《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 第16部分：钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝、铁、硫含量的测定 电感耦合等离子原子发射光谱法》

编制说明

（预审稿）

**（国家标准编制说明）**

《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 第16部分：钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝、铁、硫含量的测定 电感耦合等离子原子发射光谱法》编制组

主编单位：天齐锂业股份有限公司

2022年7月13日

**目录**

[一、 工作简况 1](#_Toc103679232)

[1.任务来源 1](#_Toc103679233)

[1.1计划批准文件名称、文号及项目编号、项目名称、计划完成年限、项目名称更改说明、 编制组成员（单位） 1](#_Toc103679234)

[1.2项目编制组单位变化情况 1](#_Toc103679235)

[2. 起草和验证单位简介 1](#_Toc103679236)

[2.1 起草单位 1](#_Toc103679237)

[2.2 验证单位 1](#_Toc103679238)

[2.3 主要工作成员所负责的工作情况 2](#_Toc103679239)

[3.主要工作过程 2](#_Toc103679240)

[3.1立项阶段 2](#_Toc103679241)

[3.2起草阶段 2](#_Toc103679242)

[3.3征求意见阶段 4](#_Toc103679243)

[3.4审查阶段 4](#_Toc103679244)

[二、标准编制原则 4](#_Toc103679245)

[三、标准主要内容的确定依据及主要试验和验证情况分析 4](#_Toc103679246)

[1．本标准在内容修订时主要编制依据 4](#_Toc103679247)

[2. 标准制定的主要内容 4](#_Toc103679248)

[2.1 对“测定元素”进行了修订 4](#_Toc103679249)

[2.2 对“试剂”进行了修订 4](#_Toc103679250)

[3. 起草单位天齐锂业股份有限公司试验报告 4](#_Toc103679251)

[3.1测定范围的确定 4](#_Toc103679252)

[3.2方法的确定 5](#_Toc103679253)

[3.3方法提要的确定 5](#_Toc103679254)

[3.4试剂或材料的确定 5](#_Toc103679255)

[3.5仪器的确定 5](#_Toc103679256)

[3.6样品的确定 5](#_Toc103679257)

[3.7仪器条件的确定 6](#_Toc103679258)

[3.8试验条件的确定 6](#_Toc103679259)

[3.8.1标准溶液曲线配制方式的确定 6](#_Toc103679260)

[3.8.2硝酸、盐酸对结果的影响试验 7](#_Toc103679261)

[3.8.3基体浓度试验 10](#_Toc103679262)

[3.8.4检测下限 15](#_Toc103679263)

[3.9 方法准确性 15](#_Toc103679264)

[3.10 方法精密度试验 17](#_Toc103679265)

[3.11一验单位实验数据 21](#_Toc103679266)

[3.12二验单位实验数据 21](#_Toc103679267)

[四、标准中涉及专利的情况 21](#_Toc103679268)

[五、预期达到的社会效益等情况 21](#_Toc103679269)

[1. 项目的必要性简述 21](#_Toc103679270)

[2. 项目的可行性简述 21](#_Toc103679271)

[3. 标准的先进性、创新性、标准实施后预期产生的经济效益和社会效益 21](#_Toc103679272)

[六、采用国际标准和国外先进标准的情况 22](#_Toc103679273)

[七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性国家标准的协调配套情况 22](#_Toc103679274)

[八、重大分歧意见的处理经过和依据 22](#_Toc103679275)

[九、标准性质的建议说明 22](#_Toc103679276)

[十、贯彻标准的要求和建议措施 22](#_Toc103679277)

[十一、废止现行相关标准的建议 22](#_Toc103679278)

[十二、其他应予说明的事项 22](#_Toc103679279)

[十三、参考资料清单 22](#_Toc103679280)

# 工作简况

## 1.任务来源

### 1.1计划批准文件名称、文号及项目编号、项目名称、计划完成年限、项目名称更改说明、 编制组成员（单位）

根据国家标准化管理委员会下达的《国家标准化管理委员会关于下达2021年推荐性国家标准修订计划及相关标准外文版计划的通知》(国标委发 [2021]19号)，有色金属国家标准GB/T 11064—2013《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 第16部分：钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》，计划号为：20211910-T-610，技术归口单位是全国有色金属标准化技术委员会，由天齐锂业股份有限公司牵头起草修订，完成年限2023年。

参加本标准起草的单位有江西赣锋锂业有限公司、宜春银锂新能源有限责任公司、雅化锂业（雅安）有限公司、新疆有色金属研究所、江西东鹏新材料有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、江西省锂电产品质量监督检验中心等单位。

### 1.2项目编制组单位变化情况

编制过程中项目编制组单位无变化。

## 2. 起草和验证单位简介

### 2.1 起草单位

天齐锂业是全球领先的锂产品供应商，为深圳证券交易所上市企业（SZ.002466），业务包括锂矿资源开发、锂产品加工、锂矿贸易三大板块。在中国四川、重庆、江苏、香港和澳大利亚、智利等地设立生产、资源基地或分支机构，客户遍及全球。

天齐锂业股份有限公司在本标准的编制过程中，积极主动收集国内的碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂厂商对钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝量的测定方法，并参考下游客户的分析方法，制定出本标准征求意见稿。在本标准完善过程中，组织完成试验报告，并向相关验证单位提供样品，收集验证单位的试验数据，同时带领编制组成员单位认真细致修改标准文本，征求多家企业的修改意见，最终完成标准的编制工作。

### 2.2 验证单位

一验单位江西赣锋锂业股份有限公司、宜春银锂新能源有限责任公司负责对试验报告中的条件试验及精密度试验进行验证工作，并提供一验报告。

二验单位国合通用（青岛）测试评价有限公司、雅化锂业（雅安）有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、宜春银锂新能源有限责任公司、新疆有色金属研究所、江西九岭锂业股份有限公司负责对试验报告中的精密度试验进行验证工作，并提供二验报告。

### 2.3 主要工作成员所负责的工作情况

本标准主要起草人及工作职责见表1。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 序号 | 起草人姓名 | 工作职 责 |
| 1 | 张江峰 | 负责方案制定、组织协调、主持标准条款编写、标准技术内容的审核、把关等。 |
| 2 | 涂明江、张炳元、杜明泽 | 负责方案制定、组织协调、主持标准条款编写、标准技术内容的审核、把关等。 |
| 3 | 龙海燕、何兰、梁善 | 协助标准研制的组织协调，完成分析试验。参与试验报告、标准文本及编制说明的编写。 |
| 4 | XXXX | 参与标准调研、分析方法的验证等。 |
| 5 | XXXX | 参与标准调研、分析方法的验证等。 |
| 6 | XXXX | 参与标准调研、分析方法的验证等。 |
| 7 | XXXX | 参与标准调研、分析方法的验证等。 |
| 8 | XXXX | 参与标准调研、分析方法的验证等。 |
| 9 | XXXX | 参与标准调研、分析方法的验证等。 |
| 10 | XXXX | 参与标准调研、分析方法的验证等。 |

## 3.主要工作过程

本标准由天齐锂业股份有限公司负责起草。本标准的编制经过了以下几个阶段：

## 3.1立项阶段

2021年10月，由全国有色金属标准化技术委员会组织，在江苏常州召开了标准工作会议。来自天齐锂业股份有限公司、江西赣锋锂业股份有限公司、宜春银锂新能源有限责任公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、江西省锂电产品质量监督检验中心、广东邦普循环科技有限公司、四川致远锂业有限公司、雅化锂业（雅安）有限公司、新疆有色金属研究所、江西东鹏新材料有限责任公司等单位参加了会议，会议落实了GB/T11064《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 第16部分：钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》国家标准修订任务。

## 3.2起草阶段

1. 2021年11月，我司接到标准修订任务，组成了GB/T11064《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 第16部分：钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝、铁、硫含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》国家标准修订小组，并明确了工作职责和任务。
2. 2022年1-4月，标准修订小组组织公司内部进行讨论，针对碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂产品中钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝、铁、硫杂质含量情况确定试验方案，并对于后续的精密度测试确定为分别向碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂试样中加入不同梯度的杂质元素标液进行试验，最后完成试验报告，同时寄送样品由相关一验、二验单位完成验证试验，收集数据后形成讨论稿。
3. 2022年5月5号，由全国有色金属标准化技术委员会组织，召开了本标准的网络讨论会议，来自天齐锂业股份有限公司、江西赣锋锂业股份有限公司、宜春银锂新能源有限责任公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、江西省锂电产品质量监督检验中心、广东邦普循环科技有限公司、四川致远锂业有限公司、雅化锂业（雅安）有限公司、新疆有色金属研究所、江西东鹏新材料有限责任公司等单位的40余位专家GB/T11064《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 第16部分：钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝、铁、硫量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》》的标准讨论稿和编制说明进行了仔细、认真的讨论，并提出了修改意见和建议。
4. 2022年5月6号天齐锂业股份有限公司标准修订小组组织我司以及江西赣锋锂业股份有限公司、宜春银锂新能源有限责任公司一验单位针对于2022年5月5号，由全国有色金属标准化技术委员会组织的本标准网络讨论会议上各位专家提出的相关问题再次进行讨论，并得出修改方案，具体内容如下：
5. 标准编辑原则中“修改内容”不做具体说明；
6. 工作简况中“主要工作过程”具体说明；
7. 试验报告中“基体干扰试验”需补充不同梯度的钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝、铁、硫含量的基体干扰数据，以明确各元素的测定方式（采用标准加入法还是标准曲线法），以及探索是否需要针对不同产品采用三种基体形式；
8. 硫元素的“检测范围”可以覆盖GB/T11064《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 第2部分：硫酸根量的测定 硫酸钡比浊法》》中硫酸根的测定范围；
9. 试验报告中“工作曲线的绘制”需用试验数据说明钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝、铁、硫元素配制工作曲线是否可以采用混标；
10. 试验报告中“样品称样量”的精度，按照称样量的95%~105%的质量范围确定现有称样量；
11. 试验报告中“精密度试验”需涉及本标准中碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂3种试样。
12. 2022年5月~10月本编制组将修改后标准讨论稿、试验报告连同统一样品寄给各验证单位，开展验证试验。
13. 2022年10月底~XX 月，陆续收到各验证单位发来的验证报告和反馈意见，对精密度试验数据进行汇总、统计和分析，完善标准征求意见稿和编制说明，形成征求意见稿。

## 3.3征求意见阶段

## 3.4审查阶段

# 二、标准编制原则

为满足市场供需双方公平受益，标准格式按照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》的要求进行编写。

本标准是以天齐锂业股份有限公司为主要起草单位，参考国内外企业的分析方法及客户对碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂的分析诉求的基础上编制而成，体现了国内外大多数企业对碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂的分析水平，有利于规范碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂中钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝、铁、硫的分析方法，切实可行，具有可操作性，同时充分考虑相关企业、使用单位等各方面的意见和建议。

# 三、标准主要内容的确定依据及主要试验和验证情况分析

## 1．本标准在内容修订时主要编制依据

1. 查阅相关标准和国内外客户的相关分析方法；
2. 根据国内碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂生产厂家及使用企业的具体分析检验情况，力求做到标准的合理性与实用性；
3. 完全按照GB/T 1.1-2020的要求进行格式和结构编写。

## 2. 标准制定的主要内容

### 2.1 对“测定元素”进行了修订

通过长时间的运行，发现碳酸锂、氯化锂、氢氧化锂中铁、硫均可采用电感耦合等离子体发射光谱仪进行测定。

### 2.2 对“试剂”进行了修订

依据测定范围新增“硫标准贮存溶液”、“铁标准贮存溶液”。

## 3. 起草单位天齐锂业股份有限公司试验报告

### 3.1测定范围的确定

本标准测定的试样为碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂，根据碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂产品标准中杂质的含量规定了各元素的测定范围，具体见下表2。

表2 各元素测定范围

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测定范围(%) | 元素 | 测定范围(%) |
| Al | 0.0002～0.0080 | Ni | 0.0001～0.0080 |
| Fe | 0.0001～0.0080 | Pb | 0.0004～0.0080 |
| Cu | 0.0002～0.0080 | Ca | 0.0002～0.0080 |
| Zn | 0.0001～0.0080 | Mg | 0.0002～0.0080 |
| Mn | 0.0001～0.0080 | S | 0.0002～0.2700 |
| Cd | 0.0001～0.0080 | -- | -- |

### 3.2方法的确定

碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂产品中钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝、铁杂质元素含量均不大于0.01%，硫含量不大于0.3%，各杂质元素均属于微量元素，目前国内外都是采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定微量元素。电感耦合等离子体原子发射光谱法具有分析线性范围宽、检出限低、元素间干扰小、精密度好、仪器操作简便和分析速度快等优点，目前已经在分析检测领域广泛应用。因此本标准采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定碳酸锂、氯化锂、氢氧化锂中杂质元素含量。

### 3.3方法提要的确定

碳酸锂、单水氢氧化锂试料以硝酸分解，氯化锂试料以水溶解，在硝酸介质中，于ICP-OES仪上采用基体匹配法测定钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝、铁、硫的含量。

### 3.4试剂或材料的确定

碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂中各杂质元素含量较低，试剂中的杂质含量的高低对测定结果存在干扰，为降低该干扰，选择优级纯试剂，实验室用水采用二级及以上纯度的水即可。本标准试剂选择如下高纯碳酸锂（Fe、Cu、Pb、Zn、Ni、Ca、Mg、Mn、Cd、Al、S均小于0.0001%）、硝酸（ρ=1.42g/ mL）、盐酸（ρ=1.19g/ mL）、硝酸（1+1）、盐酸（1+1）、氩气[w(Ar)≥99.999%]以及钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝、铁、硫单元素标准贮存溶液1.0mg/mL。

### 3.5仪器的确定

电感耦合等离子体原子发射光谱仪

——电感耦合等离子体原子发射光谱仪：倒数线色散率不大于0.26nm/mm(一级光谱)。

——在仪器的最佳工作条件下，用1.0μg/mL的铜或锰标准溶液测量11次，其光强度的相对标准偏差不超过2.5%。

各元素分析线的选择见表2 。

表3 各元素分析谱线推荐波长

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | Ca | Mg | Cu | Pb | Zn | Ni |
| 波长/nm | 396.847 | 280.270 | 324.754 | 220.353 | 213.856 | 231.604 |
| 元素 | Mn | Cd | Al | Fe | S | — |
| 波长/nm | 259.373 | 228.802 | 257.510 | 259.940 | 180.731 | — |

