

**GB/T** xxxx-202X

\

发布

国家市场监督管理总局

国家标准化管理委员会

202×-××-××实施

202×-××-××发布

高纯硼酸锂

High purity lithium borate

（讨论稿）

中华人民共和国国家标准

**ICS** 77.150.99

**CCS H** 64

1. 前 言

本标准按照GB/T 1.1-2020给出的规则起草。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

本标准起草单位：成都开飞高能化学工业有限公司、四川省化工质量安全检测研究院，XXXX,XXXX

本标准主要起草人：XXXX,XXXX

本标准为首次发布。

高纯硼酸锂

1. 范围

本标准规定了高纯硼酸锂的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存、质量证明书和订货单（或合同）内容。

本标准适用于作为X射线荧光光谱分析（XRF）、火焰原子吸收光谱分析（AAS）、电感耦合等离子体发射光谱分析（ICP）等仪器分析中作助熔剂用的高纯硼酸锂。

1. 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 191 包装储运图示标志

GB/T 15436 化学试剂 包装及标志

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 1479.1-2011 金属粉末松装密度的测定 第1部分：漏斗法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6284 化工产品中水分测定的通用方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

[GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定](http://lims.gjwhzj.cn/Uploads/CoDFile/GBT%208170-2008%20%E6%95%B0%E5%80%BC%E4%BF%AE%E7%BA%A6%E8%A7%84%E5%88%99%E4%B8%8E%E6%9E%81%E9%99%90%E6%95%B0%E5%80%BC%E7%9A%84%E8%A1%A8%E7%A4%BA%E5%92%8C%E5%88%A4%E5%AE%9A.pdf)

GB/T 9723 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 9739 化学试剂 铁测定通用方法

GB/T 11064-2013 碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法

GB/T 610 化学试剂 砷测定通用方法

1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

* 1. 高纯硼酸锂混合熔剂 high purity lithium borate mixed flux

由高纯四硼酸锂和高纯偏硼酸锂按质量比例组成的混合物。

1. 技术要求
   1. 产品分类

高纯硼酸锂产品根据化学组成分为：高纯四硼酸锂、高纯偏硼酸锂、高纯硼酸锂混合熔剂三类。

* 1. 高纯硼酸锂产品的化学成分应符合表1的规定。

1. 产品化学成分

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 化学成分（质量分数）  % | 产品类别及指标 | | |
| 杂质含量，不大于 | 高纯四硼酸锂 | 高纯偏硼酸锂 | 高纯硼酸锂混合熔剂 |
| 灼烧减量 | 0.40 | | |
| Fe | 0.0005 | | |
| Si | 0.0010 | | |
| P | 0.0005 | | |
| As | 0.0002 | | |
| Al | 0.0005 | | |
| K | 0.0005 | | |
| Na | 0.0005 | | |
| Ca | 0.0010 | | |
| Mg | 0.0005 | | |
| Pb | 0.0002 | | |
| Cu | 0.0005 | | |
| 注1：高纯硼酸锂含量为100%减去表中所列其他元素含量的总和（灼烧减量除外）。 | | | |

4.3 松装密度及外观应符合表2的规定。

表2 松装密度及外观

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 产品类别 | 指标 | |
| 高纯四硼酸锂 | 松装密度 g/cm3 | 外观 |
| 0.5~0.7 | 白色粉末 |
| 0.9~1.5 | 白色颗粒 |
| 高纯偏硼酸锂 | 0.5~0.7 | 白色粉末 |
| 0.9~1.5 | 白色颗粒 |
| 高纯硼酸锂混合熔剂 | 0.5~0.7 | 白色粉末 |
| 0.9~1.5 | 白色颗粒 |
| 注2：珠状产品粒径要求及测定方法根据供需双方进行约定 | | |

5 试验方法

5.1 安全提示

**本试验方法中使用的部分试剂具有毒性和腐蚀性，一些试验过程中可能导致危险情况，操作者应采取适当的安全和防护措施。**

* 1. 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682中规定的二级水。试验中所用杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按GB/T 602和GB/T 603的规定制备，本标准所测项目的计算结果均保留两位有效数字，按GB/T 8170的规定修约。

* 1. 鉴别

将试样置于玛瑙研钵中研磨后倾入样品槽中制备样品，按照X射线衍射仪的操作要求进行测定，调节衍射仪增益使被测晶面衍射峰高度在记录范围内达到最大值，测定晶面特征衍射的面间距和吸收峰强度应与谱图库中四硼酸锂或偏硼酸锂相符。

