ICS 77.120

H13

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXX—XXXX

**氧化亚镍化学分析方法 铜、铁、锌、钙、镁、钠、钴、镉、锰、硫含量的测定**

Methods for chemical analysis of Nickel oxide

Determination of copper，iron，zinc，calcium，magnesium，sodium，cobalt，[cadmium](https://fanyi.so.com/?src=onebox" \l "cadmium%20%28Cd%29" \t "_blank)，[manganese](https://fanyi.so.com/?src=onebox" \l "manganese%20%28Mn%29" \t "_blank)，[sulphur](https://fanyi.so.com/?src=onebox" \l "sulphur%20%28S%29" \t "_blank) contents

(预审稿 )

201x--xx--xx发布 201x--xx--xx实施

**中华人民共和国工业和信息化部 发布**

前 言

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

本部分起草单位：金川集团有限公司。

本部分参加起草单位：西北有色金属研究院、长沙矿冶研究院有限责任公司、广东邦普循环科技有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、江西铜业股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、清远佳致新材料研究院有限公司。

本部分主要起草人：

氧化亚镍化学分析方法 铜、铁、锌、钙、镁、钠、钴、镉、锰、硫含量的测定

1范围

本部分规定了氧化亚镍化学分析方法 铜、铁、锌、钙、镁、钠、钴、镉、锰、硫的测定方法。

本部分适用于氧化亚镍中铜、铁、锌、钙、镁、钠、钴、镉、锰、硫的测定。测定范围见表1

表1 测定范围

|  |  |
| --- | --- |
| 元 素 | 测 定 范 围，/% |
| Cu | 0.0005～1.0 |
| Fe | 0.0005～1.0 |
| Zn | 0.0005～1.0 |
| Ca | 0.0005～2.0 |
| Mg | 0.0005～2.0 |
| Na | 0.0005～2.0 |
| Co | 0.0005～1.0 |
| Cd | 0.0005～1.0 |
| Mn | 0.0005～1.0 |
| S | 0.010～1.0 |

2方法提要

试样用盐酸溶解，在盐酸介质中，按仪器优化后的工作条件及推荐的分析谱线，采用工作曲线法，利用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定要分析的元素。

3 试剂

本标准所用试剂均为优级纯，在分析中仅使用电阻率不小于18.2MΩ·cm的纯水。

3.1硝酸（ρl.40g/mL）

3.2盐酸（ρl.19g/mL)

3.3盐酸（1+1）

3.4硝酸（1+1）

3.5铜标准贮存溶液：称取1.0000g纯铜（≥99.99％），置于300mL烧杯中，缓慢加入30mL硝酸（3. 4），盖上表皿，低温溶解，驱出氮的氧化物，取下，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1mg铜。

3.6铁标准贮存溶液：称取1.0000g纯铁（≥99.99％），置于300mL烧杯中，缓慢加入30mL盐酸（3.3），盖上表皿，低温溶解，取下，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1mg铁。

3.7锌标准贮存溶液：称取1.0000g纯锌（≥99.99％），置于300mL烧杯中，缓慢加入30mL硝酸（3. 4），盖上表皿，低温溶解，驱出氮的氧化物，取下，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1mg锌。

3.8钙标准贮存溶液：称取1.4000g经烘干的氧化钙（≥99.99％），置于300mL烧杯中，缓慢加入30mL盐酸（3.2），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1mg钙。

3.9镁标准贮存溶液：称取1.6583g经烘干的氧化镁（≥99.99％），置于300mL烧杯中，缓慢加入30mL盐酸（3.2），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1mg镁。

3.10钠标准贮存溶液：称取2.5421g经110℃烘干后的高纯氯化钠，置于300mL烧杯中，缓慢加入100mL水，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，并立即移入干燥塑料瓶中。此溶液1mL含1mg钠。

3.11钴标准贮存溶液：称取1.0000g纯钴（>99.99%)，置于300mL烧杯中，加入30mL硝酸（3.3)，盖上表皿，低温加热溶解，煮沸驱除氮的氧化物，取下，冷却，移入1000mL容量瓶中，以水定容。此溶液1mL含1mg钴。

3.12镉标准储存溶液：称取1.0000g金属镉（>99.9%)，置于300mL烧杯中，加入30mL硝酸（3.3)，盖上表皿，低温加热溶解，煮沸驱除氮的氧化物，取下，冷却，移入1000mL容量瓶中，以水定容。此溶液1mL含1mg镉。

3.13锰标准储存溶液：称取3.0764g一水硫酸锰，置于400mL烧杯中，用水溶解，移入1000mL容量瓶中，以水定容。此溶液1mL含1mg锰。

3.14硫标准储存溶液：称取5.4352g基准试剂硫酸钾（预先在120℃烘干至恒重），置于400mL烧杯中，用水溶解，移入1000mL容量瓶中，以水定容。此溶液1mL含1mg硫。

3.15铜、铁、锌、镁、钙、钴、镉、锰标准溶液：准确移取10.00 mL标准贮存溶液(3.5)、(3.6)、(3.7)、 (3.8)、(3.9)、（3.11）、（3.12）、（3.13）置于200mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1mL含50µg铜、铁、锌、镁、钙、钴、镉、锰。

3.16钠标准溶液：准确移取10.00 mL标准贮存溶液（3.10）置于200mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，并立即移入干燥塑料瓶中。此溶液1mL含50µg钠。