### 3.6样品的确定

为保证待测试样具有代表性，测试结果重复性好，准确度高，为此需对碳酸锂、氯化锂试样在分析前进行预处理，对单水氢氧化锂试样密封贮存。将碳酸锂、氯化锂试样于干燥箱中250℃～260 ℃下烘干 2 h，并置于干燥器中冷却至室温备用，以减少碳酸锂、氯化锂试样中水分对测试结果的干扰。单水氢氧化锂试样应装于塑料器皿中，密封贮存。

### 3.7仪器条件的确定

测试条件对试验结果有较大的影响。因此在测试前尽可能选取最优的测试条件。本试验于100 mL容量瓶中配制各杂质元素质量浓度皆为0.10μg/ mL的标准溶液，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上按不同激发功率、雾化器流量、辅助气流量、等离子体冷却气、溶液提升量等仪器条件通过试验确定被测元素仪器的最佳工作条件，结果见下表4。

表4 仪器最佳试验条件

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 激发功率（W） | 雾化器流量（L/min） | 辅助气流量（L/min） | 等离子体冷却气流量（L/min） | 溶液提升量 （mL /min） |
| 1350 | 0.6 | 0.8 | 13 | 2.0 |

### 3.8试验条件的确定

### 3.8.1标准溶液曲线配制方式的确定

本试验需用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝、铁、硫11个元素，为探究在配制标准溶液时是采用全部混标还是其中一些元素混标，某些单标，需采用所有元素分别单独配制工作曲线，即分别移取0.00mL，0.50mL，1.00mL，2.00mL，5.00mL，10.00 mL、20.00 mL单独标准贮存溶液（25μg/mL）于100 mL容量瓶中，定容，摇匀，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，按推荐的分析谱线在表4的最佳仪器条件下分别测定各杂质的发射强度；同时还需使用钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝、铁、硫11个元素混合标准贮存溶液（25μg/mL）配制混标工作曲线，即分别移取0.00mL，0.50mL，1.00mL，2.00mL，5.00mL，10.00 mL、20.00 mL混合标准贮存溶液（25μg/mL）于100 mL容量瓶中，定容，摇匀，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，按推荐的分析谱线在表4的最佳仪器条件下分别测定各杂质的发射强度，并通过对比两种配制工作曲线方式各元素发射强度得出结论，试验结果见下表5、6。

表5 单独标准曲线各元素发射强度

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 杂质元素含量μg/mL | 0.0000 | 0.1250 | 0.2500 | 0.5000 | 1.2500 | 2.5000 | 5.0000 | R2 |
| Al发射强度 | 26 | 15560 | 35802 | 72820 | 194541 | 372644 | 715544 | 0.99959 |
| Fe发射强度 | -15 | 7377 | 23562 | 50601 | 131862 | 273366 | 518613 | 0.99910 |
| Cu发射强度 | 133 | 16138 | 34009 | 67563 | 169667 | 339127 | 697463 | 0.99991 |
| Zn发射强度 | -99 | 12484 | 26471 | 53784 | 127752 | 266781 | 546336 | 0.99984 |
| Mn发射强度 | -125 | 15949 | 32883 | 67164 | 162296 | 343618 | 707110 | 0.99977 |
| Cd发射强度 | -3 | 11038 | 23311 | 46535 | 113030 | 239457 | 487999 | 0.99984 |
| Ni发射强度 | 11 | 3682 | 7663 | 14749 | 38005 | 77321 | 146108 | 0.99959 |
| Pb发射强度 | 32 | 544 | 1434 | 3155 | 7852 | 15119 | 30652 | 0.99991 |
| Ca发射强度 | 1793 | 888885 | 1756710 | 3491410 | 8956900 | 18098800 | 35947300 | 0.99998 |
| Mg发射强度 | 2591 | 72351 | 137245 | 282485 | 732902 | 1400890 | 2842080 | 0.99996 |
| S发射强度 | 302 | 19399 | 33706 | 61788 | 148390 | 280554 | 569886 | 0.99970 |

表6 混合标准曲线各元素发射强度

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 杂质元素含量μg/mL | 0.0000 | 0.1250 | 0.2500 | 0.5000 | 1.2500 | 2.5000 | 5.0000 | R2 |
| Al发射强度 | 22 | 17198 | 32474 | 74003 | 156628 | 348048 | 662127 | 0.99946 |
| Fe发射强度 | -17 | 11958 | 27018 | 57384 | 142593 | 287802 | 541827 | 0.99900 |
| Cu发射强度 | 74 | 17753 | 35215 | 75405 | 178569 | 354740 | 715500 | 0.99997 |
| Zn发射强度 | -120 | 13797 | 28173 | 61535 | 138340 | 283976 | 582739 | 0.99983 |
| Mn发射强度 | -108 | 17146 | 34599 | 76996 | 176642 | 355506 | 735361 | 0.99977 |
| Cd发射强度 | -27 | 12228 | 24614 | 53576 | 126018 | 250018 | 510084 | 0.99993 |
| Ni发射强度 | -24 | 4037 | 7839 | 16368 | 40241 | 79473 | 149506 | 0.99947 |
| Pb发射强度 | 59 | 834 | 1678 | 3510 | 8374 | 15611 | 31576 | 0.99983 |
| Ca发射强度 | 1302 | 952269 | 1818180 | 3959290 | 9515630 | 18569200 | 37564800 | 0.99996 |
| Mg发射强度 | 2602 | 80948 | 146591 | 308040 | 772262 | 1457560 | 2938870 | 0.99990 |
| S发射强度 | 484 | 24776 | 40128 | 74556 | 168511 | 307667 | 622022 | 0.9994 |

通过表5、6试验数据对比表明，各杂质元素单标和混标的发射强度不存在数量级的差异，考虑样品中各杂质元素都存在，这与混标情况较为符合，故本次试验选择用各杂质元素混合标准溶液为标液测定样品中各杂质元素的含量。

### 3.8.2硝酸、盐酸对结果的影响试验

分别移取0.00mL，0.50mL，1.00mL，2.00mL，5.00mL，10.00 mL、20.00 mL混合标准贮存溶液（各杂质元素浓度25μg/mL）于100 mL容量瓶中，定容，摇匀，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，按推荐的分析谱线在最佳仪器条件下分别测定各杂质的发射强度。以各元素的质量浓度为横坐标，对应的发射强度为纵坐标绘制各元素的工作曲线。测定硝酸（1+1），盐酸（1+1）在不同体积下各杂质浓度分别为0.50μg/mL、1.25μg/mL、2.50μg/mL试样的测定值，通过相对误差来考察硝酸、盐酸对结果的影响，结果见表7、8。

表7 硝酸对测定结果的影响

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 理论值0.5μg/mL | | | 理论值1.25μg/mL | | | 理论值2.50μg/mL | | |
| 硝酸加入量mL | 测定值μg/mL | 相对误差% | 硝酸加入量mL | 测定值μg/mL | 相对误差% | 硝酸加入量mL | 测定值μg/mL | 相对误差% |
| Al | 0.00 | 0.5121 | 2.42 | 0.00 | 1.2255 | -1.96 | 0.00 | 2.5581 | 2.32 |
| 8.00 | 0.5002 | 0.04 | 8.00 | 1.1890 | -4.88 | 8.00 | 2.4554 | -1.78 |
| 10.00 | 0.4939 | -1.22 | 10.00 | 1.1653 | -6.78 | 10.00 | 2.4606 | -1.58 |
| 12.00 | 0.4857 | -2.86 | 12.00 | 1.1638 | -6.90 | 12.00 | 2.4209 | -3.16 |
| Fe | 0.00 | 0.4896 | -2.08 | 0.00 | 1.2608 | 0.86 | 0.00 | 2.6406 | 5.62 |
| 8.00 | 0.4882 | -2.36 | 8.00 | 1.2358 | -1.14 | 8.00 | 2.5148 | 0.59 |
| 10.00 | 0.4792 | -4.16 | 10.00 | 1.1840 | -5.28 | 10.00 | 2.5741 | 2.96 |
| 12.00 | 0.4680 | -6.40 | 12.00 | 1.1839 | -5.29 | 12.00 | 2.5019 | 0.08 |
| Cu | 0.00 | 0.5204 | 4.08 | 0.00 | 1.2252 | -1.98 | 0.00 | 2.5117 | 0.47 |
| 8.00 | 0.4977 | -0.46 | 8.00 | 1.1609 | -7.13 | 8.00 | 2.4100 | -3.60 |
| 10.00 | 0.4930 | -1.40 | 10.00 | 1.1401 | -8.79 | 10.00 | 2.4114 | -3.54 |
| 12.00 | 0.4807 | -3.86 | 12.00 | 1.1321 | -9.43 | 12.00 | 2.4017 | -3.93 |
| Zn | 0.00 | 0.5412 | 8.24 | 0.00 | 1.2371 | -1.03 | 0.00 | 2.4860 | -0.56 |
| 8.00 | 0.5089 | 1.78 | 8.00 | 1.1073 | -11.42 | 8.00 | 2.3237 | -7.05 |
| 10.00 | 0.4979 | -0.42 | 10.00 | 1.0875 | -13.00 | 10.00 | 2.3403 | -6.39 |
| 12.00 | 0.4870 | -2.60 | 12.00 | 1.0639 | -14.89 | 12.00 | 2.3507 | -5.97 |
| Mn | 0.00 | 0.5303 | 6.06 | 0.00 | 1.2276 | -1.79 | 0.00 | 2.4816 | -0.74 |
| 8.00 | 0.5124 | 2.48 | 8.00 | 1.1690 | -6.48 | 8.00 | 2.3803 | -4.79 |
| 10.00 | 0.5056 | 1.12 | 10.00 | 1.1506 | -7.95 | 10.00 | 2.3900 | -4.40 |
| 12.00 | 0.4954 | -0.92 | 12.00 | 1.1359 | -9.13 | 12.00 | 2.3497 | -6.01 |
| Cd | 0.00 | 0.5193 | 3.86 | 0.00 | 1.2453 | -0.38 | 0.00 | 2.5082 | 0.33 |
| 8.00 | 0.4882 | -2.36 | 8.00 | 1.1324 | -9.41 | 8.00 | 2.4534 | -1.86 |
| 10.00 | 0.4802 | -3.96 | 10.00 | 1.1053 | -11.58 | 10.00 | 2.4672 | -1.31 |
| 12.00 | 0.4702 | -5.96 | 12.00 | 1.0840 | -13.28 | 12.00 | 2.3749 | -5.00 |
| Ni | 0.00 | 0.4935 | -1.30 | 0.00 | 1.2606 | 0.85 | 0.00 | 2.6544 | 6.18 |
| 8.00 | 0.4772 | -4.56 | 8.00 | 1.1940 | -4.48 | 8.00 | 2.4914 | -0.34 |
| 10.00 | 0.4707 | -5.86 | 10.00 | 1.1595 | -7.24 | 10.00 | 2.5489 | 1.96 |
| 12.00 | 0.4543 | -9.14 | 12.00 | 1.1518 | -7.86 | 12.00 | 2.5803 | 3.21 |
| Pb | 0.00 | 0.5293 | 5.86 | 0.00 | 1.2722 | 1.78 | 0.00 | 2.4770 | -0.92 |
| 8.00 | 0.5031 | 0.62 | 8.00 | 1.1933 | -4.54 | 8.00 | 2.4623 | -1.51 |
| 10.00 | 0.4964 | -0.72 | 10.00 | 1.1687 | -6.50 | 10.00 | 2.4175 | -3.30 |
| 12.00 | 0.4858 | -2.84 | 12.00 | 1.1463 | -8.30 | 12.00 | 2.3932 | -4.27 |
| Ca | 0.00 | 0.5060 | 1.20 | 0.00 | 1.2886 | 3.09 | 0.00 | 2.5009 | 0.04 |
| 8.00 | 0.5097 | 1.94 | 8.00 | 1.2543 | 0.34 | 8.00 | 2.4609 | -1.56 |
| 10.00 | 0.5033 | 0.66 | 10.00 | 1.2604 | 0.83 | 10.00 | 2.4731 | -1.08 |
| 12.00 | 0.4887 | -2.26 | 12.00 | 1.2515 | 0.12 | 12.00 | 2.4456 | -2.18 |
| Mg | 0.00 | 0.5101 | 2.02 | 0.00 | 1.2526 | 0.21 | 0.00 | 2.4860 | -0.56 |
| 8.00 | 0.4899 | -2.02 | 8.00 | 1.1917 | -4.66 | 8.00 | 2.4793 | -0.83 |
| 10.00 | 0.4836 | -3.28 | 10.00 | 1.1830 | -5.36 | 10.00 | 2.4272 | -2.91 |
| 12.00 | 0.4723 | -5.54 | 12.00 | 1.1440 | -8.48 | 12.00 | 2.4388 | -2.45 |
| S | 0.00 | 0.5019 | 0.38 | 0.00 | 1.2749 | 1.99 | 0.00 | 2.4863 | -0.55 |
| 8.00 | 0.4853 | -2.94 | 8.00 | 1.2019 | -3.85 | 8.00 | 2.4563 | -1.75 |
| 10.00 | 0.4836 | -3.28 | 10.00 | 1.1611 | -7.11 | 10.00 | 2.4528 | -1.89 |
| 12.00 | 0.4667 | -6.66 | 12.00 | 1.1568 | -7.46 | 12.00 | 2.4312 | -2.75 |

