

附录 C  
(资料性附录)  
校准方程

理论  $\alpha$  影响系数法的校准方程见式(C.1)。

$$C_i = s \times (1 + \sum \alpha_{ij} \cdot C_j) \times (I_i + \beta_{ij} \cdot I_k) + b \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

- $C_i$  —— 测量元素的浓度, %;
- $s$  —— 校准方程的斜率和截距;
- $\alpha_{ij}$  —— 影响元素对测量元素的理论  $\alpha$  影响系数;
- $C_j$  —— 影响元素的浓度, %;
- $I_i$  —— 测量元素的 X 射线荧光强度;
- $\beta_{ij}$  —— 谱线重叠校正系数;
- $I_k$  —— 重叠谱线的强度;
- $b$  —— 校准方程的截距。

YS/T 820.23—2012



# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 820.23—2012

## 红土镍矿化学分析方法

### 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

Methods for chemical analysis of laterite nickel ores—  
Part 23: Determination of cobalt, iron, nickel, phosphorus, aluminium oxide,  
calcium oxide, chromium oxide, magnesium oxide, manganese oxide,  
silicon dioxide and titanium dioxide content—  
Wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometry



YS/T 820.23-2012

版权专有 侵权必究  
\*  
书号: 155066 · 2-24313  
定价: 16.00 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

**附录 B**  
(资料性附录)  
**仪器参考工作条件**

仪器参考工作条件参见表 B.1。

**表 B.1 仪器参考工作条件**

成分	分析谱线	晶体	准直器/(°)	峰位/(°)	背景 1/(°)	背景 2/(°)	电压/kV	电流/mA	峰位测量时间/s
Co	Co-K $\alpha$	LiF200	0.15	52.782	53.411	—	60	53	10
Fe	Fe-K $\alpha$	LiF200	0.15	57.516	—	—	60	40	20
Ni	Ni-K $\alpha$	LiF200	0.15	48.660	48.650	—	60	53	20
P	P-K $\alpha$	Ge	0.46	140.990	143.503	—	30	106	30
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al-K $\alpha$	PET	0.46	145.012	141.009	—	30	106	30
CaO	Ca-K $\alpha$	LiF200	0.46	113.144	115.245	—	50	64	10
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Cr-K $\alpha$	LiF200	0.15	69.364	70.374	—	50	64	10
MgO	Mg-K $\alpha$	OVO-55	0.46	20.838	19.206	22.227	30	106	30
MnO	Mn-K $\alpha$	LiF200	0.15	62.980	63.734	—	50	20	10
SiO <sub>2</sub>	Si-K $\alpha$	InSb	0.46	144.606	147.927	—	30	106	30
TiO <sub>2</sub>	Ti-K $\alpha$	LiF200	0.46	86.170	88.267	—	50	60	10

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 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

YS/T 820.23—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 0.75 字数 17 千字

2013 年 1 月第一版 2013 年 1 月第一次印刷

\*

书号: 155066·2-24313 定价 16.00 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

**附 录 A**  
(资料性附录)  
**校准样品配制**

**A.1 基本原理**

样品熔融过程同时也是样品均匀化过程。对于主量成分,加入不同质量的高纯氧化物或碳酸盐,对于次量成分,加入不同体积已知浓度的硝酸介质或水介质的溶液,经过样品熔融过程将各成分均匀化。若以多个相近成分的有证标准物质为基础,可大大加快校准样品配制速度。对于次量成分,若无法获得已知浓度的硝酸介质或水介质的溶液,可将相应的高纯氧化物或碳酸盐和熔剂一起熔融后粉碎再称量加入。

使用的高纯试剂,只要可能都应是纯的氧化物或碳酸盐。熔融时称量的试剂,应不含水或二氧化碳,或对其进行校正。当有硝酸介质或水介质的国家一级标准溶液且浓度合适时,应优先使用国家一级标准溶液。

**A.2 配制方法**

**A.2.1 氧化镁、氧化铝、二氧化硅、三氧化二铁等高含量成分**,直接称取空干的高纯氧化物,记录质量,精确至 0.1 mg。同时测定该氧化物在 1 050 °C 下的烧失量,对称取的质量进行校正。

**A.2.2 磷**:可直接采用国家一级标准溶液,也可称取一定质量烘干(105 °C, 2 h)的磷酸氢二铵溶于水中,定容。根据称取的质量和定容的体积计算出磷的浓度。溶液的浓度为 1 000 mg/mL 左右。

**A.2.3 氧化铬、镍、锰、钴**:称取 1.0 g 基准重铬酸钾溶于水中,记录质量,精确至 0.1 mg,定容至 100 mL,计算出重铬酸钾的浓度;称取 1.0 g 高纯金属镍( $w_{Ni} \geq 99.99\%$ ),记录质量,精确至 0.1 mg,溶于稀硝酸中,定容至 100 mL,计算出镍的浓度;称取 1.0 g 高纯金属锰( $w_{Mn} \geq 99.99\%$ ),记录质量,精确至 0.1 mg,溶于稀硝酸中,定容至 100 mL,计算出锰的浓度;钴直接采用国家一级标准溶液。由于重铬酸钾中引入了氧化钾,须对氧化钾进行测定以校正其对测量的影响。

注:金属镍和锰在使用前应用稀酸除去表面的氧化层。

**A.2.4 二氧化钛、氧化钙**:称取 0.06 g 灼烧后(1 050 °C)的高纯二氧化钛、1.0 g 烘干(220 °C, 2 h)的基准碳酸钙和 6.000 g 熔剂,记录二氧化钛和碳酸钙的质量,精确至 0.1 mg,熔融后冷却粉碎,计算此混合物中二氧化钛和氧化钙的浓度。也可将二氧化钛和碳酸钙分别和熔剂熔融后冷却粉碎。当配制较低含量的氧化镁、氧化铝、二氧化硅、三氧化二铁等,也可采用此方法。

**A.2.5** 根据设定的校准样品浓度按总质量为试样称样量分别计算出所需各成分的质量或体积,再分别称取相应质量的各种组分和熔剂于坩埚中,记录实际质量,精确至 0.1 mg。混匀后用微量移液器分别加入相应体积的各种溶液,再加入 1 mL 硝酸锂-溴化锂混合溶液,在电炉上烘干后按试料熔片的制备方法熔铸成玻璃片。如果称取的部分组分中含有熔剂,须相应调整最后称取的熔剂质量,使熔剂的总质量和试料熔融时的熔剂质量一致。根据实际质量和体积计算出校准样品中各成分的浓度。

**A.2.6** 通常情况下,计算的质量和实际称样量之间存在差异,对于有烧失量校正功能的软件,此差异可以利用烧失量校正功能来处理,对无此功能的软件,可先称取各成分,记录各成分熔融后的总质量,再按 1:10 的关系称取熔剂。

**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:钨、镉含量测定 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:碳和硫量的测定 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:氧化铝量的测定 EDTA 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 23 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、金川有色集团公司负责起草。

本部分起草单位:中华人民共和国宁波出入境检验检疫局,中华人民共和国鲅鱼圈出入境检验检疫局。

本部分参加起草单位:常熟出入境检验检疫局、南通出入境检验检疫局。

本部分主要起草人:张建波、林力、褚宁、侯晋、朱嘉宇、李卫刚、窦怀智、陈少鸿、侯建国。