3.17硫标准溶液：准确移取20.00 mL标准贮存溶液（3.14）置于200mL容量瓶中，用水稀释至刻，混匀，并立即移入干燥塑料瓶中。此溶液1mL含100µg硫。

4 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪,元素推荐谱线见表2，测钠的仪器推荐工作参数见表3，测其它元素的仪器推荐工作参数见表4。

表2 元素推荐谱线

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元 素 | Cu | Fe | Zn | Ca | Mg |
| 波长/nm | 324.7 | 259.9 | 206.2 | 393.3 | 279.5 |
| 元 素 | Na | Co | Cd | Mn | S |
| 波长/nm | 589.5 | 238.8 | 214.4 | 257.6 | 180.7 |

表3 测钠时的仪器推荐工作参数

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| RF 发生器功率  (W) | 雾化气流量  (L/min) | 辅助气流量  (L/min) | CID积分时间（紫外）  (s) | CID积分时间（可见区）  (s) |
| 1150 | 0.45 | 0.5 | 15 | 5 |

表4 测其它元素时的仪器推荐工作参数

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| RF 发生器功率  (W) | 雾化气压力  (L/min) | 辅助气流量  (L/min) | CID积分时间（紫外）  (s) | CID积分时间（可见区）  (s) |
| 950 | 0.45 | 0.5 | 15 | 5 |

5 分析步骤

5.1试料

按表5称取试样，精确至0.0001g。

表5

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 质量分数/% | 试样量/g | 试液总体积/ml | 分取试液体积/ml |
| 0.0005～0.2 | 0.5 | 100 | / |
| ＞0.2 | 0.5 | 100 | 10 |

5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

5.3试料的处理

将试料（5.1）置于300mL的烧杯中，加入10mL盐酸（3.3），盖上表皿，微热溶解，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，混匀，按照表5分取试液，移入100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上测定。

5.4工作曲线的绘制

5.4.1准确移取0、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL标准溶液(3.15)置于一组100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，并立即移入干燥塑料瓶中。在ICP光谱仪上，按表4所给的条件参数测定标准溶液强度值，仪器自动拟合工作曲线。

5.4.2准确移取0、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL标准溶液（3.16）置于一组100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，并立即移入干燥塑料瓶中。在ICP光谱仪上，按表3所给的条件参数测定标准溶液强度值，仪器自动拟合工作曲线。

5.4.3准确移取0、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、25.00 mL、50.00 mL标准溶液 (3.17)置于一组100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，并立即移入干燥塑料瓶中。在ICP光谱仪上，按表4所给的条件参数测定标准溶液强度值，仪器自动拟合工作曲线。

6分析结果的计算与表述

按下式计算所测元素的质量分数，数值以%表示，按公式（1）计算：

……………………………（1）

式中:

ρ——试液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/ mL）；

ρ0 ——空白溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/ mL）；

V ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

V1 ——分取试液体积，单位为毫升（mL）；

V2 ——测定试液体积，单位为毫升（mL）；

m ——试料的质量, 单位为克（g）。

7精密度

7.1 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6给出的平均值范围内，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3数据采用线性内插法求得：

表6 重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *W*Cu/% |  |  |  |  |
| 重复性限(r)/% |  |  |  |  |
| *W*Fe/% |  |  |  |  |
| 重复性限(r)/% |  |  |  |  |
| *W*Zn/% |  |  |  |  |
| 重复性限(r)/% |  |  |  |  |
| *W*Ca/% |  |  |  |  |
| 重复性限(r)/% |  |  |  |  |
| *W*Mg/% |  |  |  |  |
| 重复性限(r)/% |  |  |  |  |
| *W*Nal/% |  |  |  |  |
| 重复性限(r)/% |  |  |  |  |
| *W*Co/% |  |  |  |  |
| 重复性限(r)/% |  |  |  |  |
| *W*Cd/% |  |  |  |  |
| 重复性限(r)/% |  |  |  |  |
| *W*Mn/% |  |  |  |  |
| 重复性限(r)/% |  |  |  |  |
| *W*S/% |  |  |  |  |
| 重复性限(r)/% |  |  |  |  |

7.2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，在表7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2数据采用线性内插法或外延法求得：

表7 再现性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *WCu/%* |  |  |  |  |
| 再现性限*(R)/%* |  |  |  |  |
| *WFe/%* |  |  |  |  |
| 再现性限*(R)/%* |  |  |  |  |
| *WZn/%* |  |  |  |  |
| 再现性限*(R)/%* |  |  |  |  |
| *WCa/%* |  |  |  |  |
| 再现性限*(R)/%* |  |  |  |  |
| *WMg/%* |  |  |  |  |
| 再现性限（*R)/%* |  |  |  |  |
| *WNal/%* |  |  |  |  |
| 再现性限*(R)/%* |  |  |  |  |
| *WCo/%* |  |  |  |  |
| 再现性限*(R)/%* |  |  |  |  |
| *WCd/%* |  |  |  |  |
| 再现性限*(R)/%* |  |  |  |  |
| *WMn/%* |  |  |  |  |
| 再现性限*(R)/%* |  |  |  |  |
| *WS/%* |  |  |  |  |
| 再现性限*(R)/%* |  |  |  |  |

8试验报告

——试样；

——使用的标准；

——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。