表8 盐酸对测定结果的影响

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 理论值0.5μg/mL | | | 理论值1.25μg/mL | | | 理论值2.50μg/mL | | |
| 盐酸加入量mL | 测定值μg/mL | 相对误差% | 盐酸加入量mL | 测定值μg/mL | 相对误差% | 盐酸加入量mL | 测定值μg/mL | 相对误差% |
| Al | 0.00 | 0.5121 | 2.42 | 0.00 | 1.2293 | -1.66 | 0.00 | 2.5581 | 2.32 |
| 8.00 | 0.5118 | 2.36 | 8.00 | 1.1299 | -9.61 | 8.00 | 2.3789 | -4.84 |
| 10.00 | 0.5014 | 0.28 | 10.00 | 1.1231 | -10.15 | 10.00 | 2.3376 | -6.50 |
| 12.00 | 0.4563 | -8.74 | 12.00 | 1.1347 | -9.22 | 12.00 | 2.5309 | 1.24 |
| Fe | 0.00 | 0.4896 | -2.08 | 0.00 | 1.2687 | 1.50 | 0.00 | 2.6406 | 5.62 |
| 8.00 | 0.4883 | -2.34 | 8.00 | 1.1656 | -6.75 | 8.00 | 2.5498 | 1.99 |
| 10.00 | 0.4874 | -2.52 | 10.00 | 1.1730 | -6.16 | 10.00 | 2.4761 | -0.96 |
| 12.00 | 0.4973 | -0.54 | 12.00 | 1.1812 | -5.50 | 12.00 | 2.4696 | -1.22 |
| Cu | 0.00 | 0.5024 | 0.48 | 0.00 | 1.2292 | -1.66 | 0.00 | 2.5117 | 0.47 |
| 8.00 | 0.4870 | -2.60 | 8.00 | 1.1387 | -8.90 | 8.00 | 2.4401 | -2.40 |
| 10.00 | 0.4754 | -4.92 | 10.00 | 1.1159 | -10.73 | 10.00 | 2.4017 | -3.93 |
| 12.00 | 0.4880 | -2.40 | 12.00 | 1.1352 | -9.18 | 12.00 | 2.4226 | -3.10 |
| Zn | 0.00 | 0.5124 | 2.48 | 0.00 | 1.2501 | 0.01 | 0.00 | 2.4860 | -0.56 |
| 8.00 | 0.4976 | -0.48 | 8.00 | 1.1275 | -9.80 | 8.00 | 2.3724 | -5.10 |
| 10.00 | 0.4835 | -3.30 | 10.00 | 1.1085 | -11.32 | 10.00 | 2.3264 | -6.94 |
| 12.00 | 0.4954 | -0.92 | 12.00 | 1.1276 | -9.79 | 12.00 | 2.3213 | -7.15 |
| Mn | 0.00 | 0.5030 | 0.60 | 0.00 | 1.2394 | -0.85 | 0.00 | 2.4816 | -0.74 |
| 8.00 | 0.4950 | -1.00 | 8.00 | 1.1387 | -8.90 | 8.00 | 2.3816 | -4.74 |
| 10.00 | 0.4838 | -3.24 | 10.00 | 1.1136 | -10.91 | 10.00 | 2.3417 | -6.33 |
| 12.00 | 0.4974 | -0.52 | 12.00 | 1.1382 | -8.94 | 12.00 | 2.3423 | -6.31 |
| Cd | 0.00 | 0.5192 | 3.84 | 0.00 | 1.2638 | 1.10 | 0.00 | 2.5082 | 0.33 |
| 8.00 | 0.4874 | -2.52 | 8.00 | 1.1428 | -8.58 | 8.00 | 2.3861 | -4.56 |
| 10.00 | 0.4796 | -4.08 | 10.00 | 1.1179 | -10.57 | 10.00 | 2.3409 | -6.36 |
| 12.00 | 0.4773 | -4.54 | 12.00 | 1.1525 | -7.80 | 12.00 | 2.3351 | -6.60 |
| Ni | 0.00 | 0.4935 | -1.30 | 0.00 | 1.2720 | 1.76 | 0.00 | 2.5044 | 0.18 |
| 8.00 | 0.4851 | -2.98 | 8.00 | 1.1584 | -7.33 | 8.00 | 2.5168 | 0.67 |
| 10.00 | 0.4548 | -9.04 | 10.00 | 1.1584 | -7.33 | 10.00 | 2.4857 | -0.57 |
| 12.00 | 0.4622 | -7.56 | 12.00 | 1.1671 | -6.63 | 12.00 | 2.4996 | -0.02 |
| Pb | 0.00 | 0.5193 | 3.86 | 0.00 | 1.2938 | 3.50 | 0.00 | 2.4770 | -0.92 |
| 8.00 | 0.4974 | -0.52 | 8.00 | 1.1650 | -6.80 | 8.00 | 2.3890 | -4.44 |
| 10.00 | 0.4873 | -2.54 | 10.00 | 1.1568 | -7.46 | 10.00 | 2.3520 | -5.92 |
| 12.00 | 0.4911 | -1.78 | 12.00 | 1.1789 | -5.69 | 12.00 | 2.3464 | -6.14 |
| Ca | 0.00 | 0.5060 | 1.20 | 0.00 | 1.2188 | -2.50 | 0.00 | 2.4809 | -0.76 |
| 8.00 | 0.4818 | -3.64 | 8.00 | 1.1781 | -5.75 | 8.00 | 2.4753 | -0.99 |
| 10.00 | 0.4809 | -3.82 | 10.00 | 1.1843 | -5.26 | 10.00 | 2.4385 | -2.46 |
| 12.00 | 0.5053 | 1.06 | 12.00 | 1.2249 | -2.01 | 12.00 | 2.4426 | -2.30 |
| Mg | 0.00 | 0.5101 | 2.02 | 0.00 | 1.2321 | -1.43 | 0.00 | 2.4980 | -0.08 |
| 8.00 | 0.4823 | -3.54 | 8.00 | 1.1227 | -10.18 | 8.00 | 2.4608 | -1.57 |
| 10.00 | 0.4547 | -9.06 | 10.00 | 1.1295 | -9.64 | 10.00 | 2.4089 | -3.64 |
| 12.00 | 0.4732 | -5.36 | 12.00 | 1.1669 | -6.65 | 12.00 | 2.3225 | -7.10 |
| S | 0.00 | 0.5019 | 0.38 | 0.00 | 1.2797 | 2.38 | 0.00 | 2.5251 | 1.00 |
| 8.00 | 0.4737 | -5.26 | 8.00 | 1.1665 | -6.68 | 8.00 | 2.4563 | -1.75 |
| 10.00 | 0.4660 | -6.80 | 10.00 | 1.1637 | -6.90 | 10.00 | 2.3831 | -4.68 |
| 12.00 | 0.4774 | -4.52 | 12.00 | 1.1725 | -6.20 | 12.00 | 2.3140 | -7.44 |

由表7可得出测定结果随着硝酸（1+1）加入量的增多而降低，各杂质元素变化趋势一致；表8可得出测定结果随着盐酸（1+1）加入量的增多而呈现无规律变化，各杂质元素变化趋势不同，和同等量的硝酸（1+1）相比波动较大。由此可知硝酸（1+1）对试验结果影响低于盐酸（1+1）对试验结果的影响，本试验选择使用硝酸（1+1）。

### 3.8.3基体浓度试验

3.8.3.1碳酸锂、单水氢氧化锂基体试验

碳酸锂、单水氢氧化锂用硝酸溶解后都会生成硝酸锂，故碳酸锂、单水氢氧化锂的基体试验统一采用高纯碳酸锂（Fe、Cu、Pb、Zn、Ni、Ca、Mg、Mn、Cd、Al、S均小于0.0001%）进行试验，高纯碳酸锂（Fe、Cu、Pb、Zn、Ni、Ca、Mg、Mn、Cd、Al、S均小于0.0001%）用硝酸（ρ=1.42g/ mL，优级纯）溶解完全后需对溶液进行加热煮沸2min去除二氧化碳。

分别移取0.00mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL、5.00mL、10.00 mL 、20.00mL混合标准贮存溶液（25μg/mL）于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，按推荐的分析谱线在最佳仪器条件下分别测定各杂质的发射强度。以各元素的质量浓度为横坐标，对应的发射强度为纵坐标绘制各元素的工作曲线。溶解不同基体含量的高纯碳酸锂时需要不同体积的硝酸（ρ=1.42g/ mL，优级纯）， 由表7可知不同的硝酸加入量对测定结果有一定的干扰，为了减少硝酸对基体试验的结果影响，分别加入2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL硝酸（ρ=1.42g/ mL，优级纯）于50 mL容量瓶中，再加入不同的杂质元素，各杂质浓度分别为0.50μg/mL、1.25μg/mL、2.50μg/mL，于ICP进行测定得出测定值（1）。分别称取0.6654g、1.3308g、2.6616g、3.9924g、5.3232g于200mL烧杯中，再分别加入2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL硝酸（ρ=1.42g/ mL，优级纯），转移至50mL容量瓶中，再加入不同的杂质元素，各杂质浓度分别为0.50μg/mL、1.25μg/mL、2.50μg/mL，于ICP进行测定不同基体浓度下各杂质浓度得出测定值（2）。由测定值（1）和测定值（2）得出相对误差，结果见表9。

