ICS 71.100.10

Q 52

YS

中华人民共和国工业和信息化部 发布

202×-××-××实施

202×-××-××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

（送审稿）

YS/T 575.28—202X

**中华人民共和国有色金属行业标准**

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 575的第28部分。YS/T 575已经发布了以下部分：

——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

1. 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。
2. 本文件由中国有色金属工业协会提出。
3. 本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：中铝郑州有色金属研究院有限公司、中铝矿业有限公司、南山铝业股份有限公司、广西分析测试研究中心、中铝山东有限公司研究院、杭州华成设计研究院有限公司、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司、中铝山西新材料有限公司。

本文件主要起草人：xxx、xxx、xxx、xxx、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

警示—使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了铝土矿石中氧化锂含量的测定方法。

本文件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 规范性引用文件

下列文件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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定。

GB/T 14666 分析化学术语。

YS／T 575.20 铝土矿石化学分析方法 第20部分：预先干燥试样的制备。

3 术语和定义

GB/T 14666界定的术语和定义适用于本部分。

4 原理

试料用氢氟酸、硫酸分解，在硫酸介质中进行测定，当样品中氧化铁的质量分数大于5%时，用氨水沉淀溶液中的铁以消除其影响。于原子吸收光谱仪波长670.8 nm处，以空气-乙炔火焰进行氧化锂含量的测定。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.1 氢氟酸（*ρ*=1.14 g/mL）。

5.2 硫酸（*ρ*=1.84 g/mL）。

5.3 氨水（*ρ*=0.91 g/mL）。

5.4 碳酸锂，光谱纯。

5.5溴麝香草酚蓝。

5.6 硫酸（1+1）。

5.7 硫酸（1+3）。

5.8 氨水（1+1）。

5.9溴麝香草酚蓝指示剂：0.5%的酒精溶液。

5.10 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(5.4)置于200 mL烧杯中，加20 mL硫酸（5.6）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。

5.11 氧化锂标准溶液：移取50.00 mL氧化锂标准贮存溶液(5.10)于1000 mL容量瓶中，加入5 mL硫酸（5.7），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含50μg氧化锂。

6 仪器设备

6.1烘箱，额定温度不小于200 ℃，控温精度±5 ℃。

6.2 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：

——特征浓度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，氧化锂的特征浓度应不大于0.063 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。

7 试样

试样研磨通过74 μm标准筛，置于烘箱（6.1）中，于110 ℃±5 ℃干燥2 h，取出，置于干燥器中，冷却至室温。

8 试验步骤

8.1 试料

称取0.50 g试样（7），精确至0.0001 g。

8.2 平行试验

平行地进行两次测定，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料（8.1）做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将试料（8.1）置于铂皿中，加入5 mL氢氟酸（5.1），加入10 mL硫酸（5.7），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（5.7），加热溶解残渣，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（5.7），用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2 如样品中氧化铁质量分数>5%，按照8.4.1方法，加热溶解残渣后，将样品溶液转入250 mL烧杯中，于电炉上加热至约50mL，稍冷却，滴加4滴溴麝香草酚蓝指示剂(5.9)，在不断搅拌下加入氨水（5.8），中和至溶液呈蓝色，冷却，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，待沉淀完毕后，用干慢速滤纸、干漏斗过滤于洁净的干烧杯中。

表1移取试液体积、加入硫酸体积和稀释倍数

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 氧化锂质量分数/% | 容量瓶体积/mL | 移取体积/mL | 加入硫酸体积（5.7）/mL | 稀释倍数R |
| 0.005%～0.1% | 100 | 全部 | —— | 1 |
| ≥0.1%～0.5% | 100 | 20.00 | 4 | 5 |

8.4.3 将澄清或干过滤的试液，在原子吸收光谱仪上，于波长670.8 nm处，用空气—乙炔火焰，以水调零，测定试液及随同试料空白的吸光度。从工作曲线上查得相应的氧化锂浓度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 样品中氧化铁的质量分数<5%时，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（5.11）置于一组100 mL容量瓶中，各加入5 mL硫酸(5.7)，用水稀释至刻度，混匀。

8.5.2 样品中氧化铁的质量分数>5%时，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（5.11）置于一组100 mL容量瓶中，各加入5 mL硫酸(5.7)，10 mL氨水（5.8），用水稀释至刻度，混匀。

8.5.3 在原子吸收光谱仪波长670.8 nm处，用空气-乙炔火焰，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。

9 分析结果的计算

按式（1）计算氧化锂的质量分数ωLi2O：

…………………………………（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（μg/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（（μg/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 ——稀释倍数。

计算结果表示到小数点后两位，数值修约执行GB/T 8170-2008中3.2、3.3条款。

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，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重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 氧化锂质量分数/% | 0.0076 | 0.0288 | 0.0747 | 0.0959 | 0.369 |
| 重复性限 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，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或者外延法求得。

表3再现性限

|  |  |
| --- | --- |
| 氧化锂质量分数/% | 再现性限 R/% |
| 0.0076 |  |
| 0.0288 |  |
| 0.0747 |  |
| 0.0959 |  |
| 0.369 |  |

11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

——试验方法标准编号及名称；

——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；

——以适当的形式表达试验结果；

——试验过程中出现的异常现象；

——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；

——试验、审核等相关责任人的签名。