* 1. 灼烧减量的测定
     1. 方法提要

试料在650℃±10℃的箱式电阻炉中灼烧至质量恒定，根据试料灼烧前后的质量确定灼烧减量。

5.4.2 仪器设备

5.4.2.1 瓷坩埚：50ml。

5.4.2.2 箱式电阻炉。

5.4.3 分析步骤

用已在650℃±10℃恒重的瓷坩埚，称取约10.0g试样，精确至0.0001g，置于箱式电阻炉中，在650℃±10℃灼烧至质量恒定。

5.4.4 分析结果计算

灼烧减量的含量以质量分数*w*1计，数值以%表示，按式（1）计算：

(1)

式中：

m1——灼烧前试样与瓷坩埚的总质量，单位为克（g）；

m2——灼烧后试样与瓷坩埚的总质量，单位为克（g）；

m0——瓷坩埚的质量,单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

* 1. 铁含量的测定

5.5.1 邻二氮杂菲分光光度法（方法一）

5.5.1.1 方法提要

试料以盐酸溶解，用抗坏血酸使铁（Ⅲ）还原成铁（Ⅱ），在pH3.5的乙酸盐缓冲介质中，铁（Ⅱ）与邻二氮杂菲形成橙红色络合物，于分光光度计波长510nm处测量其吸光度。

5.5.1.2 试剂

5.5.1.2.1 盐酸（1+1），优级纯 。

5.5.1.2.2 铁标准贮存溶液：采用有效期内有证书的铁标准贮存溶液，此溶液1mL含100μg铁。

5.5.1.2.3 铁标准溶液：移取5.00mL铁标准贮存溶液（5.5.1.2.2），置于100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀，此溶液1mL含5μg铁。

5.5.1.3 仪器和设备

分光光度计，3cm比色皿。

5.5.1.4 分析步骤

5.5.1.4.1 试料

称取0.5g试样,精确至0.0001g。

5.5.1.4.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

5.5.1.4.3 空白试验

随同试样做空白试验。

5.5.1.4.4 测定

将试料（5.5.1.4.1）置于50mL玻璃烧杯中，加入10mL水，低温加热滴加盐酸(5.5.1.2.1)至试样完全溶解，取下用少量水冲洗杯壁，冷却至40℃～50℃，转移至25mL容量瓶中。以下按GB/T 11064.7-2013中6.4.3~6.4.5进行。

5.5.1.4.5 铁工作曲线绘制

移取0.00mL、0.20mL、0.40mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL铁标准溶液（5.5.1.2.3）于一组25mL容量瓶中，以水稀释至10mL，加入1滴盐酸（5.5.1.2.1）。以下按GB/T 11064.7-2013中6.4.3和6.5.2进行。

5.5.1.4.6 分析结果计算

铁的含量以质量分数*w2*计，数值以%表示，按式(2)计算：

(2)

式中：

m1——从工作曲线上查得的试液中的铁量，单位为微克（μg）；

m0——从工作曲线上查得的空白溶液中的铁量，单位为微克（μg）；

m——试样的质量，单位为克（g）。

5.5.2 电感耦合等离子体原子发射光谱法（方法二）

5.5.2.1 方法提要

试样用硝酸溶解，在硝酸介质中，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，采用标准加入法测定铁的含量。

5.5.2.2 试剂

* + - * 1. 硝酸(1＋1),优级纯。
      1. 仪器和设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

氩气[Ф(Ar≥99.99%]。

5.5.2.4 分析步骤

5.5.2.4.1 试样

称取2.5试样，精确到0.0001g。

5.5.2.4.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

5.5.2.4.3 空白试验

随同试样做空白试验。

5.5.2.4.4 测定

将试料（5.5.2.4.1）置于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入50mL水，加入10mL硝酸(5.5.2.2.1)，加热溶解完全后加水至80mL，冷却至室温，移入100ml塑料容量瓶，以水稀释至刻度，摇匀。

5.5.2.4.5 铁工作曲线的绘制

分别移取4份20mL试液（5.5.2.4.4）置于25mL的塑料容量瓶中，依次加入0.00mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL铁标准溶液（5.5.1.2.3），以水稀释至刻度，摇匀。在电感耦合等离子体发射光谱仪上，将仪器调至最佳状态，以水调零，在推荐波长259.939nm处按浓度递增顺序测量其光谱强度。

以铁含量为横坐标，光谱强度为纵坐标作图，将所作出的直线向下延长至与横坐标轴相交，该交点与坐标原点间的距离，为测量试液中铁的量。

5.5.2.4.6 分析结果计算

铁的含量以质量分数*w3*计，数值以%表示，按式（3）计算：

(3)