表9 碳酸锂、单水氢氧化锂基体浓度试验

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 理论值μg/mL | 零基体硝酸加入量/mL | 测定值（1）μg/mL | 锂基体浓度mg/mL | 测定值（2）μg/mL | 相对误差% |
| Al | 0.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 0.5498 | 9.96 |
| 2.50 | 0.4753 | 2.50 | 0.3892 | -18.11 |
| 5.00 | 0.4737 | 5.00 | 0.3397 | -28.29 |
| 10.00 | 0.4306 | 10.00 | 0.2653 | -38.39 |
| 15.00 | 0.4163 | 15.00 | 0.2283 | -45.16 |
| 20.00 | 0.4195 | 20.00 | 0.2064 | -50.80 |
| 1.25 | 0.00 | -- | 0.00 | 1.2523 | 0.18 |
| 2.50 | 1.1818 | 2.50 | 0.8784 | -25.67 |
| 5.00 | 1.138 | 5.00 | 0.8680 | -23.73 |
| 10.00 | 1.1359 | 10.00 | 0.9187 | -19.12 |
| 15.00 | 1.1102 | 15.00 | 0.7425 | -33.12 |
| 20.00 | 1.0810 | 20.00 | 0.7838 | -27.49 |
| 2.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 2.4898 | -0.41 |
| 2.50 | 2.5254 | 2.50 | 2.0968 | -16.97 |
| 5.00 | 2.5981 | 5.00 | 1.6434 | -36.75 |
| 10.00 | 2.5120 | 10.00 | 1.4144 | -43.69 |
| 15.00 | 2.1901 | 15.00 | 1.2209 | -44.25 |
| 20.00 | 1.8634 | 20.00 | 1.0354 | -44.43 |
| Fe | 0.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 0.4865 | -2.70 |
| 2.50 | 0.4859 | 2.50 | 0.3859 | -20.58 |
| 5.00 | 0.4622 | 5.00 | 0.3380 | -26.87 |
| 10.00 | 0.4465 | 10.00 | 0.2793 | -37.45 |
| 15.00 | 0.4221 | 15.00 | 0.2508 | -40.58 |
| 20.00 | 0.4255 | 20.00 | 0.2638 | -38.00 |
| 1.25 | 0.00 | -- | 0.00 | 1.2670 | 1.36 |
| 2.50 | 1.2173 | 2.50 | 0.8650 | -28.94 |
| 5.00 | 1.1867 | 5.00 | 0.8167 | -31.18 |
| 10.00 | 1.1487 | 10.00 | 0.7441 | -35.22 |
| 15.00 | 1.1015 | 15.00 | 0.5205 | -52.75 |
| 20.00 | 1.0503 | 20.00 | 0.5116 | -51.29 |
| 2.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 2.5189 | 0.76 |
| 2.50 | 2.5012 | 2.50 | 2.0960 | -16.20 |
| 5.00 | 2.6120 | 5.00 | 1.9014 | -27.21 |
| 10.00 | 2.3989 | 10.00 | 1.1620 | -51.25 |
| 15.00 | 2.3315 | 15.00 | 1.3546 | -41.90 |
| 20.00 | 2.2814 | 20.00 | 1.1966 | -47.55 |
| Cu | 0.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 0.5027 | 0.54 |
| 2.50 | 0.4791 | 2.50 | 0.4065 | -15.15 |
| 5.00 | 0.4696 | 5.00 | 0.3675 | -21.74 |
| 10.00 | 0.4475 | 10.00 | 0.2984 | -33.32 |
| 15.00 | 0.4302 | 15.00 | 0.2704 | -37.15 |
| 20.00 | 0.4323 | 20.00 | 0.2939 | -32.01 |
| 1.25 | 0.00 | -- | 0.00 | 1.2421 | -0.63 |
| 2.50 | 1.1773 | 2.50 | 0.8339 | -29.17 |
| 5.00 | 1.126 | 5.00 | 0.8359 | -25.76 |
| 10.00 | 1.1308 | 10.00 | 0.8839 | -21.83 |
| 15.00 | 1.0863 | 15.00 | 0.7187 | -33.84 |
| 20.00 | 1.0444 | 20.00 | 0.7593 | -27.30 |
| 2.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 2.4871 | -0.52 |
| 2.50 | 2.5319 | 2.50 | 2.0528 | -18.92 |
| 5.00 | 2.449 | 5.00 | 1.8706 | -23.62 |
| 10.00 | 2.2928 | 10.00 | 1.4491 | -36.80 |
| 15.00 | 2.2081 | 15.00 | 1.5349 | -30.49 |
| 20.00 | 2.1756 | 20.00 | 1.0491 | -51.78 |
| Zn | 0.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 0.4795 | -4.10 |
| 2.50 | 0.4809 | 2.50 | 0.4328 | -10.00 |
| 5.00 | 0.4645 | 5.00 | 0.3854 | -17.03 |
| 10.00 | 0.4407 | 10.00 | 0.2092 | -52.53 |
| 15.00 | 0.4253 | 15.00 | 0.2881 | -32.26 |
| 20.00 | 0.4297 | 20.00 | 0.2860 | -33.44 |
| 1.25 | 0.00 | -- | 0.00 | 1.2445 | -0.44 |
| 2.50 | 1.1302 | 2.50 | 0.8231 | -27.17 |
| 5.00 | 1.066 | 5.00 | 0.8009 | -24.87 |
| 10.00 | 1.0402 | 10.00 | 0.7518 | -27.73 |
| 15.00 | 0.9721 | 15.00 | 0.5663 | -41.74 |
| 20.00 | 0.8957 | 20.00 | 0.5565 | -37.87 |
| 2.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 2.5146 | 0.58 |
| 2.50 | 2.4398 | 2.50 | 2.0558 | -15.74 |
| 5.00 | 2.3264 | 5.00 | 1.8191 | -21.81 |
| 10.00 | 2.1311 | 10.00 | 1.1143 | -47.71 |
| 15.00 | 2.0306 | 15.00 | 1.3968 | -31.21 |
| 20.00 | 1.9787 | 20.00 | 1.2707 | -35.78 |
| Mn | 0.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 0.5086 | 1.72 |
| 2.50 | 0.4643 | 2.50 | 0.3843 | -17.23 |
| 5.00 | 0.4548 | 5.00 | 0.3362 | -26.08 |
| 10.00 | 0.4362 | 10.00 | 0.1943 | -55.46 |
| 15.00 | 0.4171 | 15.00 | 0.2362 | -43.37 |
| 20.00 | 0.422 | 20.00 | 0.2240 | -46.92 |
| 1.25 | 0.00 | -- | 0.00 | 1.2623 | 0.98 |
| 2.50 | 1.1842 | 2.50 | 0.8431 | -28.80 |
| 5.00 | 1.1381 | 5.00 | 0.7974 | -29.94 |
| 10.00 | 1.1306 | 10.00 | 0.7190 | -36.41 |
| 15.00 | 1.0658 | 15.00 | 0.4988 | -53.20 |
| 20.00 | 0.9980 | 20.00 | 0.4837 | -51.53 |
| 2.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 2.5023 | 0.09 |
| 2.50 | 2.3872 | 2.50 | 1.8735 | -21.52 |
| 5.00 | 2.3086 | 5.00 | 1.4471 | -37.32 |
| 10.00 | 2.1609 | 10.00 | 1.2957 | -40.04 |
| 15.00 | 2.0797 | 15.00 | 1.2118 | -41.73 |
| 20.00 | 2.0383 | 20.00 | 1.0876 | -46.64 |
| Cd | 0.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 0.5011 | 0.22 |
| 2.50 | 0.4664 | 2.50 | 0.4199 | -9.97 |
| 5.00 | 0.4489 | 5.00 | 0.3744 | -16.60 |
| 10.00 | 0.4251 | 10.00 | 0.2793 | -34.30 |
| 15.00 | 0.4044 | 15.00 | 0.2745 | -32.12 |
| 20.00 | 0.4077 | 20.00 | 0.2964 | -27.30 |
| 1.25 | 0.00 | -- | 0.00 | 1.2565 | 0.52 |
| 2.50 | 1.1445 | 2.50 | 0.8527 | -25.50 |
| 5.00 | 1.0856 | 5.00 | 0.7915 | -27.09 |
| 10.00 | 1.0456 | 10.00 | 0.6840 | -34.58 |
| 15.00 | 0.9537 | 15.00 | 0.4486 | -52.96 |
| 20.00 | 0.8583 | 20.00 | 0.4262 | -50.34 |
| 2.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 2.4897 | -0.41 |
| 2.50 | 2.5020 | 2.50 | 2.1159 | -15.43 |
| 5.00 | 2.3641 | 5.00 | 1.8880 | -20.14 |
| 10.00 | 2.176 | 10.00 | 1.1677 | -46.34 |
| 15.00 | 2.0814 | 15.00 | 1.4524 | -30.22 |
| 20.00 | 2.0240 | 20.00 | 1.3478 | -33.41 |
| Ni | 0.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 0.4897 | -2.06 |
| 2.50 | 0.4688 | 2.50 | 0.3791 | -19.13 |
| 5.00 | 0.4599 | 5.00 | 0.3319 | -27.83 |
| 10.00 | 0.4303 | 10.00 | 0.2517 | -41.51 |
| 15.00 | 0.4127 | 15.00 | 0.2216 | -46.30 |
| 20.00 | 0.4027 | 20.00 | 0.2044 | -49.24 |
| 1.25 | 0.00 | -- | 0.00 | 1.2692 | 1.54 |
| 2.50 | 1.2016 | 2.50 | 0.8374 | -30.31 |
| 5.00 | 1.1566 | 5.00 | 0.7735 | -33.12 |
| 10.00 | 1.1039 | 10.00 | 0.6747 | -38.88 |
| 15.00 | 1.0390 | 15.00 | 0.4487 | -56.81 |
| 20.00 | 0.9625 | 20.00 | 0.4277 | -55.56 |
| 2.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 2.5166 | 0.66 |
| 2.50 | 2.6333 | 2.50 | 2.1650 | -17.78 |
| 5.00 | 2.6247 | 5.00 | 1.9245 | -26.68 |
| 10.00 | 2.3928 | 10.00 | 1.2176 | -49.11 |
| 15.00 | 2.3068 | 15.00 | 1.3566 | -41.19 |
| 20.00 | 2.2381 | 20.00 | 1.1634 | -48.02 |
| Pb | 0.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 0.5065 | 1.30 |
| 2.50 | 0.4994 | 2.50 | 0.4131 | -17.28 |
| 5.00 | 0.4808 | 5.00 | 0.3725 | -22.52 |
| 10.00 | 0.4467 | 10.00 | 0.2576 | -42.33 |
| 15.00 | 0.4246 | 15.00 | 0.2782 | -34.48 |
| 20.00 | 0.4270 | 20.00 | 0.2163 | -49.34 |
| 1.25 | 0.00 | -- | 0.00 | 1.2301 | -1.59 |
| 2.50 | 1.2160 | 2.50 | 0.8885 | -26.93 |
| 5.00 | 1.1630 | 5.00 | 0.8267 | -28.92 |
| 10.00 | 1.1218 | 10.00 | 0.7391 | -34.11 |
| 15.00 | 1.0474 | 15.00 | 0.5054 | -51.75 |
| 20.00 | 0.9458 | 20.00 | 0.4956 | -47.60 |
| 2.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 2.4852 | -0.59 |
| 2.50 | 2.5664 | 2.50 | 2.0624 | -19.64 |
| 5.00 | 2.4638 | 5.00 | 1.8735 | -23.96 |
| 10.00 | 2.2226 | 10.00 | 1.4968 | -32.66 |
| 15.00 | 2.1539 | 15.00 | 1.4035 | -34.84 |
| 20.00 | 2.0829 | 20.00 | 1.2769 | -38.70 |
| Ca | 0.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 0.4893 | -2.14 |
| 2.50 | 0.4807 | 2.50 | 0.5184 | 7.84 |
| 5.00 | 0.4799 | 5.00 | 0.4111 | -14.34 |
| 10.00 | 0.4741 | 10.00 | 0.3466 | -26.89 |
| 15.00 | 0.4643 | 15.00 | 0.3772 | -18.76 |
| 20.00 | 0.4884 | 20.00 | 0.3933 | -19.47 |
| 1.25 | 0.00 | -- | 0.00 | 1.2574 | 0.59 |
| 2.50 | 1.2519 | 2.50 | 0.8988 | -28.21 |
| 5.00 | 1.2093 | 5.00 | 0.8993 | -25.63 |
| 10.00 | 1.2668 | 10.00 | 0.8878 | -29.92 |
| 15.00 | 1.3011 | 15.00 | 0.7049 | -45.82 |
| 20.00 | 1.2953 | 20.00 | 0.7146 | -44.83 |
| 2.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 2.4884 | -0.46 |
| 2.50 | 2.5496 | 2.50 | 2.0378 | -20.07 |
| 5.00 | 2.4551 | 5.00 | 1.8782 | -23.50 |
| 10.00 | 2.3112 | 10.00 | 1.4479 | -37.35 |
| 15.00 | 2.2318 | 15.00 | 1.5390 | -31.04 |
| 20.00 | 2.1552 | 20.00 | 1.4450 | -32.95 |
| Mg | 0.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 0.5126 | 2.52 |
| 2.50 | 0.4702 | 2.50 | 0.4286 | -8.85 |
| 5.00 | 0.4529 | 5.00 | 0.3656 | -19.28 |
| 10.00 | 0.4371 | 10.00 | 0.2692 | -38.41 |
| 15.00 | 0.4276 | 15.00 | 0.2255 | -47.26 |
| 20.00 | 0.4281 | 20.00 | 0.2215 | -48.26 |
| 1.25 | 0.00 | -- | 0.00 | 1.2529 | 0.23 |
| 2.50 | 1.1964 | 2.50 | 0.8398 | -29.81 |
| 5.00 | 1.1465 | 5.00 | 0.7935 | -30.79 |
| 10.00 | 1.1350 | 10.00 | 0.7088 | -37.55 |
| 15.00 | 1.0866 | 15.00 | 0.5195 | -52.19 |
| 20.00 | 1.0174 | 20.00 | 0.5037 | -50.49 |
| 2.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 2.5009 | 0.04 |
| 2.50 | 2.5356 | 2.50 | 1.9706 | -22.28 |
| 5.00 | 2.4397 | 5.00 | 1.7936 | -26.48 |
| 10.00 | 2.2631 | 10.00 | 0.9932 | -56.11 |
| 15.00 | 2.2006 | 15.00 | 1.1939 | -45.75 |
| 20.00 | 2.1100 | 20.00 | 1.1644 | -44.82 |
| S | 0.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 0.4946 | -1.08 |
| 2.50 | 0.4865 | 2.50 | 0.4790 | -1.54 |
| 5.00 | 0.4707 | 5.00 | 0.4266 | -9.37 |
| 10.00 | 0.4444 | 10.00 | 0.4023 | -9.47 |
| 15.00 | 0.4284 | 15.00 | 0.3577 | -16.50 |
| 20.00 | 0.4393 | 20.00 | 0.3682 | -16.18 |
| 1.25 | 0.00 | -- | 0.00 | 1.2667 | 1.34 |
| 2.50 | 1.1596 | 2.50 | 0.9432 | -18.66 |
| 5.00 | 1.1159 | 5.00 | 0.9111 | -18.35 |
| 10.00 | 1.0678 | 10.00 | 0.9021 | -15.52 |
| 15.00 | 1.0122 | 15.00 | 0.7059 | -30.26 |
| 20.00 | 0.9304 | 20.00 | 0.6956 | -25.24 |
| 2.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 2.4876 | -0.50 |
| 2.50 | 2.5158 | 2.50 | 2.5331 | 0.69 |
| 5.00 | 2.4721 | 5.00 | 2.3813 | -3.67 |
| 10.00 | 2.4271 | 10.00 | 1.9616 | -19.18 |
| 15.00 | 2.218 | 15.00 | 1.9269 | -13.12 |
| 20.00 | 2.1584 | 20.00 | 1.8046 | -16.39 |

3.8.3.2氯化锂基体试验

为了探究高纯碳酸锂和高纯氯化锂基体干扰之间是否不同，本试验采用向样品烧杯中加入1滴对硝基酚指示剂，然后缓慢加入盐酸（ρ=1.19g/ mL，优级纯）溶解高纯碳酸锂（对硝基酚指示剂刚好变为无色则停止加入盐酸（ρ=1.19g/ mL，优级纯））使其溶液变为氯化锂（这样可以消除高纯碳酸锂和高纯氯化锂可能存在杂质含量不同的情况，从而可与表9试验数据对比，得出不同基体之间是否对试验结果有不同干扰），溶解完全后需对其进行加热煮沸2min去除二氧化碳，然后再分别加入不同硝酸（ρ=1.42g/ mL，优级纯）然后进行试验。

分别移取0.00mL、0.50 mL、1.00mL、2.00mL、5.00mL、10.00 mL 、20.00mL混合标准贮存溶液（25μg/mL）于100 mL容量瓶中，定容，摇匀，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，按推荐的分析谱线在表4的最佳仪器条件下分别测定各杂质的发射强度。以各元素的质量浓度为横坐标，对应的发射强度为纵坐标绘制各元素的工作曲线。溶解不同基体含量的高纯碳酸锂时需要不同体积的盐酸（1+1），为了和表15数据进行比较，在加入盐酸（ρ=1.19g/ mL，优级纯）溶解后会加入与表15同体积的硝酸（ρ=1.42g/ mL，优级纯）， 由表7、8可知不同的硝酸（ρ=1.42g/ mL，优级纯）加入量对测定结果有一定的干扰，为了减少硝酸对基体试验的结果影响，分别加入2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL硝酸（ρ=1.42g/ mL，优级纯）于50 mL容量瓶中，再加入不同的杂质元素，各杂质浓度分别为0.50μg/mL、1.25μg/mL、2.50μg/mL，于ICP进行测定得出测定值（1）。分别称取0.6654g、1.3308g、2.6616g、3.9924g、5.3232g于200mL烧杯中，先分别用盐酸（ρ=1.19g/ mL，优级纯）刚好溶解完全，再分别加入2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL硝酸（ρ=1.42g/ mL，优级纯），转移至50mL容量瓶中，再加入不同的杂质元素，各杂质浓度分别为0.50μg/mL、1.25μg/mL、2.50μg/mL，于ICP进行测定不同基体浓度下各杂质浓度得出测定值（2）。由测定值（1）和测定值（2）得出相对误差，结果见表10。

