铝电解质化学分析方法

第5部分 氟化锂含量的测定

火焰原子吸收光谱法

Chemical analysis methods of aluminium electrolyte-

Part5: Determination of lithium fluoride content-

 Flame atomic absorption spectrometric method

（预审稿）

 (草案）

 YS/T 739.5-202X

代替YS/T 768-2011

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

**ICS 71.100.10**

**CCS H30**

（在提交反馈意见时，请将你知道的相关专利连同支持性文件一并附上）

202X－XX－XX 发布 202X－XX－XX实施

**中华人民共和国工业和信息化部** 发布

前 言

1. 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。
2. 本文件是YS/T 739《铝电解质化学分析方法》的第5部分。YS/T 739已经发布了以下部分：
3. ——第1部分:分子比及主要成分的测定 X射线荧光光谱法；
4. ——第2部分:分子比的测定 三氯化铝滴定法；
5. ——第3部分:钠、钙、镁、钾、锂元素含量的测定 电感藕合等离子体原子发射光谱法；
6. ——第4部分:氧化铝含量的测定 重量法；
7. ——第5部分：氟化锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

本文件代替YS/T 768-2011《铝电解质中锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法》，与YS/T 768-2011相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a) 修改了标准编号；

b) 修改了分析结果的表述方式（见第1章，2011年版本的第1章）；

c) 修改了测定范围（见第1章，2011年版本的第1章）；

1. d) 修改了溶样方式（见8.4.1，2011年版本的6.4.1）；
2. e) 修改了溶液的定容与分取体积（见8.4.2，2011年版本的6.4.1）；
3. f) 增加了基体溶液（见5.5）。
4. 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。
5. 本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。
6. 本文件起草单位：
7. 本文件主要起草人：
8. 本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：
9. ——2011年首次发布为YS/T 768-2011；

——本次为第一次修订。

引 言

铝电解质是铝电解生产的反应介质，其中氟化锂是铝电解质中的重要组分，其含量影响铝电解生产过程，而氟化锂的含量在铝电解过程会不断累积变化，因此及时准确掌握铝电解质中氟化锂的含量，对指导铝电解生产有着重要的实践意义。另一方面，随着近年来过量铝电解质循环再利用技术的发展及应用，铝电解质逐渐成为进出口贸易商品。与世界其他国家的铝电解质相比，我国的铝电解质中锂含量普遍偏高。铝电解质中锂的主要来源于氧化铝，使用国产矿石生产的氧化铝含锂较高，由于累积效应使得电解质中锂的含量越来越高，而国外的氧化铝含锂极低，国外电解铝生产厂家购买中国的铝电解质加入电解槽以提高锂含量，国内电解铝生产厂家购买国外的铝电解质加入电解槽以降低锂含量。因此在铝电解质进出口贸易过程中，需建立铝电解质中锂含量的测定方法标准。

目前，ISO国际标准及发达国家标准中，均没有铝电解质中锂含量的测定方法，我国现行标准YS/T 768-2011中采用火焰原子吸收分光光度法测定铝电解质中的锂含量，该标准在技术路线上存在以下问题：（1）原标准采用两种方法溶样：方法一使用硫酸溶样，如果样品钙含量较高，可能会形成硫酸钙沉淀，在同时测量样品中钙、锂等含量时，可能会使钙含量检测结果偏低；而且与使用高氯酸溶样相比，在相同的蒸干温度时，使用硫酸溶样须更长时间，因此选择使用高氯酸溶解样品；方法二用盐酸及硼酸溶样，氟硼酸不易挥发，引进了新的杂质。（2）在测定微量锂时，由于锂的原子吸收信号比较弱，容易受到溶液酸度和其它元素的干扰，铝电解质的主要物相组成是冰晶石、亚冰晶石等，含有大量氟、铝、钠等元素，然而原标准中并未在工作曲线溶液配制过程中考虑到基体对锂的吸收干扰。（3）原标准将试样溶解后，根据锂的含量将溶液移入不同体积的容量瓶中定容，然而在实际工作中，并不能预先知道试样中锂的含量，可能造成定容体积不合适需重新溶样的结果。

另外国家对标准编写也提出了新的要求，原标准已不能满足目前分析检测工作的需要。原标准有一个单独编号，现电解质化学分析方法已发布四项系列标准，采用的编号是YS/T 739，因此有必要将锂的分析方法标准纳入YS/T 739系列标准。修订的标准将进一步完善我国铝电解质分析检测标准体系，大大促进我国铝工业生产质量控制和贸易规范化，对我国铝工业的发展起到技术支撑作用。

铝电解质化学分析方法

第5部分：氟化锂含量的测定

火焰原子吸收光谱法

警示—使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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

 本文件规定了铝电解质中氟化锂含量的测定方法。

 本文件适用于铝电解质中氟化锂含量的测定。测定范围：0.010%～12.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

