/\%$	0.20	0.11	0.065	0.015	0.004	/
$w_{Bi}/\%$	5.08	2.04	0.50	0.10	0.020	/
$R/\%$	0.20	0.14	0.032	0.010	0.004	/
$w_{Cd}/\%$	5.07	2.01	0.51	0.10	0.021	/
$R/\%$	0.16	0.086	0.032	0.007	0.003	/
$w_{Co}/\%$	4.96	1.99	0.49	0.10	0.019	/
$R/\%$	0.19	0.12	0.039	0.008	0.003	/
$w_{Cr}/\%$	4.95	2.01	0.51	0.10	0.021	/
$R/\%$	0.20	0.17	0.059	0.018	0.005	/
$w_{Fe}/\%$	4.99	2.09	0.53	0.11	0.021	/
$R/\%$	0.21	0.15	0.056	0.022	0.006	/
$w_{Ga}/\%$	5.01	2.01	0.51	0.10	0.020	/
$R/\%$	0.19	0.095	0.046	0.015	0.003	/
$w_{Pb}/\%$	5.02	1.99	0.50	0.10	0.020	/
$R/\%$	0.17	0.081	0.048	0.012	0.003	/
$w_{Se}/\%$	4.99	1.98	0.51	0.10	0.019	/
$R/\%$	0.16	0.13	0.048	0.012	0.006	/
$w_{Sn}/\%$	7.51	4.83	1.90	0.49	0.097	0.020
$R/\%$	0.30	0.28	0.13	0.038	0.011	0.004
$w_{Zn}/\%$	5.10	2.04	0.50	0.10	0.020	/
$R/\%$	0.15	0.097	0.034	0.010	0.003	/

## 11 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
  - 使用的标准（包括发布或出版年号）；
  - 分析结果及其表示；
  - 与基本分析步骤的差异；
  - 观察到的异常现象；
  - 试验日期。
-