式中：

m1——试液中测得的铁量，单位为微克（μg）；

m0——空白溶液中测得的铁量，单位为微克（μg）；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

V——试液的总体积，单位毫升（mL）；

V1——分取试液的体积，单位毫升（mL）。

5.6 硅含量的测定

5.6.1 方法提要

试样以盐酸溶解，在弱酸性介质中硅与钼酸铵形硅钼黄杂多酸，以硫酸、草酸消除磷和砷的干扰，用抗坏血酸将硅钼黄还原为硅钼蓝，于分光光度计波长800nm处测量其吸光度。

* + 1. 试剂

5.6.2.1 盐酸（1+1），优级纯。

* + - 1. 硫酸 (3+97)，优级纯。
      2. 氨水（1+1），优级纯。
      3. 无水碳酸钠，优级纯。
      4. 对硝基酚指示剂，2g/L。
      5. 硅标准贮存溶液: 采用有效期内有证书的硅标准贮存溶液，此溶液1mL含100μg硅。
      6. 硅标准溶液：移取5.00mL硅标准贮存溶液（5.6.2.6）于100mL塑料容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，此溶液1mL含5μg硅。

注3：以上试剂均需贮存于塑料瓶中。

* + 1. 仪器和设备

分光光度计，3cm比色皿。

* + 1. 分析步骤
       1. 试料

称取0.5g试样，精确至0.0001g。

* + - 1. 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

* + - 1. 空白试验

随同试样做空白试验。

* + - 1. 测定

将试样（5.6.4.1）置于50mL聚四氟乙烯烧杯中，加入12mL水，低温加热滴加盐酸（5.6.2.1）至试样完全溶解，少量水冲洗杯壁，冷却至40℃～50℃。加入2滴对硝基酚指示剂(5.6.2.5)，用氨水（5.6.2.3）调至试液呈黄色，用硫酸(5.6.2.2)调至无色并过量3mL，转移至50mL塑料容量瓶中。以下按GB/T 11064.8-2013中6.4.3～6.4.5进行。

* + - 1. 硅工作曲线绘制

移取0.00mL、0.20mL、0.40mL、1.00mL、1.50mL、2.00mL硅标准溶液（5.6.2.7），分别置于一组50mL聚四氟乙烯烧杯中，加水至10mL，加入2滴对硝基酚指示剂(5.6.2.5)，用硫酸(5.6.2.2)调至无色并过量3mL，以下按GB/T 11064.8-2013中6.4.3和6.5.2进行。

* + - 1. 分析结果计算

硅的含量以质量分数*w*4计，数值以%表示，按式（4）计算：

(4)

式中：

m1——从工作曲线上查得的试液中的硅量，单位为微克（μg）；

m0——从工作曲线上查得的空白溶液中的硅量，单位为微克（μg）；

m——试样的质量，单位为克（g）。

* 1. 磷含量的测定
     1. 方法提要

试样用稀硫酸溶解，在H+浓度为0.4mol/L～1.4mol/L溶液中，钼酸铵与磷生成磷钼黄，用抗坏血酸—氯化亚锡将磷钼黄还原为磷钼蓝，于分光光度计波长710nm处测量其吸光度。

* + 1. 试剂

5.7.2.1 氨水（1+1），优级纯。

* + - 1. 硫酸（1+4），优级纯。

5.7.2.3 抗坏血酸-氯化亚锡溶液：称取3g抗坏血酸和0.05g氯化亚锡于100mL烧杯中，加水溶解完全，移入100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。

* + - 1. 钼酸铵溶液，50g/L，（必要时过滤），贮存于塑料瓶中。
      2. 对硝基酚指示剂，2g/L。
      3. 酒石酸，25g/L
      4. 磷标准贮存溶液：采用有效期内有证书的磷标准贮存溶液，此溶液1mL含1mg磷。
      5. 磷标准溶液：移取0.50mL磷标准贮存溶液(5.7.2.7)于100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含5ug磷。
    1. 仪器和设备

分光光度计,2cm比色皿。

* + 1. 分析步骤

5.7.4.1 试料

称取1.0g试样，精确至0.0001g。

5.7.4.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

5.7.4.3 空白试验

随同试样做空白试验。

5.7.4.4 测定

将试样（5.7.4.1）置于100mL烧杯中，加入20 mL水，低温加热，滴加硫酸(5.7.2.2)至试样溶解完全并煮沸，少量水冲洗杯壁，冷却至40℃～50℃，加入2滴对硝基酚指示剂（5.7.2.5），用氨水（5.7.2.1） 调至黄色，用硫酸(5.7.2.2)调至无色并过量6.0mL，加入4.0mL钼酸铵溶液(5.7.2.4)，静置5min 。加入1.0 mL酒石酸（5.7.2.6），静置3min 。加入2.0 mL抗坏血酸—氯化亚锡溶液(5.7.2.3)，转移至50mL容量瓶中，每加入一种试剂均需摇匀，以水稀释至刻度，摇匀，静置10min。将部分溶液移入2cm比色皿中，以水为参比，于分光光度计波长710nm处，测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的磷量。