 试料用高氯酸溶解后，加热除去氟，用盐酸溶解沉淀，试液于原子吸收光谱仪波长670.8 nm处，以空气-乙炔火焰测定其吸光度。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确定为分析纯的试剂和符合GB/T 6682要求的三级水。

5.1 高氯酸（ρ 1.67 g/mL）。

5.2 盐酸（1+1）：优级纯。
5.3 锂标准贮存溶液：采用以下任意一种方法进行配制。

5.3.1 称取6.1078 g预先在600 ℃烘干2 h并在干燥器中冷却至室温的氯化锂（基准试剂）或7.9202 g硫酸锂（基准试剂），置于300 mL烧杯中，加入100 mL水溶解后，移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg锂。

5.3.2 称取5.3228 g预先在105 ℃烘干2 h并在干燥器中冷却至室温的碳酸锂（基准试剂），置于300 mL烧杯中，加100 mL水，缓慢加入约30 mL盐酸（5.2）至溶解完全，煮沸3 min～5 min，冷却至室温，移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含有1 mg锂。

5.4 锂标准溶液：移取10.00 mL锂标准贮存溶液（5.3）于250 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含40 μg锂。用时配制。

5.5 基体溶液：称取0.2000 g冰晶石（光谱纯）置于铂皿（6.1）中，以下按8.4.1进行。

6 仪器设备

6.1 铂皿：直径80 mm，高35 mm。

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，凡能达到下列指标均可使用。

 ——特征浓度：在与测量试样的基体相一致的溶液中，锂的特征浓度应不大于0.02 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”浓度标准溶液）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，最高段吸光度差值与最低段吸光度差值之比不小于0.9。

7 试样

样品研磨混匀后通过74 μm标准筛，在110 ℃±5 ℃烘箱中烘干2 h，于干燥器中冷却至室温。

8 实验步骤

8.1 试料

称取0.20 g试样（7），精确至0.0001 g。

8.2 平行试验

 平行做两份试验，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（6.1）中，加入少量水和5 mL高氯酸（5.1），在电炉上低温加热至冒尽白烟，取下稍冷，加入5 mL盐酸（5.2）及30 mL水，加热至盐类全部溶解，冷却至室温，移入200 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

8.4.2 按表1移取试液（8.4.1）于100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

8.4.3 将随同试料所做的空白试验溶液（8.3）及试液（8.4.2）于原子吸收光谱仪波长670.8nm处，用空气—乙炔火焰，以水调零，测量吸光度，从工作曲线上查得相应的锂量。

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  质量分数/％ | 定容体积/mL  |  分取体积/mL | 试液体积/mL  | 补加基体溶液(5.5)体积/mL |
| 0.010 ～6.00 | 200 | 10.00 | 100 | 0 |
| ＞6.00～12.00 |  200 |  5.00 | 100  | 5.0 |

表1

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 移取0 mL，1.00 mL，2.00 mL，3.00 mL，4.00 mL，5.00 mL锂标准溶液（5.4），分别置于一组100 mL容量瓶中，加入10.0 mL基体溶液（5.5），以水稀释至刻度，混匀。

8.5.2 将系列标准溶液（8.5.1）于原子吸收光谱仪波长670.8 nm处，用空气—乙炔火焰，以水调零，分别测定系列标准溶液试液和“零浓度”溶液（不加锂标准溶液者）的吸光度，以锂量为横坐标，吸光度（减去“零浓度”溶液的吸光度）为纵坐标，绘制工作曲线。

9 试验数据的处理

 氟化锂含量以氟化锂的质量分数$w\_{LiF}$计，按公式（1）计算：

$ w\_{LiF}=\frac{m\_{1}·V\_{0}×10^{-6}}{m\_{0}·V\_{1}}×3.737×100\%$ ………………………（1）

 式中：

$m\_{1}$——从工作曲线上查得的锂量，单位为微克（μg）；

$V\_{0}$——试液总体积，单位为毫升（mL）；

$m\_{0}$——试料的质量，单位为克（g）；

$V\_{1}$——移取试液体积，单位为毫升（mL）。

$3.737$——1摩尔锂换算成1摩尔氟化锂的系数。

计算结果表示至小数点后两位有效数字，数值修约按照GB/T 8170的规定执行。

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*）的情况不超过5%。重复性限（*r*）按表2数据采用线性内插法或外延法求得：

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| $w\_{LiF}$/% |  |  |  |
| *r/*% |  |  |  |

表2 重复性限

10.2 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（*R*），超过再现性（*R*）的情况不超过5%。再现性（*R*）按表3数据采用线性内插法或外延法求得：

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| $w\_{LiF}$/% |  |  |  |
| *R/*% |  |  |  |

表3 再现性限

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——所使用的标准（包括发布或出版年号）；

——所使用的方法（如果标准中包括几个方法）；

——结果；

——观察到的异常现象；

——试验日期。