

7.2 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5数据采用线性内插法外延法求得。

表5 再现性限

$w_{Ni}/\%$	—	21.32	25.73	31.69
再现性限(R)/%	—	0.29	0.31	0.35
$w_{Co}/\%$	2.92	5.88	12.66	21.44
再现性限(R)/%	0.14	0.23	0.24	0.26
$w_{Mn}/\%$	2.87	8.33	22.10	30.16
再现性限(R)/%	0.13	0.17	0.30	0.33

8 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- 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。



YS/T 928.3—2013

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-26592

定价: 14.00 元

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 928.3—2013

YS/T 928.3—2013

镍、钴、锰三元素氢氧化物化学分析方法

第3部分:镍、钴、锰量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of nickel cobalt manganese composite hydrogenoxide—
Part 3: Determination of nickel, cobalt, manganese content—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

却,用水洗涤表皿及杯壁,移入 200 mL 容量瓶中,加入 2.00 mL 钇内标溶液 A(3.5),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波长 221.0 nm、201.1 nm、191.5 nm 处测定。

5.4 工作曲线的绘制

在 ICP 光谱仪上,按表 2 和表 3 所给的条件参数用钇内标溶液 B(3.6)和镍钴锰标准溶液(3.10、3.11、3.12、3.13、3.14、3.15)测量镍、钴、锰标准溶液的强度值,仪器自动拟合工作曲线(依据镍、钴、锰三元素氢氧化物产品牌号,选择相应的工作曲线用于分析)。

表 3 元素谱线

元素	Ni	Co	Mn	Y
波长/nm	221.0	201.1	191.5	224.3

6 分析结果的计算与表述

按式(1)计算所测元素的质量分数 w_x ,以百分数表示。

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

式中:

- w_x ——分别为镍、钴、锰的质量分数, %;
- ρ ——所测试液中元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- ρ_0 ——所测空白试液中元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- V ——试液的总体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料的质量,单位为克(g)。

结果保留小数点后两位。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得两次独立测试结果的测定值,在表 5 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 4 数据采用线性内插法和外延法求得。

表 4 重复性限

$w_{\text{Ni}}/\%$	—	21.32	25.73	31.69
重复性限(r)/%	—	0.18	0.20	0.23
$w_{\text{Co}}/\%$	2.92	5.88	12.66	21.44
重复性限(r)/%	0.05	0.12	0.13	0.20
$w_{\text{Mn}}/\%$	2.87	8.33	22.10	30.16
重复性限(r)/%	0.06	0.14	0.20	0.28

中华人民共和国有色金属
行业标准
镍、钴、锰三元素氢氧化物化学分析方法
第 3 部分:镍、钴、锰量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
YS/T 928.3—2013

*

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 10 千字
2014 年 2 月第一版 2014 年 2 月第一次印刷

*

书号:155066·2-26592 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

500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 中含 2 mg 锰。

3.10 镍钴锰标准溶液 955:准确移取 15.00 mL、20.00 mL、30.00 mL 镍标准贮存溶液(3.7)和 2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 钴标准贮存溶液(3.8)、锰标准贮存溶液(3.9)于一组 200 mL 容量瓶中,分别加入 2.00 mL 钇内标溶液 A(3.5),以水稀释到刻度,混匀。

3.11 镍钴锰标准溶液 811:准确移取 15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL 镍标准贮存溶液(3.7)和 5.00 mL、7.00 mL、10.00 mL 钴标准贮存溶液(3.8)、锰标准贮存溶液(3.9)于一组 200 mL 容量瓶中,分别加入 2.00 mL 钇内标溶液 A(3.5),以水稀释到刻度,混匀。

3.12 镍钴锰标准溶液 523:准确移取 10.00 mL、15.00 mL、18.00 mL 镍标准贮存溶液(3.7)和 10.00 mL、12.00 mL、15.00 mL 钴标准贮存溶液(3.8)、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL 锰标准贮存溶液(3.9)于一组 200 mL 容量瓶中,分别加入 2.00 mL 钇内标溶液 A(3.5),以水稀释到刻度,混匀。

3.13 镍钴锰标准溶液 424:准确移取 10.00 mL、12.00 mL、15.00 mL 镍标准贮存溶液(3.7)、钴标准贮存溶液(3.8)和 15.00 mL、25.00 mL、30.00 mL 锰标准贮存溶液(3.9)于一组 200 mL 容量瓶中,分别加入 2.00 mL 钇内标溶液 A(3.5),以水稀释到刻度,混匀。

3.14 镍钴锰标准溶液 325:准确移取 7.00 mL、10.00 mL、12.00 mL 镍标准贮存溶液(3.7)和 10.00 mL、12.00 mL、15.00 mL 钴标准贮存溶液(3.8)、20.00 mL、30.00 mL、35.00 mL 锰标准贮存溶液(3.9)于一组 200 mL 容量瓶中,分别加入 2.00 mL 钇内标溶液 A(3.5),以水稀释到刻度,混匀。

3.15 镍钴锰标准溶液 111:准确移取 7.00 mL、10.00 mL、12.00 mL 镍标准贮存溶液(3.7)和 15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL 钴标准贮存溶液(3.8)、锰标准贮存溶液(3.9)于一组 200 mL 容量瓶中,分别加入 2.00 mL 钇内标溶液 A(3.5),以水稀释到刻度,混匀。

4 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪工作参数见表 2。

表 2 仪器工作参数

RF 发生器功率/W	雾化气压力/MPa	辅助气流量/(L/min)	CID 积分时间(紫外)/s
900	0.2	0.5	20

在仪器最佳工作条件下凡是能达到下列指标者均可使用:

——光源:氩等离子体光源,发生器最大输出功率不小于 1.35 kW;

——仪器稳定性:仪器 1 h 内漂移不大于 1.0%。

5 分析步骤

5.1 试料

称取两份 0.20 g 试样,精确至 0.000 1 g。

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 300 mL 的烧杯中,加入 20 mL 盐酸(3.3),盖上表皿,低温溶解完全。取下,冷

前 言

YS/T 928《镍、钴、锰三元素氢氧化物化学分析方法》共包括以下 6 个部分:

——第 1 部分:氯离子量的测定 氯化银比浊法;

——第 2 部分:镍量的测定 丁二酮肟重量法;

——第 3 部分:镍、钴、锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;

——第 4 部分:铁、钙、镁、铜、锌、硅、铝、钠量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;

——第 5 部分:铅量的测定 电感耦合等离子体质谱法;

——第 6 部分:硫酸根离子量的测定 离子色谱法。

本部分为 YS/T 928 的第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准负责起草单位:金川集团有限公司、佛山市邦普循环科技有限公司、北京矿冶研究总院。

本部分起草单位:金川集团有限公司、佛山市邦普循环科技有限公司。

本部分参加起草单位:湖南有色金属研究院、英德佳纳金属科技有限公司、中信国安盟固利电源技术有限公司、天津市茂联科技有限公司。

本部分主要起草人:郭培庆、李长东、郭晶、汤海、邱平、谢明宏、谭平生、庞文林、吴迟春、骆月英、任兴庭、潘海云。