* + - 1. 磷工作曲线绘制

移取0.00mL、0.20mL、0.40mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL磷标准溶液（5.7.2.8）依次置于一组50mL容量瓶中，加入25mL水，加入6.0 mL硫酸(5.7.2.2)，加入4.0mL钼酸铵溶液(5.7.2.4)，静置5min。加入1.0 mL酒石酸（5.7.2.6），静置3 min。加入2.0 mL抗坏血酸—氯化亚锡溶液(5.7.2.3)，每加入一种试剂均需摇匀，以水稀释至刻度，摇匀，静置10min。将部分溶液移入2cm比色皿中，以水为参比，于分光光度计波长710nm处，测量其吸光度。

减去试剂空白的吸光度后，以吸光度为纵坐标，磷量为横坐标绘制工作曲线。

注4：显色温度应在20℃以上。

* + 1. 分析结果计算

磷的含量以质量分数*w5*计，数值以%表示，按式（5）计算：

(5)

式中：

m1——从工作曲线上查得试液中的磷量，单位为微克（μg）；

m0——从工作曲线上查得空白溶液中的磷量，单位为微克（μg）；

m——试样的质量，单位为克（g）。

* 1. 砷含量的测定

5.8.1 方法提要

试样以盐酸溶解，在 1.8mol/L～2.6mol/L盐酸溶液中，用碘化钾和氯化亚锡将As(Ⅴ)还原为As（Ⅲ），加锌粒与酸作用，产生新生态氢，使As（Ⅲ）进一步还原为砷化氢。生成的砷化氢气体被DDTC-Ag三氯甲烷溶液吸收，形成棕红色络合物，于分光光度计波长520nm处测量其吸光度。

5.8.2 试剂

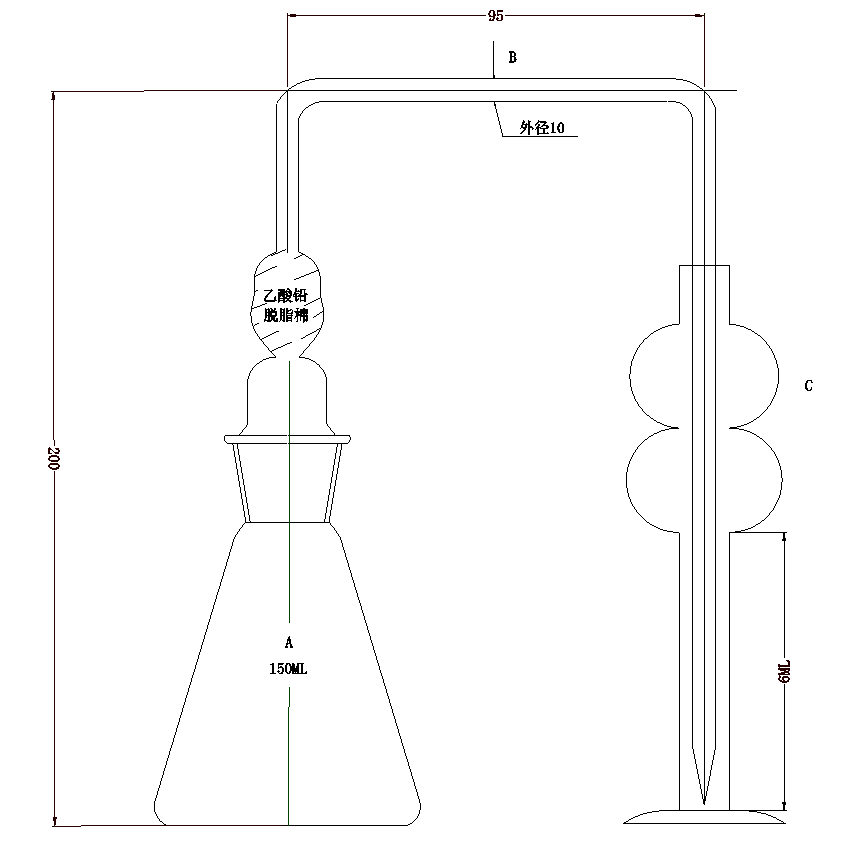
* + - 1. 盐酸，优级纯。
      2. 盐酸（2+1），优级纯。
      3. 硫酸（1+1）。
      4. 氨水（1+1）。
      5. 三氯甲烷。
      6. 三乙醇胺。
      7. 氢氧化钠溶液，50 g/L。
      8. 对硝基酚指示剂，2g/L。
      9. 碘化钾溶液，150g/L。
      10. 氯化亚锡溶液，400g/L：称取100g氯化亚锡于500mL烧杯中，加125mL盐酸(5.8.2.1 )，加热溶解至清亮，转移至250mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。
      11. 无砷锌粒：粒度φ1.5 mm～3 mm。
      12. 乙酸铅棉花：称取10g乙酸铅，溶解于100mL水中，加入2mL冰乙酸，将脱脂棉浸透，在80℃～100℃烘干备用。
      13. 二乙基氨基二硫代甲酸银吸收液（DDTC-Ag），2.5 g/L：称取2.50g二乙基氨基二硫代甲酸银于1000mL棕色磨口瓶中，加入970mL三氯甲烷（5.9.2.5），30mL三乙醇胺（5.8.2.6），振荡至溶解，静置24h后干过滤，溶液贮存于棕色瓶中，置于阴凉处。如出现黑色析出物时溶液不可继续使用。