表10氯化锂基体浓度试验

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 理论值μg/mL | 零基体硝酸加入量mL | 测定值（1）μg/mL | 锂基体浓度mg/mL | 测定值（2）μg/mL | 相对误差% |
| Al | 0.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 0.5149 | 2.98 |
| 2.50 | 0.4753 | 2.50 | 0.3799 | -20.07 |
| 5.00 | 0.4737 | 5.00 | 0.3278 | -30.80 |
| 10.00 | 0.4306 | 10.00 | 0.3041 | -29.38 |
| 15.00 | 0.4163 | 15.00 | 0.2343 | -43.72 |
| 20.00 | 0.4195 | 20.00 | 0.2358 | -43.79 |
| 1.25 | 0.00 | -- | 0.00 | 1.2447 | -0.42 |
| 2.50 | 1.1818 | 2.50 | 1.0437 | -11.69 |
| 5.00 | 1.1380 | 5.00 | 0.8497 | -25.33 |
| 10.00 | 1.1359 | 10.00 | 0.7086 | -37.62 |
| 15.00 | 1.1102 | 15.00 | 0.6099 | -45.06 |
| 20.00 | 1.0810 | 20.00 | 0.5146 | -52.40 |
| 2.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 2.4789 | -0.84 |
| 2.50 | 2.5254 | 2.50 | 1.9660 | -22.15 |
| 5.00 | 2.5981 | 5.00 | 1.5558 | -40.12 |
| 10.00 | 2.5120 | 10.00 | 1.5162 | -39.64 |
| 15.00 | 2.1901 | 15.00 | 1.3013 | -40.58 |
| 20.00 | 1.8634 | 20.00 | 1.0958 | -41.19 |
| Fe | 0.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 0.4893 | -2.14 |
| 2.50 | 0.4859 | 2.50 | 0.3808 | -21.63 |
| 5.00 | 0.4622 | 5.00 | 0.3371 | -27.07 |
| 10.00 | 0.4465 | 10.00 | 0.2893 | -35.21 |
| 15.00 | 0.4221 | 15.00 | 0.2699 | -36.06 |
| 20.00 | 0.4255 | 20.00 | 0.2495 | -41.36 |
| 1.25 | 0.00 | -- | 0.00 | 1.2498 | -0.02 |
| 2.50 | 1.2173 | 2.50 | 0.9994 | -17.90 |
| 5.00 | 1.1867 | 5.00 | 0.8384 | -29.35 |
| 10.00 | 1.1487 | 10.00 | 0.6875 | -40.15 |
| 15.00 | 1.1015 | 15.00 | 0.6445 | -41.49 |
| 20.00 | 1.0503 | 20.00 | 0.5694 | -45.79 |
| 2.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 2.6131 | 4.52 |
| 2.50 | 2.5012 | 2.50 | 2.0450 | -18.24 |
| 5.00 | 2.6120 | 5.00 | 1.6382 | -37.28 |
| 10.00 | 2.3989 | 10.00 | 1.5317 | -36.15 |
| 15.00 | 2.3315 | 15.00 | 1.3659 | -41.42 |
| 20.00 | 2.2814 | 20.00 | 1.1695 | -48.74 |
| Cu | 0.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 0.5014 | 0.28 |
| 2.50 | 0.4791 | 2.50 | 0.3996 | -16.59 |
| 5.00 | 0.4696 | 5.00 | 0.3530 | -24.83 |
| 10.00 | 0.4475 | 10.00 | 0.3187 | -28.78 |
| 15.00 | 0.4302 | 15.00 | 0.2881 | -33.03 |
| 20.00 | 0.4323 | 20.00 | 0.2774 | -35.83 |
| 1.25 | 0.00 | -- | 0.00 | 1.2432 | -0.54 |
| 2.50 | 1.1773 | 2.50 | 0.9756 | -17.13 |
| 5.00 | 1.1260 | 5.00 | 0.8492 | -24.58 |
| 10.00 | 1.1308 | 10.00 | 0.7736 | -31.59 |
| 15.00 | 1.0863 | 15.00 | 0.7576 | -30.26 |
| 20.00 | 1.0444 | 20.00 | 0.6938 | -33.57 |
| 2.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 2.5149 | 0.60 |
| 2.50 | 2.5319 | 2.50 | 1.9925 | -21.30 |
| 5.00 | 2.4490 | 5.00 | 1.6383 | -33.10 |
| 10.00 | 2.2928 | 10.00 | 1.6815 | -26.66 |
| 15.00 | 2.2081 | 15.00 | 1.5821 | -28.35 |
| 20.00 | 2.1756 | 20.00 | 1.4186 | -34.79 |
| Zn | 0.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 0.5187 | 3.74 |
| 2.50 | 0.4809 | 2.50 | 0.4216 | -12.33 |
| 5.00 | 0.4645 | 5.00 | 0.367 | -20.99 |
| 10.00 | 0.4407 | 10.00 | 0.319 | -27.62 |
| 15.00 | 0.4253 | 15.00 | 0.2903 | -31.74 |
| 20.00 | 0.4297 | 20.00 | 0.2751 | -35.98 |
| 1.25 | 0.00 | -- | 0.00 | 1.2436 | -0.51 |
| 2.50 | 1.1302 | 2.50 | 1.0635 | -5.90 |
| 5.00 | 1.066 | 5.00 | 0.8961 | -15.94 |
| 10.00 | 1.0402 | 10.00 | 0.7668 | -26.28 |
| 15.00 | 0.9721 | 15.00 | 0.7178 | -26.16 |
| 20.00 | 0.8957 | 20.00 | 0.6444 | -28.06 |
| 2.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 2.4946 | -0.22 |
| 2.50 | 2.4398 | 2.50 | 1.9548 | -19.88 |
| 5.00 | 2.3264 | 5.00 | 1.5939 | -31.49 |
| 10.00 | 2.1311 | 10.00 | 1.5078 | -29.25 |
| 15.00 | 2.0306 | 15.00 | 1.3684 | -32.61 |
| 20.00 | 1.9787 | 20.00 | 1.2035 | -39.18 |
| Mn | 0.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 0.5161 | 3.22 |
| 2.50 | 0.4643 | 2.50 | 0.3756 | -19.10 |
| 5.00 | 0.4548 | 5.00 | 0.3239 | -28.78 |
| 10.00 | 0.4362 | 10.00 | 0.2746 | -37.05 |
| 15.00 | 0.4171 | 15.00 | 0.2379 | -42.96 |
| 20.00 | 0.422 | 20.00 | 0.2179 | -48.36 |
| 1.25 | 0.00 | -- | 0.00 | 1.2446 | -0.43 |
| 2.50 | 1.1842 | 2.50 | 0.8829 | -25.44 |
| 5.00 | 1.1381 | 5.00 | 0.7887 | -30.70 |
| 10.00 | 1.1306 | 10.00 | 0.6575 | -41.85 |
| 15.00 | 1.0658 | 15.00 | 0.6129 | -42.49 |
| 20.00 | 0.9980 | 20.00 | 0.5433 | -45.56 |
| 2.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 2.4927 | -0.29 |
| 2.50 | 2.3872 | 2.50 | 1.8062 | -24.34 |
| 5.00 | 2.3086 | 5.00 | 1.4527 | -37.07 |
| 10.00 | 2.1609 | 10.00 | 1.3697 | -36.61 |
| 15.00 | 2.0797 | 15.00 | 1.2256 | -41.07 |
| 20.00 | 2.0383 | 20.00 | 1.0511 | -48.43 |
| Cd | 0.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 0.5034 | 0.68 |
| 2.50 | 0.4664 | 2.50 | 0.3976 | -14.75 |
| 5.00 | 0.4489 | 5.00 | 0.3488 | -22.30 |
| 10.00 | 0.4251 | 10.00 | 0.3065 | -27.90 |
| 15.00 | 0.4044 | 15.00 | 0.2711 | -32.96 |
| 20.00 | 0.4077 | 20.00 | 0.2520 | -38.19 |
| 1.25 | 0.00 | -- | 0.00 | 1.2484 | -0.13 |
| 2.50 | 1.1445 | 2.50 | 1.0117 | -11.60 |
| 5.00 | 1.0856 | 5.00 | 0.8573 | -21.03 |
| 10.00 | 1.0456 | 10.00 | 0.7323 | -29.96 |
| 15.00 | 0.9537 | 15.00 | 0.6896 | -27.69 |
| 20.00 | 0.8583 | 20.00 | 0.6218 | -27.55 |
| 2.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 2.4868 | -0.53 |
| 2.50 | 2.502 | 2.50 | 1.9706 | -21.24 |
| 5.00 | 2.3641 | 5.00 | 1.6156 | -31.66 |
| 10.00 | 2.1760 | 10.00 | 1.5340 | -29.50 |
| 15.00 | 2.0814 | 15.00 | 1.4183 | -31.86 |
| 20.00 | 2.0240 | 20.00 | 1.2581 | -37.84 |
| Ni | 0.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 0.4881 | -2.38 |
| 2.50 | 0.4688 | 2.50 | 0.3708 | -20.90 |
| 5.00 | 0.4599 | 5.00 | 0.3176 | -30.94 |
| 10.00 | 0.4303 | 10.00 | 0.2632 | -38.83 |
| 15.00 | 0.4127 | 15.00 | 0.2212 | -46.40 |
| 20.00 | 0.4027 | 20.00 | 0.1936 | -51.92 |
| 1.25 | 0.00 | -- | 0.00 | 1.2527 | 0.22 |
| 2.50 | 1.2016 | 2.50 | 1.0121 | -15.77 |
| 5.00 | 1.1566 | 5.00 | 0.8198 | -29.12 |
| 10.00 | 1.1039 | 10.00 | 0.6702 | -39.29 |
| 15.00 | 1.0390 | 15.00 | 0.6038 | -41.89 |
| 20.00 | 0.9625 | 20.00 | 0.5313 | -44.80 |
| 2.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 2.5466 | 1.86 |
| 2.50 | 2.6333 | 2.50 | 2.0678 | -21.47 |
| 5.00 | 2.6247 | 5.00 | 1.6538 | -36.99 |
| 10.00 | 2.3928 | 10.00 | 1.5100 | -36.89 |
| 15.00 | 2.3068 | 15.00 | 1.3364 | -42.07 |
| 20.00 | 2.2381 | 20.00 | 1.1309 | -49.47 |
| Pb | 0.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 0.5159 | 3.18 |
| 2.50 | 0.4994 | 2.50 | 0.3966 | -20.58 |
| 5.00 | 0.4808 | 5.00 | 0.3530 | -26.58 |
| 10.00 | 0.4467 | 10.00 | 0.2827 | -36.71 |
| 15.00 | 0.4246 | 15.00 | 0.2457 | -42.13 |
| 20.00 | 0.4270 | 20.00 | 0.2203 | -48.41 |
| 1.25 | 0.00 | -- | 0.00 | 1.2568 | 0.54 |
| 2.50 | 1.2160 | 2.50 | 1.0543 | -13.30 |
| 5.00 | 1.1630 | 5.00 | 0.8889 | -23.57 |
| 10.00 | 1.1218 | 10.00 | 0.7141 | -36.34 |
| 15.00 | 1.0474 | 15.00 | 0.6177 | -41.03 |
| 20.00 | 0.9458 | 20.00 | 0.5504 | -41.81 |
| 2.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 2.4825 | -0.70 |
| 2.50 | 2.5664 | 2.50 | 1.9648 | -23.44 |
| 5.00 | 2.4638 | 5.00 | 1.5834 | -35.73 |
| 10.00 | 2.2226 | 10.00 | 1.4740 | -33.68 |
| 15.00 | 2.1539 | 15.00 | 1.3354 | -38.00 |
| 20.00 | 2.0829 | 20.00 | 1.1677 | -43.94 |
| Ca | 0.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 0.4974 | -0.52 |
| 2.50 | 0.4807 | 2.50 | 0.4995 | 3.91 |
| 5.00 | 0.4799 | 5.00 | 0.4642 | -3.27 |
| 10.00 | 0.4741 | 10.00 | 0.4146 | -12.55 |
| 15.00 | 0.4643 | 15.00 | 0.4559 | -1.81 |
| 20.00 | 0.4884 | 20.00 | 0.3982 | -18.47 |
| 1.25 | 0.00 | -- | 0.00 | 1.2446 | -0.43 |
| 2.50 | 1.2519 | 2.50 | 1.0564 | -15.62 |
| 5.00 | 1.2093 | 5.00 | 0.9350 | -22.68 |
| 10.00 | 1.2668 | 10.00 | 0.8629 | -31.88 |
| 15.00 | 1.3011 | 15.00 | 0.7951 | -38.89 |
| 20.00 | 1.2953 | 20.00 | 0.8754 | -32.42 |
| 2.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 2.4830 | -0.68 |
| 2.50 | 2.5496 | 2.50 | 2.0261 | -20.53 |
| 5.00 | 2.4551 | 5.00 | 1.6727 | -31.87 |
| 10.00 | 2.3112 | 10.00 | 1.7092 | -26.05 |
| 15.00 | 2.2318 | 15.00 | 1.5789 | -29.25 |
| 20.00 | 2.1552 | 20.00 | 1.5786 | -26.75 |
| Mg | 0.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 0.5095 | 1.90 |
| 2.50 | 0.4702 | 2.50 | 0.3703 | -21.25 |
| 5.00 | 0.4529 | 5.00 | 0.3223 | -28.84 |
| 10.00 | 0.4371 | 10.00 | 0.2745 | -37.20 |
| 15.00 | 0.4276 | 15.00 | 0.2376 | -44.43 |
| 20.00 | 0.4281 | 20.00 | 0.2179 | -49.10 |
| 1.25 | 0.00 | -- | 0.00 | 1.2515 | 0.12 |
| 2.50 | 1.1964 | 2.50 | 0.9597 | -19.78 |
| 5.00 | 1.1465 | 5.00 | 0.8003 | -30.20 |
| 10.00 | 1.135 | 10.00 | 0.6894 | -39.26 |
| 15.00 | 1.0866 | 15.00 | 0.5951 | -45.23 |
| 20.00 | 1.0174 | 20.00 | 0.5437 | -46.56 |
| 2.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 2.5014 | 0.06 |
| 2.50 | 2.5356 | 2.50 | 1.9828 | -21.80 |
| 5.00 | 2.4397 | 5.00 | 1.5886 | -34.89 |
| 10.00 | 2.2631 | 10.00 | 1.4951 | -33.94 |
| 15.00 | 2.2006 | 15.00 | 1.3333 | -39.41 |
| 20.00 | 2.1100 | 20.00 | 1.1537 | -45.32 |
| S | 0.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 0.5146 | 2.92 |
| 2.50 | 0.4865 | 2.50 | 0.4730 | -2.77 |
| 5.00 | 0.4707 | 5.00 | 0.4525 | -3.87 |
| 10.00 | 0.4444 | 10.00 | 0.4156 | -6.48 |
| 15.00 | 0.4284 | 15.00 | 0.4351 | 1.56 |
| 20.00 | 0.4393 | 20.00 | 0.4068 | -7.40 |
| 1.25 | 0.00 | -- | 0.00 | 1.2438 | -0.50 |
| 2.50 | 1.1596 | 2.50 | 1.1284 | -2.69 |
| 5.00 | 1.1159 | 5.00 | 1.2315 | 10.36 |
| 10.00 | 1.0678 | 10.00 | 0.9182 | -14.01 |
| 15.00 | 1.0122 | 15.00 | 0.8296 | -18.04 |
| 20.00 | 0.9304 | 20.00 | 0.8178 | -12.10 |
| 2.50 | 0.00 | -- | 0.00 | 2.4961 | -0.16 |
| 2.50 | 2.5158 | 2.50 | 2.3980 | -4.68 |
| 5.00 | 2.4721 | 5.00 | 1.8748 | -24.16 |
| 10.00 | 2.4271 | 10.00 | 1.8241 | -24.84 |
| 15.00 | 2.2180 | 15.00 | 1.7253 | -22.21 |
| 20.00 | 2.1584 | 20.00 | 1.5842 | -26.60 |

3.8.3.3碳酸锂、氯化锂基体之间的对比

为了探究碳酸锂基体和氯化锂基体之间是否有区别，通过对比各杂质元素在分别加入酸锂基体和氯化锂基体后测定结果的差值来得出结论，结果见下表11.

