ICS 71.100.10

Q 52

YS

**中华人民共和国工业和信息化部** 发布

201×-××-××实施

201×-××-××发布

铝土矿石化学分析方法

第28部分：氧化锂含量的测定

火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of bauxite—

Part28：Determination of lithium oxide content—

Flame atomic absorption spectrophotometric method

（预审稿）

YS/T 575.28—201X

**中华人民共和国有色金属行业标准**

1. 前 言

YS/T 575《铝土矿石化学分析方法》共有28部分：

——第1部分：氧化铝含量的测定 EDTA滴定法

——第2部分：二氧化硅含量的测定 重量-钼蓝光度法

——第3部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝光度法

——第4部分：三氧化二铁含量的测定 重铬酸钾滴定法

——第5部分：三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲光度法

——第6部分：二氧化钛含量的测定 二安替吡啉甲烷光度法

——第7部分：氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第8部分：氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第9部分：氧化钾、氧化钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第10部分：氧化锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第11部分：三氧化二铬含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第12部分：五氧化二钒含量的测定 苯甲酰苯胲光度法

——第13部分：锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第14部分：稀土氧化物总量的测定 三溴偶氮胂光度法

——第15部分：三氧化二镓含量的测定 罗丹明B萃取光度法

——第16部分：五氧化二磷含量的测定 钼蓝光度法

——第17部分：硫含量的测定 燃烧-碘量法

——第18部分：总碳含量的测定 燃烧-非水滴定法

——第19部分：烧减量的测定 重量法

——第20部分：预先干燥试样的制备

——第21部分：有机碳含量的测定 滴定法

——第22部分：湿存水含量的测定 重量法

——第23部分：X射线荧光光谱法测定元素含量

——第24部分：碳和硫含量的测定 红外吸收法

——第25部分：硫含量的测定 库仑滴定法

——第26部分：硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法

——第27部分：镧、铈、镨、钕、钪、钇含量的测定 ICP-AES法

——第28部分：氧化锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法

本部分为第28部分。

本部分按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本部分起草单位：中铝郑州有色金属研究院有限公司、XXX、XXX。

本部分主要起草人：XXX、XXX、 XXX、XXX。

本部分首次发布。

铝土矿石化学分析方法

第28部分：氧化锂含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了铝土矿石中氧化锂含量的测定方法。

本部分适用于铝土矿石中氧化锂含量的测定，测定范围：0.005%～0.50%。

2 方法提要

试料用氢氟酸、硫酸分解，在硫酸介质中，于原子吸收光谱仪波长670.8 nm处，以乙炔-空气贫燃性火焰进行氧化锂含量的测定。

3 试剂

3.1 氢氟酸（*ρ*=1.13 g/mL），优级纯。

3.2 硫酸（*ρ*=1.84 g/mL），优级纯。

3.3 硫酸（1+1）。

3.4 硫酸（1+3）。

3.5 硫酸铝：Al2(SO4)3·18H2O，优纯级。

3.6 硫酸铁：Fe2(SO4)3，优纯级。

3.7 氧化锂标准贮存溶液：称取2.4734 g预先在280 ℃±10 ℃烘干2 h并在干燥器中冷却至室温的碳酸锂(光谱纯)置于200 mL烧杯中，加20 mL硫酸（3.3）溶解，加热煮沸，冷却至室温，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg氧化锂。

3.8 氧化锂标准溶液：移取50.00 mL氧化锂标准贮存溶液(3.7)于1000 mL容量瓶中，加入5 mL硫酸（3.3），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.050 mg氧化锂。

3.9 铝溶液（20 g/L）：称取61.66 g硫酸铝（3.5）于250 mL烧杯中，加入去离子水，于电炉上加热至盐类溶解完全，冷却至室温，移入250 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

