|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 77.160 |
| CCS | H 16 |

|  |
| --- |
| YS |

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXXX—XXXX

粗氢氧化镍钴化学分析方法

第2部分：铬、磷、锰含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of crude nickel cobalt hydroxide— Part 8：Determination of chromium, phosphorus and manganese contents— Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

（本草案完成时间：2021.9.10）

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

1. 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 XXXX《粗氢氧化镍钴化学分析方法》的第8部分。YS/T XXXX分为以下9个部分：

——第1部分：镍含量的测定 丁二酮肟重量法；

——第2部分：铬、磷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第3部分：氟离子含量的测定 离子选择性电极法；

——第6部分：盐酸不溶物含量的测定 重量法；

——第7部分：锰含量的测定 电位滴定法；

——第8部分：铜、铝、锂、锌、镉、铅、砷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第9部分：水分含量的测定 烘箱干燥法。

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。

本标准起草单位：

本标准主要起草人：

1. 引言

生产粗氢氧化镍钴的原料主要是废锂离子电池废料，通过预处理、酸溶、除杂、碱沉生产得到粗制氢氧化物产品。粗氢氧化镍钴产品的化学成分直接影响到产品质量的好坏，目前产品标准《粗氢氧化镍钴》已报批，预计2021年可发布，建立一套针对粗氢氧化镍钴化学成分的分析方法标准是十分必要的。

YS/T XXXX《粗氢氧化镍钴化学分析方法》由九个部分构成。

——第1部分：镍含量的测定 丁二酮肟重量法；

——第2部分：铬、磷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第3部分：氟离子含量的测定 离子选择性电极法；

——第6部分：盐酸不溶物含量的测定 重量法；

——第7部分：锰含量的测定 电位滴定法；

——第8部分：铜、铝、锂、锌、镉、铅、砷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第9部分：水分含量的测定 烘箱干燥法。

本文件的制定为科学、准确的测定粗氢氧化镍钴的化学成分提供了依据，对于提高粗氢氧化镍钴产品质量及减少供应商和客户之间因检测误差造成的商业纠纷具有重要作用，有力的促进了粗氢氧化镍钴产业化发展。

粗氢氧化镍钴化学分析方法

第2部分：铬、磷、锰含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本文件规定了粗氢氧化镍钴中铬、磷、锰含量的测定方法。

本文件适用于粗氢氧化镍钴中铬、磷、锰含量的测定。测定范围见表1。

表1 测定范围（质量分数）

|  |  |
| --- | --- |
| 元 素 | 测定范围（质量分数）/% |
| 铬 | 0.0010~0.10 |
| 磷 | 0.10~2.00 |
| 锰 | 0.05~3.00 |

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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料经盐酸溶解。在稀盐酸介质中，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上测定铬、磷、锰的发射强度，采用标准加入法测定铬、磷、锰的质量浓度。

5 试剂

除非另有说明，本文件所用试剂均为优级纯的试剂，所用水符合GB/T 6682规定的二级及以上纯度的水。

5.1 盐酸（1+1）。

5.2 铬标准贮存溶液（100 μg/mL），购买国家有证标准贮存溶液。

5.3 磷标准贮存溶液（100 μg/mL），购买国家有证标准贮存溶液。

5.4 锰标准贮存溶液（100 μg/mL），购买国家有证标准贮存溶液。

5.5 锰标准贮存溶液（1000 μg/mL），购买国家有证标准贮存溶液。

6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

6.2 各被测元素推荐的分析波长见表2。

表2 推荐的分析谱线

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 波长  nm |
| 铬 | 283.56 |
| 磷 | 213.61 |
| 锰 | 257.61 |

7 样品

7.1样品粒度应不大于0.250 mm。

7.2样品分析前应在105 ℃ ± 2 ℃下烘干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

按表3称取样品（4），精确到0.0001 g。

表1试料量、烧杯规格及加入盐酸（5.1）体积

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 被测元素 | 试料量  g | 烧杯规格  mL | 加入盐酸（5.1）体积  mL |
| 铬 | 5.00 | 300 | 40 |
| 磷 | 1.00 | 250 | 20 |
| 锰 | 1.00 | 250 | 20 |

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 试料的分解

8.4.1 按表1将试料（8.1）置于相应体积的烧杯中，用少量水润湿，加入相应体积的盐酸（5.1），盖上表面皿，低温加热至完全溶解，取下，冷却至室温。

8.4.2 将试液移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.5 试料的测定

8.5.1 铬元素的测定

8.5.1.1 当铬的质量分数为0.001%~0.010%时：移取10.00 mL试液（8.4.2），分别置于一组100 mL容量瓶中。依次加入0 mL、0.050 mL、0.10 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL铬标准溶液（5.2），各加入4 mL盐酸（5.1），用水稀释至刻度，混匀。

8.5.1.2 当铬的质量分数为0.010%~0.10%时：移取10.00 mL试液（8.4.2），分别置于一组100 mL容量瓶中。依次加入0 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、6.00 mL铬标准溶液（5.2），各加入4 mL盐酸（5.1），用水稀释至刻度，混匀。

8.5.2 磷元素的测定：移取10.00 mL试液（8.4.2），分别置于一组100 mL容量瓶中。依次加入0 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL、30.00 mL磷标准溶液（5.3），各加入4 mL盐酸（5.1），用水稀释至刻度，混匀。

8.5.3 锰元素的测定

8.5.3.1 当锰的质量分数为0.050%~0.50%时：移取10.00 mL试液，分别置于一组100 mL容量瓶中。依次加入0 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、6.00 mL锰标准溶液（5.4），各加入4 mL盐酸（5.1），用水稀释至刻度，混匀。

8.5.3.2 当锰的质量分数为0.50%~3.00%时：移取10.00 mL试液，分别置于一组100 mL容量瓶中。依次加入0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL锰标准溶液（5.5），各加入4 mL盐酸（5.1），用水稀释至刻度，混匀。

8.5.4 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在表2推荐的分析谱线处，测量被测元素系列标准溶液的发射强度，以被测元素的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。工作曲线的线性相关系数应不小于0.999。工作曲线反向延长线与横坐标相交，交点即为试液中被测元素的质量浓度。

9.试验数据处理

被测元素含量以被测元素的质量分数*wx*计，按公式（1）计算：

...........................（1）

式中：

*x* ——铬、磷、锰待测元素；

*ρx*——自校准曲线上查得待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρ0*——自校准曲线上查得空白试液的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V2*—— 试液定容的体积，单位为毫升（mL）；

*V* —— 试液测试的体积，单位为毫升（mL）；

*V1*—— 试液分取的体积，单位为毫升（mL）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）；

当质量分数小于1.00%时，计算结果保留两位有效数字；当质量分数不小于1.00%时，计算结果表示至小数点后两位。数值修约按GB/T 8170的规定执行。

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，精密度实验原始数据参见附录A。在表1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1数据采用线性内插法或外延法求得：

表4 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *ω*/% |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |

10.2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，精密度实验原始数据参见附录A。在表2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5 再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *ω*/% |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |

11 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。

2. （资料性）  
   精密度试验原始数据

精密度数据是在2021年由XX家实验室对X个不同水平的样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的样品在重复性条件下独立测定7～11次。测定的原始数据见表A.1。

* 1. 精密度试验原始数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | *n* | | | | | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