表11 碳酸锂、氯化锂基体对比

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 理论值μg/mL | 锂基体浓度mg/mL | 测定值（Li2CO3）μg/mL | 测定值（LiCl）μg/mL | 差值μg/mL |
| Al | 0.50 | 0.00 | 0.5498 | 0.5149 | -0.0349 |
| 2.50 | 0.3892 | 0.3799 | -0.0093 |
| 5.00 | 0.3397 | 0.3278 | -0.0119 |
| 10.00 | 0.2653 | 0.3041 | 0.0388 |
| 15.00 | 0.2283 | 0.2343 | 0.0060 |
| 20.00 | 0.2064 | 0.2358 | 0.0294 |
| 1.25 | 0.00 | 1.2523 | 1.2447 | -0.0076 |
| 2.50 | 0.8784 | 1.0437 | 0.1653 |
| 5.00 | 0.8680 | 0.8497 | -0.0183 |
| 10.00 | 0.9187 | 0.7086 | -0.2101 |
| 15.00 | 0.7425 | 0.6099 | -0.1326 |
| 20.00 | 0.7838 | 0.5146 | -0.2692 |
| 2.50 | 0.00 | 2.4898 | 2.4789 | -0.0109 |
| 2.50 | 2.0968 | 1.9660 | -0.1308 |
| 5.00 | 1.6434 | 1.5558 | -0.0876 |
| 10.00 | 1.4144 | 1.5162 | 0.1018 |
| 15.00 | 1.2209 | 1.3013 | 0.0804 |
| 20.00 | 1.0354 | 1.0958 | 0.0604 |
| Fe | 0.50 | 0.00 | 0.4865 | 0.4893 | 0.0028 |
| 2.50 | 0.3859 | 0.3808 | -0.0051 |
| 5.00 | 0.3380 | 0.3371 | -0.0009 |
| 10.00 | 0.2793 | 0.2893 | 0.0100 |
| 15.00 | 0.2508 | 0.2699 | 0.0191 |
| 20.00 | 0.2638 | 0.2495 | -0.0143 |
| 1.25 | 0.00 | 1.2670 | 1.2498 | -0.0172 |
| 2.50 | 0.8650 | 0.9994 | 0.1344 |
| 5.00 | 0.8167 | 0.8384 | 0.0217 |
| 10.00 | 0.7441 | 0.6875 | -0.0566 |
| 15.00 | 0.5205 | 0.6445 | 0.1240 |
| 20.00 | 0.5116 | 0.5694 | 0.0578 |
| 2.50 | 0.00 | 2.5189 | 2.6131 | 0.0942 |
| 2.50 | 2.0960 | 2.0450 | -0.0510 |
| 5.00 | 1.9014 | 1.6382 | -0.2632 |
| 10.00 | 1.1620 | 1.5317 | 0.3697 |
| 15.00 | 1.3546 | 1.3659 | 0.0113 |
| 20.00 | 1.1966 | 1.1695 | -0.0271 |
| Cu | 0.50 | 0.00 | 0.5027 | 0.5014 | -0.0013 |
| 2.50 | 0.4065 | 0.3996 | -0.0069 |
| 5.00 | 0.3675 | 0.3530 | -0.0145 |
| 10.00 | 0.2984 | 0.3187 | 0.0203 |
| 15.00 | 0.2704 | 0.2881 | 0.0177 |
| 20.00 | 0.2939 | 0.2774 | -0.0165 |
| 1.25 | 0.00 | 1.2421 | 1.2432 | 0.0011 |
| 2.50 | 0.8339 | 0.9756 | 0.1417 |
| 5.00 | 0.8359 | 0.8492 | 0.0133 |
| 10.00 | 0.8839 | 0.7736 | -0.1103 |
| 15.00 | 0.7187 | 0.7576 | 0.0389 |
| 20.00 | 0.7593 | 0.6938 | -0.0655 |
| 2.50 | 0.00 | 2.4871 | 2.5149 | 0.0278 |
| 2.50 | 2.0528 | 1.9925 | -0.0603 |
| 5.00 | 1.8706 | 1.6383 | -0.2323 |
| 10.00 | 1.4491 | 1.6815 | 0.2324 |
| 15.00 | 1.5349 | 1.5821 | 0.0472 |
| 20.00 | 1.0491 | 1.4186 | 0.3695 |
| Zn | 0.50 | 0.00 | 0.4795 | 0.5187 | 0.0392 |
| 2.50 | 0.4328 | 0.4216 | -0.0112 |
| 5.00 | 0.3854 | 0.3670 | -0.0184 |
| 10.00 | 0.2092 | 0.3190 | 0.1098 |
| 15.00 | 0.2881 | 0.2903 | 0.0022 |
| 20.00 | 0.2860 | 0.2751 | -0.0109 |
| 1.25 | 0.00 | 1.2445 | 1.2436 | -0.0009 |
| 2.50 | 0.8231 | 1.0635 | 0.2404 |
| 5.00 | 0.8009 | 0.8961 | 0.0952 |
| 10.00 | 0.7518 | 0.7668 | 0.0150 |
| 15.00 | 0.5663 | 0.7178 | 0.1515 |
| 20.00 | 0.5565 | 0.6444 | 0.0879 |
| 2.50 | 0.00 | 2.5146 | 2.4946 | -0.0200 |
| 2.50 | 2.0558 | 1.9548 | -0.1010 |
| 5.00 | 1.8191 | 1.5939 | -0.2252 |
| 10.00 | 1.1143 | 1.5078 | 0.3935 |
| 15.00 | 1.3968 | 1.3684 | -0.0284 |
| 20.00 | 1.2707 | 1.2035 | -0.0672 |
| Mn | 0.50 | 0.00 | 0.5086 | 0.5161 | 0.0075 |
| 2.50 | 0.3843 | 0.3756 | -0.0087 |
| 5.00 | 0.3362 | 0.3239 | -0.0123 |
| 10.00 | 0.1943 | 0.2746 | 0.0803 |
| 15.00 | 0.2362 | 0.2379 | 0.0017 |
| 20.00 | 0.2240 | 0.2179 | -0.0061 |
| 1.25 | 0.00 | 1.2623 | 1.2446 | -0.0177 |
| 2.50 | 0.8431 | 0.8829 | 0.0398 |
| 5.00 | 0.7974 | 0.7887 | -0.0087 |
| 10.00 | 0.7190 | 0.6575 | -0.0615 |
| 15.00 | 0.4988 | 0.6129 | 0.1141 |
| 20.00 | 0.4837 | 0.5433 | 0.0596 |
| 2.50 | 0.00 | 2.5023 | 2.4927 | -0.0096 |
| 2.50 | 1.8735 | 1.8062 | -0.0673 |
| 5.00 | 1.4471 | 1.4527 | 0.0056 |
| 10.00 | 1.2957 | 1.3697 | 0.0740 |
| 15.00 | 1.2118 | 1.2256 | 0.0138 |
| 20.00 | 1.0876 | 1.0511 | -0.0365 |
| Cd | 0.50 | 0.00 | 0.5011 | 0.5034 | 0.0023 |
| 2.50 | 0.4199 | 0.3976 | -0.0223 |
| 5.00 | 0.3744 | 0.3488 | -0.0256 |
| 10.00 | 0.2793 | 0.3065 | 0.0272 |
| 15.00 | 0.2745 | 0.2711 | -0.0034 |
| 20.00 | 0.2964 | 0.2520 | -0.0444 |
| 1.25 | 0.00 | 1.2565 | 1.2484 | -0.0081 |
| 2.50 | 0.8527 | 1.0117 | 0.1590 |
| 5.00 | 0.7915 | 0.8573 | 0.0658 |
| 10.00 | 0.6840 | 0.7323 | 0.0483 |
| 15.00 | 0.4486 | 0.6896 | 0.2410 |
| 20.00 | 0.4262 | 0.6218 | 0.1956 |
| 2.50 | 0.00 | 2.4897 | 2.4868 | -0.0029 |
| 2.50 | 2.1159 | 1.9706 | -0.1453 |
| 5.00 | 1.8880 | 1.6156 | -0.2724 |
| 10.00 | 1.1677 | 1.5340 | 0.3663 |
| 15.00 | 1.4524 | 1.4183 | -0.0341 |
| 20.00 | 1.3478 | 1.2581 | -0.0897 |
| Ni | 0.50 | 0.00 | 0.4897 | 0.4881 | -0.0016 |
| 2.50 | 0.3791 | 0.3708 | -0.0083 |
| 5.00 | 0.3319 | 0.3176 | -0.0143 |
| 10.00 | 0.2517 | 0.2632 | 0.0115 |
| 15.00 | 0.2216 | 0.2212 | -0.0004 |
| 20.00 | 0.2044 | 0.1936 | -0.0108 |
| 1.25 | 0.00 | 1.2692 | 1.2527 | -0.0165 |
| 2.50 | 0.8374 | 1.0121 | 0.1747 |
| 5.00 | 0.7735 | 0.8198 | 0.0463 |
| 10.00 | 0.6747 | 0.6702 | -0.0045 |
| 15.00 | 0.4487 | 0.6038 | 0.1551 |
| 20.00 | 0.4277 | 0.5313 | 0.1036 |
| 2.50 | 0.00 | 2.5166 | 2.5466 | 0.0300 |
| 2.50 | 2.1650 | 2.0678 | -0.0972 |
| 5.00 | 1.9245 | 1.6538 | -0.2707 |
| 10.00 | 1.2176 | 1.5100 | 0.2924 |
| 15.00 | 1.3566 | 1.3364 | -0.0202 |
| 20.00 | 1.1634 | 1.1309 | -0.0325 |
| Pb | 0.50 | 0.00 | 0.5065 | 0.5159 | 0.0094 |
| 2.50 | 0.4131 | 0.3966 | -0.0165 |
| 5.00 | 0.3725 | 0.3530 | -0.0195 |
| 10.00 | 0.2576 | 0.2827 | 0.0251 |
| 15.00 | 0.2782 | 0.2457 | -0.0325 |
| 20.00 | 0.2163 | 0.2203 | 0.0040 |
| 1.25 | 0.00 | 1.2301 | 1.2568 | 0.0267 |
| 2.50 | 0.8885 | 1.0543 | 0.1658 |
| 5.00 | 0.8267 | 0.8889 | 0.0622 |
| 10.00 | 0.7391 | 0.7141 | -0.0250 |
| 15.00 | 0.5054 | 0.6177 | 0.1123 |
| 20.00 | 0.4956 | 0.5504 | 0.0548 |
| 2.50 | 0.00 | 2.4852 | 2.4825 | -0.0027 |
| 2.50 | 2.0624 | 1.9648 | -0.0976 |
| 5.00 | 1.8735 | 1.5834 | -0.2901 |
| 10.00 | 1.4968 | 1.4740 | -0.0228 |
| 15.00 | 1.4035 | 1.3354 | -0.0681 |
| 20.00 | 1.2769 | 1.1677 | -0.1092 |
| Ca | 0.50 | 0.00 | 0.4893 | 0.4974 | 0.0081 |
| 2.50 | 0.5184 | 0.4995 | -0.0189 |
| 5.00 | 0.4111 | 0.4642 | 0.0531 |
| 10.00 | 0.3466 | 0.4146 | 0.0680 |
| 15.00 | 0.3772 | 0.4559 | 0.0787 |
| 20.00 | 0.3933 | 0.3982 | 0.0049 |
| 1.25 | 0.00 | 1.2574 | 1.2446 | -0.0128 |
| 2.50 | 0.8988 | 1.0564 | 0.1576 |
| 5.00 | 0.8993 | 0.9350 | 0.0357 |
| 10.00 | 0.8878 | 0.8629 | -0.0249 |
| 15.00 | 0.7049 | 0.7951 | 0.0902 |
| 20.00 | 0.7146 | 0.8754 | 0.1608 |
| 2.50 | 0.00 | 2.4884 | 2.483 | -0.0054 |
| 2.50 | 2.0378 | 2.0261 | -0.0117 |
| 5.00 | 1.8782 | 1.6727 | -0.2055 |
| 10.00 | 1.4479 | 1.7092 | 0.2613 |
| 15.00 | 1.5390 | 1.5789 | 0.0399 |
| 20.00 | 1.4450 | 1.5786 | 0.1336 |
| Mg | 0.50 | 0.00 | 0.5126 | 0.5095 | -0.0031 |
| 2.50 | 0.4286 | 0.3703 | -0.0583 |
| 5.00 | 0.3656 | 0.3223 | -0.0433 |
| 10.00 | 0.2692 | 0.2745 | 0.0053 |
| 15.00 | 0.2255 | 0.2376 | 0.0121 |
| 20.00 | 0.2215 | 0.2179 | -0.0036 |
| 1.25 | 0.00 | 1.2529 | 1.2515 | -0.0014 |
| 2.50 | 0.8398 | 0.9597 | 0.1199 |
| 5.00 | 0.7935 | 0.8003 | 0.0068 |
| 10.00 | 0.7088 | 0.6894 | -0.0194 |
| 15.00 | 0.5195 | 0.5951 | 0.0756 |
| 20.00 | 0.5037 | 0.5437 | 0.0400 |
| 2.50 | 0.00 | 2.5009 | 2.5014 | 0.0005 |
| 2.50 | 1.9706 | 1.9828 | 0.0122 |
| 5.00 | 1.7936 | 1.5886 | -0.2050 |
| 10.00 | 0.9932 | 1.4951 | 0.5019 |
| 15.00 | 1.1939 | 1.3333 | 0.1394 |
| 20.00 | 1.1644 | 1.1537 | -0.0107 |
| S | 0.50 | 0.00 | 0.4946 | 0.5146 | 0.0200 |
| 2.50 | 0.4790 | 0.4730 | -0.0060 |
| 5.00 | 0.4266 | 0.4525 | 0.0259 |
| 10.00 | 0.4023 | 0.4156 | 0.0133 |
| 15.00 | 0.3577 | 0.4351 | 0.0774 |
| 20.00 | 0.3682 | 0.4068 | 0.0386 |
| 1.25 | 0.00 | 1.2667 | 1.2438 | -0.0229 |
| 2.50 | 0.9432 | 1.1284 | 0.1852 |
| 5.00 | 0.9111 | 1.2315 | 0.3204 |
| 10.00 | 0.9021 | 0.9182 | 0.0161 |
| 15.00 | 0.7059 | 0.8296 | 0.1237 |
| 20.00 | 0.6956 | 0.8178 | 0.1222 |
| 2.50 | 0.00 | 2.4876 | 2.4961 | 0.0085 |
| 2.50 | 2.5331 | 2.3980 | -0.1351 |
| 5.00 | 2.3813 | 1.8748 | -0.5065 |
| 10.00 | 1.9616 | 1.8241 | -0.1375 |
| 15.00 | 1.9269 | 1.7253 | -0.2016 |
| 20.00 | 1.8046 | 1.5842 | -0.2204 |