5.8.2.14 砷标准贮存溶液：采用有效期内有证书的砷标准贮存溶液，此溶液1mL含100μg砷。

* + - 1. 砷标准溶液：移取1.00mL砷标准贮存溶液(5.8.2.14)，置于100mL容量瓶中，加入了1.0mL硫酸（5.8.2.3），以水稀释至刻度，摇匀，此溶液1mL含1μg砷，用时现配。
    1. 仪器和设备

5.8.3.1 分光光度计，2cm比色皿。

5.8.3.2 测砷装置（见图1）



图一

* + 1. 分析步骤

5.8.4.1 试料

称取1.0g试样，精确至0.0001g。

* + - 1. 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

* + - 1. 空白试验

随同试验样做空白试验。

* + - 1. 测定

将试样（5.8.4.1）置于150mL锥形瓶中，加入20mL水，1滴对硝基酚指示剂（5.8.2.8），低温加热滴加盐酸(5.8.2.2)至试样溶解完全，冷却至40℃～50℃，用氨水（5.8.2.4）中和至黄色，再以盐酸(5.8.2.2)调至黄色刚好消失并过量13mL，加入2mL碘化钾溶液(5.8.2.9)，静置2min。加入2mL氯化亚锡溶液(5.8.2.10)，加水至50mL,静置15min。加入4g无砷锌粒(5.8.2.11)于锥形瓶中，立即塞上装有乙酸铅脱脂棉 (5.8.2.12)的导气管（B），并使(B)的尖端插入盛有6.0mL DDTC-Ag溶液(5.8.2.13)和0.5mL三氯甲烷（5.8.2.5）的吸收管中（C），室温下反应40min～50min，取下吸收管（C），用三氯甲烷（5.8.2.5）稀释至6.0mL。(注：室温高于25℃时三角瓶置于冷水浴中，室温低于15℃时，吸收管置于25℃温水浴中）。将部分溶液移入洁净干燥的2cm比色皿中，于分光光度计波长520nm处，以三氯甲烷（5.8.2.5）为参比，测量其吸光度。从工作曲线上查出相对应的砷量。

* + - 1. 砷工作曲线绘制

移取0.00mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL砷标准溶液(5.8.2.15)，分别置于一组150mL锥形瓶中，加入13mL盐酸（5.8.2.2），20mL水，加入2mL碘化钾溶液(5.8.2.9)，静置2min，加入2mL氯化亚锡溶液(5.8.2.10)，加水至50mL，静置15min。加入4g无砷锌粒(5.8.2.11)于锥形瓶中，立即塞上装有乙酸铅脱脂棉 (5.8.2.12)的导气管（B），并使(B)的尖端插入盛有6.0mL DDTC-Ag溶液(5.8.2.13)和0.5mL三氯甲烷（5.8.2.5）的吸收管中（C），室温下反应40min～50min，取下吸收管（C），用三氯甲烷（5.8.2.5）稀释至6.0mL。(注：室温高于25℃时三角瓶置于冷水浴中，室温低于15℃时，吸收管置于25℃温水浴中）。将部分溶液移入洁净干燥的2cm比色皿中，于分光光度计波长520nm处，以三氯甲烷（5.8.2.5）为参比，比测量其吸光度。

减去试剂空白的吸光度后，以砷量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

* + 1. 分析结果计算

砷的含量以质量分数*w6*计，数值以%表示，按式（6）计算：

 (6)

式中：

m1——从工作曲线上查得的试液中的砷量，单位为微克（μg）；

m0——从工作曲线上查得的空白溶液中的砷量，单位为微克（μg）；

m——试样的质量，单位为克（g）。

5.9 铝含量的测定

5.9.1 铬天青S-溴化十六烷基吡啶分光光度法（方法一）

5.9.1.1 方法提要

试样用盐酸溶解，以硼酸、锌-乙二胺四乙酸二钠作掩蔽剂，在pH5.9的六次甲基四胺缓冲溶液中，铝与铬天青S-溴化十六烷基吡啶形成络合物，于分光光度计波长630nm处测量其吸光度。

