

9 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内容：

- 试样；
- 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；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。

YS/T 820.9—2012

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 820.9—2012

红土镍矿化学分析方法
第9部分：钪、镉量的测定
电感耦合等离子体-质谱法

Methods for chemical analysis of lateritic nickel ore—
Part 9: Determination of scandium and cadmium contents—
Inductively coupled plasma mass spectrometry



YS/T 820.9-2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-24290

定价: 14.00 元

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

m —— 试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后 4 位。

8 精密度

8.1 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 数据采用内插法求得。

表 2 重复性限

元素	$w_x/\%$	$r/\%$
Sc	0.000 1	0.000 1
	0.000 6	0.000 1
	0.001 0	0.000 1
	0.002 8	0.000 3
	0.007 0	0.000 7
Cd	0.000 1	0.000 1
	0.000 5	0.000 1
	0.001 0	0.000 2
	0.007 2	0.000 6

8.2 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,在以下给出的平均值范围内,这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。

表 3 再现性限

元素	$w_x/\%$	$R/\%$
Sc	0.000 1	0.000 1
	0.000 6	0.000 2
	0.001 0	0.000 2
	0.002 8	0.000 4
	0.007 0	0.000 9
Cd	0.000 1	0.000 1
	0.000 5	0.000 1
	0.001 0	0.000 2
	0.007 2	0.000 8

中华人民共和国有色金属
行业标准
红土镍矿化学分析方法
第 9 部分:钪、镉量的测定
电感耦合等离子体-质谱法
YS/T 820.9—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
2013 年 1 月第一版 2013 年 1 月第一次印刷

*

书号:155066·2-24290 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

表 1 测定同位素的质量数

元素	质量数
Sc	45
Cd	111
Rh	103

5 试样

试样粒度应小于 160 μm, 在 105 °C~110 °C 烘箱中烘 2 h, 置于干燥器中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.10 g 试样, 精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立进行两次测定, 取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 150 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入 5 mL 的硝酸(3.1), 10 mL 盐酸(3.3), 5 mL 氢氟酸(3.4), 加热至试样溶解完全, 加入 2 mL 高氯酸(3.5), 加热至产生高氯酸白烟, 冒烟至近干, 加入 4 mL 硝酸(3.2)加热溶解盐类, 冷却后移入 100 mL 容量瓶, 用水稀释至刻度混匀。

6.4.2 按仪器工作条件, 于电感耦合等离子体质谱仪上, 采用在线加入内标的方式, 与系列标准溶液同时, 测量溶液的计数, 减去随同试料空白溶液的计数, 从工作曲线上计算出相应的铈和镉的质量浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 混合标准溶液(3.9)于一组 200 mL 容量瓶中, 分别加入 4 mL 硝酸(3.2), 以水稀释至刻度, 混匀。

6.5.2 采用 ICP-MS 在线加入内标 Rh 校正的方法依次进行测定, 以被测元素的质量浓度为横坐标, 被测元素的强度作为纵坐标, 绘制工作曲线。

7 分析结果的计算与表述

铈、镉的量以质量分数 w_x 计, 数值以 % 表示, 按式(1)计算:

$$w_x = \frac{\rho_x \cdot V_0 \times 10^{-9}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_x ——自工作曲线上查得的测定溶液中铈或镉的浓度, 单位为纳克每毫升 (ng/mL);

V_0 ——试液总体积, 单位为毫升 (mL);

前 言

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

YS/T 820—2012《红土镍矿化学分析方法》共分为 26 个部分:

- 第 1 部分: 镍量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 2 部分: 镍量的测定 丁二酮肟分光光度法;
- 第 3 部分: 全铁量的测定 重铬酸钾滴定法;
- 第 4 部分: 磷量的测定 钼蓝分光光度法;
- 第 5 部分: 钴量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 6 部分: 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 7 部分: 钙和镁量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 8 部分: 二氧化硅量的测定 氟硅酸钾滴定法;
- 第 9 部分: 铈、镉量的测定 电感耦合等离子体-质谱法;
- 第 10 部分: 钙、钴、铜、镁、锰、镍、磷和锌量的测定 电感耦合等离子体-原子发射光谱法;
- 第 11 部分: 氟和氯量的测定 离子色谱法;
- 第 12 部分: 锰量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 13 部分: 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 14 部分: 锌量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 15 部分: 镉量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 16 部分: 碳、硫量的测定 高频燃烧红外吸收光谱法;
- 第 17 部分: 砷、锑、铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 第 18 部分: 汞量的测定 冷原子吸收光谱法;
- 第 19 部分: 铝、铬、铁、镁、锰、镍和硅量的测定 能量色散 X 射线荧光光谱法;
- 第 20 部分: 铝量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 21 部分: 铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法;
- 第 22 部分: 镁量的测定 EDTA 滴定法;
- 第 23 部分: 钴、铁、镍、磷、氧化铝、氧化钙、氧化铬、氧化镁、氧化锰、二氧化硅和二氧化钛量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法;
- 第 24 部分: 湿存水量的测定 重量法;
- 第 25 部分: 化合水量的测定 重量法;
- 第 26 部分: 灼烧减量的测定 重量法。

本部分为 YS/T 820—2012 的第 9 部分。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准由北京矿冶研究总院、中华人民共和国鲅鱼圈出入境检验检疫局、金川集团有限公司负责起草。

本部分由北京矿冶研究总院起草。

本部分由中华人民共和国宁波出入境检验检疫局、金川有色集团有限公司参加起草。

本部分主要起草人: 冯先进、阮桂色、姜求韬、郑琳、马旭利、高颖剑。