由表9、10可见，锂具有基体效应，随着基体浓度的增大基体效应越明显，结合表11加入锂基体后各杂质元素的含量表明碳酸锂基体和氯化锂基体总体区别不大，综合考虑采用加入碳酸锂的形式添加锂基体。

由表9、10考虑样品杂质含量较低，故称样量不宜过低，综合考虑本试验选择了锂浓度5 mg/mL，从而确定了定容于50mL容量瓶的碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂产品的称样量见下表12，称样量精确至0.0001g。

表12 试样称样量

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 试样名称 | 碳酸锂 | 单水氢氧化锂 | 氯化锂 |
| 称样量/g | 1.33 | 1.51 | 1.53 |

### 3.8.4检测下限

用含高纯基体的空白样进行11次平行测定计算标准偏差，以3倍的标准偏差计算元素的检出限，以10倍的标准偏差作为方法的检测下限，并分别按表10的称取样品定容至50 mL将测定的下限值换算成质量分数，各元素的线性系数R2、检出限、测定下限如下表13。

表13 各元素的检出限、测定下限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 线性系数R2 | 检出限μg/mL | 测定下限μg/mL | 碳酸锂测定下限% | 单水氢氧化锂测定下限% | 氯化锂测定下限% |
| Al | 0.99989 | 0.00660 | 0.0220 | 0.0000827 | 0.0000728 | 0.0000720 |
| Fe | 0.99997 | 0.00179 | 0.00597 | 0.0000224 | 0.0000197 | 0.0000195 |
| Cu | 0.99983 | 0.00147 | 0.00490 | 0.0000184 | 0.0000162 | 0.0000160 |
| Zn | 0.99977 | 0.000595 | 0.00198 | 0.00000744 | 0.00000655 | 0.00000648 |
| Mn | 0.99982 | 0.000392 | 0.00131 | 0.00000492 | 0.00000433 | 0.00000429 |
| Cd | 0.99992 | 0.000633 | 0.00211 | 0.00000789 | 0.00000698 | 0.00000691 |
| Ni | 0.99995 | 0.00224 | 0.00747 | 0.0000281 | 0.0000247 | 0.0000245 |
| Pb | 0.99993 | 0.0144 | 0.0480 | 0.000180 | 0.000159 | 0.000157 |
| Ca | 0.99966 | 0.00543 | 0.0181 | 0.0000680 | 0.0000599 | 0.0000593 |
| Mg | 0.99994 | 0.000855 | 0.00285 | 0.0000107 | 0.00000943 | 0.00000933 |
| S | 0.99993 | 0.0109 | 0.0363 | 0.000136 | 0.000120 | 0.000119 |

### 3.9 方法准确性

为了考察方法的准确性，本试验分别称取6份高纯碳酸锂2.6616g于200mL烧杯中，缓慢加入20.00mL硝酸（1+1），于低温处溶至清亮，冷却。移入6个100mL分别移取0.00mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL、5.00mL、10.00mL、20.00mL混合标准贮存溶液（各杂质元素浓度25μg/mL）于100mL容量瓶中，定容，摇匀，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，按推荐的分析谱线在最佳仪器条件下分别测定各杂质的发射强度。以各元素的质量浓度为横坐标，对应的发射强度为纵坐标绘制各元素的工作曲线。因工业级氯化锂杂质含量较低，未在检测限以上，故本试验采用称取4份工业级氯化锂1.5274g于200mL烧杯中，缓慢加入20 .00mL硝酸（1+1），于低温处溶至清亮，冷却，转移至50 mL容量瓶中，再分别加入0.50μg/mL的杂质含量，以此作为样品本底杂质含量，再分别加入0.00μg/mL 、0.50μg/mL、1.00μg/mL、1.50μg/mL，后定容，测定结果，计算回收率，结果见表14。

表14 方法准确性试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 本底μg/mL | 加入量μg/mL | 测定值μg/mL | 回收率% |
| Al | 0.4959 | 0.50 | 0.9902 | 98.86 |
| 1.00 | 1.4762 | 98.03 |
| 1.50 | 1.9712 | 98.35 |
| Fe | 0.5064 | 0.50 | 0.9977 | 98.26 |
| 1.00 | 1.5042 | 99.78 |
| 1.50 | 1.9676 | 97.41 |
| Cu | 0.4982 | 0.50 | 0.9828 | 96.92 |
| 1.00 | 1.4941 | 99.59 |
| 1.50 | 2.0125 | 100.95 |
| Zn | 0.4979 | 0.50 | 0.9648 | 93.38 |
| 1.00 | 1.4703 | 97.24 |
| 1.50 | 1.9830 | 99.01 |
| Mn | 0.4858 | 0.50 | 0.9715 | 97.14 |
| 1.00 | 1.4734 | 98.76 |
| 1.50 | 1.9847 | 99.93 |
| Cd | 0.4935 | 0.50 | 0.9938 | 100.06 |
| 1.00 | 1.4301 | 93.66 |
| 1.50 | 1.9459 | 96.83 |
| Ni | 0.4901 | 0.50 | 0.9785 | 97.68 |
| 1.00 | 1.4705 | 98.04 |
| 1.50 | 1.9799 | 99.32 |
| Pb | 0.4943 | 0.50 | 1.0201 | 105.16 |
| 1.00 | 1.5298 | 103.55 |
| 1.50 | 2.0579 | 104.24 |
| Ca | 1.0258 | 0.50 | 1.5283 | 100.50 |
| 1.00 | 2.0122 | 98.64 |
| 1.50 | 2.4355 | 93.98 |
| Mg | 0.5187 | 0.50 | 1.0110 | 98.46 |
| 1.00 | 1.5136 | 99.49 |
| 1.50 | 2.0315 | 100.85 |
| S | 1.2878 | 0.50 | 1.7839 | 99.22 |
| 1.00 | 2.2510 | 96.32 |
| 1.50 | 2.7118 | 94.93 |

由表12可见回收率在之间90~105%，能满足分析要求。

### 3.10 方法精密度试验

由于没有各杂质元素均在1~5.00mg/kg的样品，制成溶液又很容易被污染。故本实验采用向单水氢氧化锂样品中加入一定量的杂质元素，并以该单水氢氧化锂作为样品空白，而后按试验方法进行测定得出数据结果。

统一样品A：试验采用称取单水氢氧化锂1.51g（精确至0.0001g）于200mL烧杯中，缓慢加入10.00 mL硝酸（1+1），于低温处溶至清亮，冷却。转移至50mL中，再移取0.30mL混合标准贮存溶液（25μg/mL）于该容量瓶中，定容，摇匀。按试验方法进行11次平行测定。

统一样品B：试验采用称取单水氢氧化锂1.51g（精确至0.0001g）于200mL烧杯中，缓慢加入10.00 mL硝酸（1+1），于低温处溶至清亮，冷却。转移至50mL中，再移取1.00mL混合标准贮存溶液（25μg/mL）于该容量瓶中，定容，摇匀。按试验方法进行11次平行测定。

统一样品C：试验采用称取单水氢氧化锂1.51g（精确至0.0001g）于200mL烧杯中，缓慢加入10.00 mL硝酸（1+1），于低温处溶至清亮，冷却。转移至50mL中，再移取2.00mL混合标准贮存溶液（25μg/mL）于该容量瓶中，定容，摇匀。按试验方法进行11次平行测定。

统一样品D：试验采用称取单水氢氧化锂1.51g（精确至0.0001g）于200mL烧杯中，缓慢加入10.00 mL硝酸（1+1），于低温处溶至清亮，冷却。转移至50mL中，再移取3.00mL混合标准贮存溶液（25μg/mL）于该容量瓶中，定容，摇匀。按试验方法进行11次平行测定。

统一样品E：试验采用称取单水氢氧化锂1.51g（精确至0.0001g）于200mL烧杯中，缓慢加入10.00 mL硝酸（1+1），于低温处溶至清亮，冷却。转移至50mL中，再移取4.00mL混合标准贮存溶液（25μg/mL）于该容量瓶中，定容，摇匀。按试验方法进行11次平行测定。

统一样品F：试验采用称取单水氢氧化锂1.51g（精确至0.0001g）于200mL烧杯中，缓慢加入10.00 mL硝酸（1+1），于低温处溶至清亮，冷却。转移至50mL中，再移取8.00mL混合标准贮存溶液（25μg/mL）于该容量瓶中，定容，摇匀。按试验方法进行11次平行测定。

统一样品结果统计见表15、表16、表17、表18、表19、表20。(杂质结果单位为mg/kg)。

表15 样品A方法密度精试验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 次数 | 各元素含量mg/kg | | | | | | | | | | |
| Al | Fe | Cu | Zn | Mn | Cd | Ni | Pb | Ca | Mg | S |
| 1 | 4.639 | 4.9142 | 4.5609 | 4.7969 | 4.7689 | 4.7538 | 4.9379 | 5.1053 | 4.9846 | 4.712 | 4.3998 |
| 2 | 4.6162 | 4.8511 | 4.5353 | 4.801 | 4.7494 | 4.8189 | 5.038 | 5.063 | 4.8606 | 4.7074 | 4.3884 |
| 3 | 4.6759 | 4.8072 | 4.5884 | 4.8037 | 4.8081 | 4.7984 | 5.1367 | 5.1563 | 4.9324 | 4.7378 | 4.4249 |
| 4 | 4.5609 | 4.8085 | 4.516 | 4.7855 | 4.7381 | 4.8476 | 4.941 | 4.9704 | 4.7538 | 4.6578 | 4.328 |
| 5 | 4.6737 | 4.9179 | 4.6336 | 4.8814 | 4.8405 | 4.9392 | 5.0235 | 5.1587 | 4.7479 | 4.6339 | 4.401 |
| 6 | 4.5101 | 4.8664 | 4.5613 | 4.8083 | 4.7832 | 4.8183 | 5.1267 | 5.0162 | 4.8872 | 4.7141 | 4.1386 |
| 7 | 4.5767 | 4.8789 | 4.5903 | 4.8382 | 4.5518 | 4.9169 | 5.0204 | 5.1483 | 4.7233 | 4.7406 | 4.9834 |
| 8 | 4.5637 | 4.9255 | 4.5705 | 4.8661 | 4.7846 | 5.0973 | 5.0651 | 5.1638 | 4.9036 | 4.8125 | 5.0431 |
| 9 | 4.4828 | 4.8837 | 4.4379 | 4.9317 | 4.8588 | 4.8001 | 4.9393 | 4.922 | 4.6305 | 4.7768 | 4.7283 |
| 10 | 4.7385 | 4.8183 | 4.5078 | 4.8963 | 4.6931 | 5.1019 | 5.005 | 5.1474 | 4.728 | 4.734 | 4.6966 |
| 11 | 4.5104 | 4.8098 | 4.4722 | 4.729 | 4.6795 | 4.9722 | 4.8847 | 4.9915 | 4.7449 | 4.6879 | 4.7671 |
| 平均 | 4.5953 | 4.8620 | 4.5431 | 4.8307 | 4.7505 | 4.8968 | 5.0108 | 5.0766 | 4.8088 | 4.7195 | 4.5727 |
| SD | 0.08 | 0.05 | 0.06 | 0.06 | 0.09 | 0.12 | 0.08 | 0.09 | 0.11 | 0.05 | 0.29 |
| RSD | 1.76 | 0.95 | 1.25 | 1.21 | 1.81 | 2.45 | 1.60 | 1.74 | 2.28 | 1.07 | 6.30 |

表16 样品B方法密度精试验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 次数 | 各元素含量mg/kg | | | | | | | | | | |
| Al | Fe | Cu | Zn | Mn | Cd | Ni | Pb | Ca | Mg | S |
| 1 | 16.160 | 16.989 | 16.317 | 17.517 | 16.912 | 18.852 | 17.736 | 18.614 | 16.539 | 17.283 | 15.073 |
| 2 | 16.260 | 17.338 | 16.264 | 17.398 | 16.838 | 18.649 | 17.488 | 18.429 | 16.756 | 17.176 | 15.130 |
| 3 | 16.287 | 17.291 | 16.309 | 17.491 | 16.863 | 18.735 | 17.515 | 17.528 | 16.614 | 17.174 | 14.777 |
| 4 | 16.382 | 17.394 | 16.417 | 17.532 | 16.932 | 18.803 | 16.689 | 18.474 | 15.812 | 17.267 | 15.054 |
| 5 | 15.740 | 17.255 | 16.256 | 17.649 | 16.696 | 18.423 | 17.464 | 17.930 | 16.773 | 17.095 | 14.796 |
| 6 | 16.315 | 17.259 | 16.253 | 17.169 | 16.583 | 18.328 | 17.201 | 18.069 | 16.639 | 17.034 | 14.920 |
| 7 | 16.061 | 16.840 | 16.063 | 16.977 | 16.404 | 18.129 | 17.017 | 17.972 | 16.658 | 16.342 | 14.979 |
| 8 | 16.174 | 17.460 | 16.169 | 17.125 | 16.593 | 18.242 | 17.147 | 17.869 | 16.435 | 16.921 | 15.034 |
| 9 | 16.195 | 17.108 | 16.222 | 17.251 | 16.607 | 18.297 | 17.289 | 18.007 | 16.502 | 17.032 | 15.883 |
| 10 | 16.267 | 16.648 | 16.397 | 16.576 | 16.071 | 17.841 | 16.705 | 17.566 | 16.067 | 16.574 | 15.725 |
| 11 | 15.603 | 16.678 | 16.250 | 16.794 | 15.966 | 17.767 | 17.743 | 18.429 | 16.594 | 16.820 | 15.961 |
| 平均 | 16.131 | 17.114 | 16.265 | 17.225 | 16.588 | 18.370 | 17.272 | 18.081 | 16.490 | 16.974 | 15.212 |
| SD | 0.24 | 0.29 | 0.10 | 0.34 | 0.33 | 0.37 | 0.36 | 0.37 | 0.30 | 0.30 | 0.43 |
| RSD | 1.52 | 1.67 | 0.61 | 1.96 | 1.96 | 2.01 | 2.11 | 2.02 | 1.79 | 1.74 | 2.83 |