* + - 1. 试剂

5.9.1.2.1 盐酸（1+1），优级纯 。

* + - * 1. 硫酸（1+1），优级纯。
        2. 铝标准贮存溶液：采用有效期内有证书的铝标准贮存溶液，此溶液1mL含100μg铝。
        3. 铝标准溶液：移取1.00mL铝标准贮存溶液（5.9.1.2.3）于100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1μg铝。用时现配。

5.9.1.3 仪器和设备

分光光度计，1cm比色皿。

5.9.1.4 分析步骤

5.9.1.4.1 试料

称取0.5g试样，精确至0.0001g。

* + - * 1. 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

* + - * 1. 空白试验

随同试样做空白试验。

* + - * 1. 测定

将试样（5.9.1.4.1）置于50mL石英烧杯中，加少量水湿润试样，加4.0mL盐酸（5.9.1.2.1），低温加热至试样完全溶解，蒸至近干，取下冷却后加入2.0mL硫酸（5.9.1.2.2），蒸发至硫酸烟冒尽，稍冷却，热水冲洗杯壁，低温加热至盐类溶解完全，移入50mL比色管中，加水至20mL。以下按GB/T 11064.13-2013中6.4.3进行。将部分溶液移入1cm比色皿中，以水为参比，于分光光度计波长630nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相对应的铝量。

* + - * 1. 铝工作曲线绘制

移取0.00mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL、6.00mL铝标准溶液(5.9.1.2.4)分别置于一组50mL比色管，以水稀释至20mL。以下按GB/T 11064.13-2013中6.4.3进行。

将部分溶液移入1cm比色皿中，以水为参比，于分光光度计波长630nm处测量其吸光度。减去试剂空白的吸光度后，以铝量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

* + - * 1. 分析结果计算

铝的含量以质量分数*w*7计，数值以%表示，按式（7）计算：

(7)

式中：

m1——从工作曲线上查得的试液中的铝量，单位为微克（μg）；

m0——从工作曲线上查得的空白溶液中的铝量，单位为微克（μg）；

m——试样的质量，单位为克（g） 。

5.9.2 电感耦合等离子体原子发射光谱法（方法二）

5.9.2.1 方法提要

试样用硝酸溶解，在硝酸介质中，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，采用标准加入法测定铝的含量。

5.9.2.2 试剂

5.9.2.2.1 硝酸(1＋1)，优级纯。

5.9.2.2.2 铝标准溶液：移取10.00mL铝标准贮存溶液（5.9.1.2.3）于100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含10μg铝。

5.9.2.3 仪器和设备

电感耦合等离子体发射光谱仪；

氩气[Ф(Ar≥99.99%]；

5.9.2.4 分析步骤

5.9.2.4.1 试样

称取2.5g试样，精确到0.0001g。

5.9.2.4.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

5.9.2.4.3 试验

随同试样做空白试验。

5.9.2.4.4 测定

将试料（5.9.2.4.1）置于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入50mL水，加入10mL硝酸(5.9.2.2.1)，加热溶解完全后加水至80mL，冷却至室温，移入100ml塑料容量瓶，以水稀释至刻度，摇匀。

5.9.2.4.5 铝工作曲线的绘制

分别移取4份20mL试液（5.9.2.4.4）置于25mL的塑料容量瓶中，依次加入0.00mL、0.25mL、0.50mL、1.00mL铝标准溶液（5.9.2.2.2），以水稀释至刻度，摇匀。在电感耦合等离子体发射光谱仪上，将仪器调至最佳状态，以水调零，在推荐波长396.153nm处按浓度递增顺序测量其光谱强度。

以铝含量为横坐标，光谱强度为纵坐标作图，将所作出的直线向下延长至与横坐标轴相交，该交点与坐标原点间距离，为测量试液中铝的量。

5.5.2.4.6 分析结果计算

铝的含量以质量分数*w8*计，数值以%表示，按式（8）计算：

(8)

式中：

m1——试液中测得的铝量，单位为微克（μg）；

m0——空白溶液中测得的铝量，单位为微克（μg）；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

V——试液的总体积，单位毫升（mL）；

V1——分取试液的体积，单位毫升（mL）。

5.10 钠、钾含量的测定

5.10.1 火焰原子吸收光谱法(方法一)

5.10.1.1 方法提要

试样以盐酸溶解，在盐酸介质中，于火焰原子吸收光谱仪波长589.0nm和766.5nm处，用空气—乙炔火焰，标准加入法进行测定。

5.10.1.2 试剂

5.10.1.2.1 盐酸（1+1）。

* + - * 1. 钠标准贮存溶液：采用有效期内有证书的钠标准贮存溶液，此溶液1mL含100μg钠。
        2. 钾标准贮存溶液：采用有效期内有证书的钾标准贮存溶液，此溶液1mL含100μg钾。

5.10.1.2.4 钠、钾混合标准溶液：分别移取5.00mL钠标准贮存溶液(5.10.1.2.2)、钾标准贮存溶液(5.10.1.2.3)于50mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀，此溶液1mL含钠、钾各10μg，贮存于塑料瓶中。