3.10 铁溶液（20g/L）：称取17.85 g硫酸铁（3.6）于已加入5 mL硫酸（3.3）的250 mL烧杯中，加入去离子水，于电炉上加热至盐类溶解完全，冷却至室温，移入250 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4 仪器

4.1烘箱，额定温度不小于200 ℃，控温精度±5 ℃。

4.2干燥器，用硅胶做干燥剂。

4.3 原子吸收光谱仪，附锂空心阴极灯。在仪器最佳工作条件下，凡达到下列指标的原子吸收光谱仪均可使用：

——灵敏度：在与测量溶液基体相一致的溶液中，氧化锂的特征浓度应不大于 0.075 µg/mL。

——精密度：用最高浓度的标准溶液测量10次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的1.0%；用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度溶液）测量10次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的0.5%。

——工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于0.7。

4.4 铂皿：100 mL。

5 试样

试样研磨通过74 μm标准筛，置于烘箱（4.1）中，于110 ℃±5 ℃干燥2 h，取出，置于干燥器（4.2）中，冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取0.50 g试样（5），精确至0.0001 g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料（6.1）做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料（6.1）置于铂皿（4.4）中，加入5 mL氢氟酸（3.1），加入10 mL硫酸（3.4），于电炉上缓慢加热分解试料，加热至冒尽硫酸白烟，取下铂皿，冷却至室温。加入5 mL硫酸（3.4），微热溶解残渣，取下铂皿，冷却，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。用干慢速滤纸、干漏斗过滤于洁净的干烧杯中，按表1移取相应体积的滤液于100 mL容量瓶中，加入相应体积的硫酸（3.4），用水稀释至刻度，混匀。

表1移取试液体积

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 氧化锂质量分数/% | 容量瓶体积/mL | 移取体积/mL | 加入硫酸体积（3.4）/mL |
| 0.005%～0.1% | 100 | 全部 | 0 |
| ≥0.1%～0.5% | 100 | 20.00 | 4 |

6.4.2 在原子吸收光谱仪波长670.8 nm处，用空气—乙炔贫燃性火焰，以水调零，同时测量滤液（或试液）与系列工作曲线溶液的吸光度，从工作曲线上查得相应的氧化锂浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL氧化锂标准溶液（3.8）置于一组100 mL容量瓶中，加入5 mL硫酸(3.4)，用水稀释至刻度，混匀。

6.5.2 在原子吸收光谱仪波长670.8 nm处，用空气-乙炔贫燃性火焰，以水调零，测量系列标准溶液的吸光度，减去系列标准溶液中“零” 浓度溶液的吸光度，以氧化锂浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式（1）计算氧化锂的质量分数（%）：

…………………………………（1）

式中：

*c1*——自工作曲线查得的试液中氧化锂浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

*c2* ——自工作曲线查得的空白试验溶液中氧化锂浓度，单位为毫克每毫升（mg/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)；

R ——稀释系数，6.4.1表1中两种情况的R值分别为1和5。

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）情况不超过5%，重复性限(r)按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

表2

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 氧化锂质量分数/% | 0.0068 | 0.0285 | 0.0627 | 0.0954 | 0.387 |
| 重复性限 r/% |  |  |  |  |  |

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6数据采用线性内插法或者外延法求得。

表3

|  |  |
| --- | --- |
| 氧化锂质量分数/% | 再现性限 R/% |
| 0.0068 |  |
| 0.0285 |  |
| 0.0627 |  |
| 0.0954 |  |
| 0.387 |  |

9 质量保证与控制

分析时，用标准样品或控制样品进行校核，或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时，应找出原因。纠正错误后，重新进行校核。

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

1. 试验方法标准编号及名称；
2. 关于识别样品、实验室、分析日期、报告日期等所有的必要的信息；
3. 以适当的形式表达试验结果；
4. 试验过程中出现的异常现象；
5. 在本方法标准中没有明确说明或是可选择的、且可能影响结果的任何操作；
6. 试验、审核等相关责任人的签名。