表17 样品C方法密度精试验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 次数 | 各元素含量mg/kg | | | | | | | | | | |
| Al | Fe | Cu | Zn | Mn | Cd | Ni | Pb | Ca | Mg | S |
| 1 | 32.790 | 34.584 | 32.473 | 33.758 | 33.394 | 37.940 | 34.406 | 36.506 | 33.036 | 33.609 | 29.656 |
| 2 | 32.721 | 34.195 | 31.640 | 32.919 | 32.516 | 37.459 | 34.730 | 35.951 | 32.604 | 33.404 | 30.326 |
| 3 | 32.969 | 34.491 | 31.312 | 33.599 | 33.229 | 37.869 | 35.248 | 36.490 | 33.076 | 33.684 | 29.339 |
| 4 | 32.513 | 32.672 | 32.036 | 33.390 | 32.878 | 37.722 | 35.033 | 36.275 | 33.177 | 33.586 | 30.182 |
| 5 | 32.750 | 34.159 | 31.728 | 33.036 | 32.583 | 37.407 | 34.784 | 35.834 | 33.045 | 33.489 | 29.246 |
| 6 | 32.733 | 34.128 | 32.044 | 33.437 | 33.050 | 37.508 | 34.949 | 35.843 | 33.091 | 33.489 | 28.859 |
| 7 | 32.779 | 34.135 | 31.575 | 33.179 | 32.488 | 37.604 | 34.983 | 35.861 | 32.921 | 33.681 | 30.123 |
| 8 | 32.946 | 34.163 | 31.939 | 33.320 | 32.666 | 37.594 | 34.823 | 35.976 | 33.311 | 33.462 | 28.535 |
| 9 | 32.808 | 32.490 | 32.535 | 32.231 | 31.590 | 37.269 | 34.841 | 35.250 | 33.835 | 32.517 | 28.935 |
| 10 | 32.325 | 33.120 | 32.249 | 33.184 | 31.709 | 37.056 | 34.943 | 35.834 | 32.589 | 32.726 | 30.073 |
| 11 | 32.745 | 33.600 | 31.622 | 32.116 | 32.148 | 37.544 | 34.294 | 35.029 | 31.984 | 33.240 | 29.474 |
| 平均 | 32.734 | 33.794 | 31.923 | 33.106 | 32.568 | 37.543 | 34.821 | 35.895 | 32.970 | 33.353 | 29.523 |
| SD | 0.18 | 0.72 | 0.39 | 0.52 | 0.58 | 0.25 | 0.27 | 0.45 | 0.47 | 0.39 | 0.60 |
| RSD | 0.55 | 2.14 | 1.22 | 1.57 | 1.77 | 0.67 | 0.78 | 1.26 | 1.42 | 1.16 | 2.04 |

表18样品D方法密度精试验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 次数 | 各元素含量mg/kg | | | | | | | | | | |
| Al | Fe | Cu | Zn | Mn | Cd | Ni | Pb | Ca | Mg | S |
| 1 | 46.446 | 49.594 | 46.424 | 48.470 | 47.635 | 51.878 | 50.890 | 51.491 | 46.853 | 49.036 | 41.752 |
| 2 | 46.349 | 49.474 | 46.549 | 48.792 | 47.716 | 52.088 | 51.491 | 51.835 | 47.856 | 49.072 | 42.048 |
| 3 | 46.914 | 49.236 | 46.915 | 48.727 | 48.638 | 52.192 | 51.130 | 51.709 | 47.620 | 48.891 | 41.952 |
| 4 | 46.797 | 49.449 | 46.673 | 49.074 | 47.659 | 52.075 | 50.566 | 51.578 | 46.106 | 48.554 | 42.070 |
| 5 | 46.866 | 49.615 | 46.975 | 49.115 | 47.903 | 52.674 | 50.957 | 52.340 | 47.908 | 49.495 | 42.739 |
| 6 | 47.289 | 49.732 | 47.180 | 49.601 | 48.218 | 53.583 | 51.043 | 53.113 | 48.630 | 50.273 | 43.011 |
| 7 | 47.706 | 50.234 | 47.716 | 50.017 | 48.645 | 53.590 | 51.954 | 52.976 | 48.547 | 50.213 | 42.712 |
| 8 | 47.340 | 49.758 | 47.328 | 49.292 | 47.928 | 52.890 | 50.964 | 52.634 | 49.272 | 49.709 | 42.503 |
| 9 | 47.513 | 50.362 | 47.586 | 49.578 | 48.347 | 52.477 | 51.540 | 52.086 | 48.037 | 49.298 | 42.347 |
| 10 | 47.737 | 50.116 | 47.326 | 49.483 | 48.136 | 53.332 | 51.263 | 53.209 | 48.933 | 49.723 | 43.526 |
| 11 | 46.938 | 49.738 | 46.645 | 48.818 | 47.326 | 52.360 | 50.817 | 52.680 | 47.615 | 48.988 | 42.453 |
| 平均 | 47.127 | 49.787 | 47.068 | 49.277 | 48.089 | 52.715 | 51.170 | 52.376 | 47.946 | 49.452 | 42.471 |
| SD | 0.48 | 0.35 | 0.43 | 0.56 | 0.48 | 0.63 | 0.38 | 0.62 | 0.87 | 0.57 | 0.49 |
| RSD | 1.01 | 0.70 | 0.92 | 1.13 | 1.00 | 1.20 | 0.75 | 1.18 | 1.82 | 1.16 | 1.16 |

表19样品E方法密度精试验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 次数 | 各元素含量mg/kg | | | | | | | | | | |
| Al | Fe | Cu | Zn | Mn | Cd | Ni | Pb | Ca | Mg | S |
| 1 | 63.669 | 65.626 | 63.027 | 66.000 | 64.172 | 71.037 | 68.303 | 70.120 | 64.270 | 65.751 | 57.617 |
| 2 | 63.175 | 65.020 | 62.553 | 66.019 | 64.168 | 70.795 | 68.408 | 70.159 | 64.555 | 66.149 | 57.600 |
| 3 | 63.896 | 64.916 | 63.336 | 65.929 | 64.141 | 70.933 | 68.013 | 70.060 | 63.872 | 66.147 | 57.191 |
| 4 | 63.494 | 65.243 | 63.141 | 66.464 | 64.500 | 71.019 | 68.232 | 70.111 | 63.583 | 65.887 | 56.624 |
| 5 | 63.147 | 64.988 | 62.609 | 65.670 | 63.601 | 70.390 | 67.528 | 69.749 | 63.562 | 65.779 | 57.267 |
| 6 | 63.459 | 64.704 | 62.995 | 66.193 | 64.099 | 71.124 | 67.807 | 70.240 | 64.717 | 66.042 | 56.651 |
| 7 | 62.703 | 65.126 | 62.283 | 65.787 | 63.578 | 70.303 | 67.606 | 70.007 | 62.978 | 65.399 | 56.878 |
| 8 | 63.557 | 65.284 | 63.026 | 66.048 | 64.031 | 69.973 | 67.392 | 69.679 | 63.280 | 65.509 | 56.756 |
| 9 | 63.190 | 65.084 | 62.405 | 65.418 | 63.354 | 69.911 | 67.116 | 69.739 | 63.769 | 65.403 | 55.804 |
| 10 | 63.301 | 65.112 | 62.169 | 65.232 | 63.112 | 69.863 | 67.180 | 69.781 | 63.157 | 66.056 | 56.803 |
| 11 | 63.470 | 64.682 | 63.024 | 65.846 | 63.805 | 69.320 | 67.927 | 70.031 | 63.718 | 65.420 | 55.900 |
| 平均 | 63.369 | 65.071 | 62.779 | 65.873 | 63.869 | 70.424 | 67.774 | 69.971 | 63.769 | 65.776 | 56.826 |
| SD | 0.32 | 0.27 | 0.39 | 0.34 | 0.42 | 0.60 | 0.45 | 0.20 | 0.56 | 0.30 | 0.59 |
| RSD | 0.50 | 0.41 | 0.62 | 0.52 | 0.65 | 0.86 | 0.66 | 0.28 | 0.87 | 0.46 | 1.05 |

表20样品F方法密度精试验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 次数 | 各元素含量mg/kg | | | | | | | | | | |
| Al | Fe | Cu | Zn | Mn | Cd | Ni | Pb | Ca | Mg | S |
| 1 | 130.73 | 134.26 | 130.10 | 136.99 | 134.34 | 146.03 | 135.63 | 137.83 | 131.31 | 135.34 | 120.04 |
| 2 | 130.33 | 134.63 | 129.31 | 137.97 | 134.74 | 147.48 | 137.18 | 139.16 | 132.16 | 137.21 | 119.91 |
| 3 | 132.20 | 136.09 | 131.47 | 138.81 | 135.86 | 148.86 | 138.02 | 139.23 | 132.37 | 136.62 | 120.62 |
| 4 | 133.23 | 137.07 | 132.33 | 140.22 | 137.15 | 149.83 | 138.94 | 140.34 | 134.03 | 138.31 | 120.20 |
| 5 | 131.77 | 135.00 | 130.39 | 138.29 | 134.76 | 148.40 | 137.63 | 138.92 | 134.22 | 136.72 | 116.80 |
| 6 | 133.26 | 135.48 | 132.25 | 138.18 | 135.14 | 147.62 | 137.27 | 138.48 | 131.36 | 137.32 | 119.23 |
| 7 | 133.49 | 136.79 | 132.57 | 140.51 | 136.82 | 149.31 | 139.62 | 140.45 | 131.74 | 137.64 | 121.17 |
| 8 | 132.44 | 135.30 | 131.58 | 138.85 | 135.61 | 147.52 | 137.46 | 139.27 | 132.34 | 137.77 | 120.88 |
| 9 | 131.97 | 134.95 | 131.10 | 138.93 | 135.28 | 147.94 | 137.16 | 137.69 | 131.40 | 136.99 | 118.99 |
| 10 | 132.12 | 134.90 | 130.98 | 138.39 | 134.86 | 147.69 | 137.09 | 138.62 | 131.74 | 136.49 | 118.81 |
| 11 | 131.42 | 133.63 | 130.51 | 136.59 | 133.70 | 146.43 | 136.31 | 137.37 | 130.81 | 135.68 | 117.93 |
| 平均 | 132.09 | 135.28 | 131.15 | 138.52 | 135.30 | 147.92 | 137.48 | 138.85 | 132.14 | 136.92 | 119.51 |
| SD | 1.01 | 1.03 | 1.02 | 1.17 | 1.02 | 1.14 | 1.10 | 1.00 | 1.09 | 0.88 | 1.32 |
| RSD | 0.77 | 0.76 | 0.78 | 0.85 | 0.76 | 0.77 | 0.80 | 0.72 | 0.83 | 0.64 | 1.11 |

### 3.11一验单位实验数据

### 3.12二验单位实验数据

见附表2

# 四、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及专利问题。

# 五、预期达到的社会效益等情况

## 1. 项目的必要性简述

目前，国内关于碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂中钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝的测定的分析标准有GB/T 11064—2013《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 第16部分：钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝、铁、硫量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》，该标准适用于于碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂中钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝、铁、硫酸根量的测定，测定范围为锰、镉、锌、镍0.0001% ~ 0.0080%；钙、铝、铜、镁0.0002% ~ 0.0080%；铝0.0004% ~ 0.0080%。

GB/T 11064.16 标准通过长时间的运行，发现标准文本中缺失铁和硫两项元素，同时标准文本中序号存在错位的情况。

## 2. 项目的可行性简述

天齐锂业牵头制定了电池级碳酸锂、电池级单水氢氧化锂、电池级磷酸二氢锂、电池级无水氯化锂、锂辉石精矿、锂铝合金等标准，完成国家、行业和团体标准等30余项。

在修订标准方法过程中，通过大量的实践，修改后的方法技术稳定，结果准确。

这为编制组修订《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 第16部分：钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》国家标准提供了有力的保证。

## 3. 标准的先进性、创新性、标准实施后预期产生的经济效益和社会效益

本标准规定的碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂中钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝的测定，体现行业发展的最新水平，分析方法满足各种原料生产的产品，检测方法科学可靠。

本标准为碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂生产企业、使用企业以及第三方检测机构提供了更为科学可靠的分析方法，减少供应商和客户之间因分析差异造成的纠纷。

通过对《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 第16部分：钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》分析方法的修订和实施，进一步促进了碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂在锂电行业，尤其是动力电池行业中的应用，将产生巨大的经济效益和社会效益。

# 六、采用国际标准和国外先进标准的情况

无。

# 七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性国家标准的协调配套情况

本标准完全满足现行国家法规的要求，标准格式规范。本标准属于碳酸锂、单水氢氧化锂和氯化锂行业的分析标准，没有现行的法律、法规、规章制度等对其要求，本领域没有强制性标准。

# 八、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准属于有色金属领域专业基础标准，编制组根据起草前确定的编制原则进行了标准起草，标准起草过程中未发生重大分歧意见。

# 九、标准性质的建议说明

建议该标准作为推荐性国家标准。

# 十、贯彻标准的要求和建议措施

本标准全面覆盖了碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法中钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝、铁、硫量的测定，建议相关单位组织专项标准宣贯会进行系统的学习与贯彻实施。

# 十一、废止现行相关标准的建议

建议废止原标准GB/T 11064—2013《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 第16部分：钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝量的测定》。

# 十二、其他应予说明的事项

无

# 十三、参考资料清单

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》

天齐锂业股份有限公司

《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法

第16部分：钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝量的测定》

国家标准编制小组

2022年7月