5.10.1.3 仪器和设备

原子吸收光谱仪，附钠、钾空心阴极灯。

* + - 1. 分析步骤

5.10.1.4.1 试料

称取2.5g试样，精确至0.0001g。

5.10.1.4.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

5.10.1.4.3 空白试验

随同试样做空白试验。

5.10.1.4.4 测定

将试料（5.10.1.4.1）置于50mL聚四氟乙烯烧杯中，加入50mL水，低温加热，滴加盐酸（5.10.1.2.1）至试样溶解完全（盐酸用量约4 mL～7 mL ）,加水至80mL，将试液移入100mL塑料容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。

5.10.1.4.5 工作曲线绘制

分别移取4份20.00mL试液（5.10.1.4.4.）置于50mL塑料容量瓶中，依次加入0.00mL、0.25mL、0.50mL、1.00mL钠、钾混合标准溶液（5.10.1.2.4），以水稀释至刻度，摇匀。将试液于原子吸收光谱仪波长589.0nm和766.5nm处，用空气-乙炔火焰，在仪器最佳条件下，以水调零，按浓度递增顺序测量其吸光度。取三次测量平均值。

以含钠（钾）量为横坐标，吸光度为纵坐标作图，将所作出的直线向下延长至与横坐标轴相交，该交点与坐标原点之间的距离，为测量试液中钠（钾）的量。

5.10.1.5 分析结果计算

钠（钾）的含量以钠（钾）质量分数*w9*计，数值以%表示，按式（9）计算：

(9)

式中：

m1——试液中钠（钾）的量，单位为微克（μg）；

m0——空白溶液中钠（钾）的量，单位为微克（μg）；

m——试样的质量，单位为克（g）

V——试液的总体积，单位毫升（mL）。

V1——移取试液的体积，单位毫升（mL）。

5.10.2 电感耦合等离子体原子发射光谱法（方法二）

5.10.2.1 方法提要

试样用硝酸溶解，在硝酸介质中，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，标准加入法测定钠（钾）含量。

5.10.2.2 试剂

5.10.2.2.1 硝酸(1＋1)，优级纯。

5.10.2.3 仪器和设备

电感耦合等离子体发射光谱仪；

氩气[Ф(Ar≥99.99%]；

5.10.2.4 分析步骤

5.10.2.4.1 试样

称取2.5g试样，精确到0.0001g。

5.10.2.4.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

5.10.2.4.3 空白试验

随同试样做空白试验。

5.10.2.4.4 测定

将试料（5.10.2.4.1）置于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入50mL水，加入10mL硝酸(5.10.2.2.1)，加热溶解完全后加水至80mL，冷却至室温，移入100ml塑料容量瓶，以水稀释至刻度，摇匀。

5.10.2.4.5 工作曲线的绘制

分别移取4份20mL试液（5.10.2.4.4）置于25mL的塑料容量瓶中，依次加入0.00mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL钠、钾混合标准溶液（5.10.1.2.4），以水稀释至刻度，混匀。在电感耦合等离子体发射光谱仪上，将仪器调至最佳状态，以水调零，在推荐波长钠（589.592nm）和钾（766.490）nm处按浓度递增顺序测量其光谱强度。

以钠（钾）含量为横坐标，光谱强度为纵坐标作图，将所作出的直线向下延长至与横坐标轴相交，该交点与坐标原点间距离，为测量试液中钠（钾）的量。

5.10.2.4.6 分析结果计算

钠（钾）元素的含量以质量分数*w10*计，数值以%表示，按式（10）计算：

(10)

式中：

m1——试液中测得的钠（钾）量，单位为微克（μg）；

m0——空白溶液中测得的钠（钾）量，单位为微克（μg）；

m ——试样的质量，单位为克（g）。

V——试液的总体积，单位毫升（mL）。

V1——分取试液的体积，单位毫升（mL）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.11 钙、镁、铅、铜含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

* + 1. 方法提要

试样用硝酸溶解，在硝酸介质中，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，标准加入法测定待测元素的含量。

* + 1. 试剂
       1. 硝酸，优级纯。
       2. 盐酸，优级纯。

5.11.2.3 硝酸 (1＋1)，优级纯。

5.11.2.5 钙标准贮存溶液：采用有效期内有证书的钙标准贮存溶液，此溶液含1mL含1mg钙。

* + - 1. 镁标准贮存溶液: 采用有效期内有证书的镁标准贮存溶液，此溶液含1mL含1mg镁。
      2. 铅标准贮存溶液：采用有效期内有证书的铅标准贮存溶液，此溶液含1mL含1mg铅。
      3. 铜标准贮存溶液：采用有效期内有证书的铜标准贮存溶液，此溶液含1mL含1mg铜。
      4. 钙、镁、铅、铜混合标准溶液：分别移取1.00 mL钙（5.11.2.5）、镁（5.11.2.6）、铅（5.11.2.7）、铜（5.11.2.8）标准贮存溶液于100 mL容量瓶中，加人5 mL硝酸(5.11.2.3)，以水稀释至刻度，摇匀，此溶液1mL含钙、镁、铅、铜各10μg。

5.11.3 仪器和设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

氩气 [Ф(Ar≥99.99%]。

推荐波长见表3。

表3

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 波长/nm |
| Ca | 396.847 |
| Mg | 280.271 |
| Pb | 220.353 |
| Cu | 327.393 |

5.11.4 分析步骤

5.11.4.1 试样

称取2.5试样，精确到0.0001g。

5.11.4.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

5.11.4.3 空白试验

随同试样做空白试验。

5.11.4.4 测定

将试料（5.11.4.1）置于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入50mL水，加入10mL硝酸(5.11.2.3)，加热溶解完全后加水至80mL，冷却至室温，移入100mL塑料容量瓶，以水稀释至刻度，摇匀。

5.11.4.5 工作曲线的绘制

分别移取4份20mL试液（5.11.4.4）置于25mL的塑料容量瓶中， 依次加入混合标准溶液（5.11.2.9）0.00mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL，以水稀释至刻度，混匀。在电感耦合等离子体发射光谱仪上，将仪器调至最佳状态，以水调零，在推荐波长处（见表3），按浓度递增顺序测量其光谱强度。

以被测元素含量为横坐标，光谱强度为纵坐标作图，将所作出的直线向下延长至与横坐标轴相交，该交点与坐标原点间距离，为测量试液中被测元素的量。

5.11.4.6 分析结果计算

被测元素的含量以质量分数*w10*计，数值以%表示，按式（10）计算：

(10)

式中：

m1——试液中测得被测元素的量，单位为微克（μg）；

m0——空白溶液中测得被测元素的量，单位为微克（μg）；

m ——试样的质量，单位为克（g）。

V——试液的总体积，单位毫升（mL）。

V1——移取试液的体积，单位毫升（mL）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.12 松装密度

按GB/T 1479.1-2011规定的测定方法选用孔径为5mm的漏斗进行测定。

1. 检验规则
   1. 组批

本标准要求中规定的所有指标项目为出厂检验项目，应逐项按批检验。每批由同一生产方法、同一规格的产品组成，每批产品的重量不得超过500kg。

* 1. 采样
     1. 采样数量

按GB/T 6678中规定确定采样单元数。

* + 1. 采样方法

采用不锈钢勺或硬聚乙烯取样器，取样器沿瓶中心插至瓶2/3处，每次采取不少于20g的样品，每批采样总量不少于300g，在混样瓶中混匀后，按四分法缩分至约200g，分装于两个清洁、干燥、带内盖的聚乙烯瓶，瓶上贴标签，注明产品名称、规格、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验，另一瓶密封保存备查。

* 1. 判定规则

若所有指标检验合格,则判定该批产品合格；若检验结果中有一项指标不合格，则应重新自同批次产品中加倍单元数采样，对不合格项进行复检，若复检合格，则该批产品合格；若复检不合格，则该批产品不合格。

1. 标志及质量证明书
   1. 高纯硼酸锂包装上应贴清晰的标志。内容包括：
   2. 供方名称、厂址；
   3. 产品名称；
   4. 商标；
   5. 规格；
   6. 净含量；
   7. 批号；
   8. 本标准编号及GB/T 191中规定的“怕晒”、“怕雨”标志。
   9. 质量证明书

每批产品应附有质量证明书。内容包括：

* + - * 1. 供方名称；
        2. 产品名称;
        3. 产品批号；
        4. 产品规格；
        5. 净含量；
        6. 生产日期、有效日期、报告日期；
        7. 各项分析检测结果、检验结论及检验部门签章。

1. 包装、运输、贮存
   1. 包装

高纯硼酸锂用洁净带内盖的聚乙烯瓶盛装，净重250g、500g、1000g、2000g。外包装采用纸箱，每箱净含量5kg、10kg、20kg，或根据用户要求协商确定包装净含量和包装方式。

8.2 运输

搬运时应小心轻放，运输中车辆保持清洁，注意防潮，防破损。

8.3 贮存

产品应贮存于阴凉、通风、干燥（温度25℃～35℃，湿度40%～50%））的仓库，防雨淋、日晒。粉末状产品存放期不宜超过一年，珠状产品存放期不宜超过两年。

1. 订货单（或合同）内容

需方可根据自身的需要，在订购本文件所列产品的订单内，列出如下内容：

a)产品名称；

b)产品规格；

c)净含量；

d)包装方式；

e)其他。