

ICS 77.120.99

CCS H 14

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.2—202X

锂硅合金化学分析方法

第2部分：铁、铬、镍含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of lithium-silicon alloys—

Part 2: Determination of iron, chromium, and nickel contents—

Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(送审稿)

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

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》给出的规则起草。

本文件是YS/T XXXX《锂硅合金化学分析方法》的第2部分。YS/T XXXX已经发布了以下部分：

——第1部分： 锂含量的测定 重量法；

——第2部分： 铁、铬、镍含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：国标（北京）检验认证有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、国合通用（青岛）测试评价有限公司、天齐锂业股份有限公司、北矿检测技术有限公司、金川集团股份有限公司、湖南航天天麓新材料检测有限责任公司、宜春赣锋锂业有限公司。

本文件主要起草人：XX。

引 言

锂硅合金是一种以锂、硅元素为主要组成成分的热电池阳极材料。研究表明，锂硅合金的理化性质与其化学成分之间有着密切联系，锂及杂质元素的含量多少直接影响着材料的比容量、比功率和稳定性。目前没有针对锂硅合金的检测标准，因此，建立一套针对锂硅合金符合其含量范围的标准，对于研究其材料的理化性能、改进制备工艺、把控产品质量，以及热电池性能提高具有十分重要的意义。

本文件拟由两部分组成。

——第1部分： 锂含量的测定 重量法；

——第2部分： 铁、铬、镍含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

本文件的制定为行业内形成对锂硅合金中铁、铬、镍元素含量的科学、统一的测试评价提供了重要依据，填补了国内外空白，对于提高检测结果的可靠性和可比性、减少供应商和客户之间因检测误差造成的商业纠纷、助力锂硅合金产业化发展具有十分重要的作用。

锂硅合金化学分析方法

第2部分：铁、铬、镍含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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

本文件规定了锂硅合金中铁、铬、镍含量的测定方法。

本文件适用于锂硅合金中铁、铬、镍含量的测定。各元素测定范围：0.0050%~0.50%。

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 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

GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

3 术语和定义

GB/T 17433 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

试料经硝酸、氢氟酸溶解后，用电感耦合等离子体原子发射光谱仪，采用基体匹配标准曲线法于推荐的分析线波长处测定各元素的含量。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，二级。

5.2 氢氟酸（ $\rho=1.16$ g/mL）。

5.3 硝酸（ $\rho=1.42$ g/mL）。

5.4 铁、铬、镍标准贮存溶液：采用有证标准样品，其质量浓度为 1000 μ g/mL。

5.5 混合标准溶液：分别移取 10.00 mL 铁、铬、镍单元素标准贮存溶液（5.3）置于 100 mL 容量瓶内，加入 5 mL 硝酸(5.2)，加水稀释至刻度，摇匀，此溶液 1mL 含各元素均为 100 μ g。

6 仪器设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪（配耐氢氟酸系统）。

——200 nm 时光学分辨率不大于 0.007 nm；400 nm 时光学分辨率不大于 0.020 nm。

——推荐的分析谱线，见表 1。

表 1 推荐的分析谱线

元素	波长/nm
Fe	238.20
Cr	267.71
Ni	231.60

7 样品

7.1 样品粒度应不大于 0.150 mm。

7.2 样品分析前应在惰性气体气氛或真空条件下保存，防止接触空气被氧化。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.20 g 样品（7），精确至 0.0001 g。

8.2 平行试验

平行做两份试验。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将试料（8.1）置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，将其置于装有去离子水的干燥器中。反应 24 小时后，待表面氧化为灰白色，吹少量去离子水，加入 5 mL 硝酸（5.3）和 2 mL 氢氟酸（5.2）加热至溶液清亮，取下冷却至室温。将试液移入 50 mL 塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，待测。

8.4.3 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪（6）上，按表 1 推荐的分析谱线测定空白试液（8.3）和试液（8.4.1）中铁、铬、镍的激发强度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 准确移取 0 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 铁、铬、镍混合标准溶液（5.7），分别置于一系列 100mL 塑料容量瓶中，溶液中的酸性成分及基体与试液（8.4）保持一致，用水稀释至刻度，摇匀。

8.5.2 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪选定的波长处进行测定。以待测元素的质量浓度为横坐标，强度值为纵坐标绘制工作曲线，工作曲线的线性相关系数应不小于 0.9995。

9 试验数据处理

各待测元素的含量以各待测元素质量分数 w_x 计，按公式（1）计算：

$$w_x = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ —测得试料溶液中杂质元素的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_0 —测得空白试液中杂质元素的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V —试料溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m —试料的质量，单位为克（g）。

计算结果保留两位有效数字，根据 GB/T 8170 进行数值修约。

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，精密度实验原始数据参见附录A。在表2给出的平均值范围内，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：

表 2 重复性限

元素	w/%	r/%
铁	0.012	0.0007
	0.052	0.0023
	0.41	0.016
铬	0.0055	0.0004
	0.051	0.0022
	0.25	0.016
镍	0.0053	0.0005
	0.051	0.0018
	0.16	0.0090

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，精密度实验原始数据参见附录A。在表3给出的平均值范围内，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外延法求得。

表 3 再现性限

元素	w/%	R/%
铁	0.012	0.0018
	0.052	0.0026
	0.41	0.028
铬	0.0055	0.0008
	0.051	0.0035
	0.25	0.018
镍	0.0053	0.0007
	0.051	0.0020
	0.16	0.010

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容：

- a) 样品；
- b) 本文件编号；
- c) 分析结果及其表示；
- d) 与基本分析步骤的差异；
- e) 测定中观察到的异常现象；
- f) 试验日期。

附 录 A
(资料性)
精密度试验原始数据

精密度数据是在 2022 年由 9 家实验室对铁、铬、镍含量的 3 个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的铁、铬、镍含量在重复性条件下独立测定。测定的原始数据见表 A. 1~A. 3。

A. 1 铁精密度数据

实验室	样品水平	测定次数						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1	0.0122	0.0122	0.0122	0.0120	0.0121	0.0123	0.0118
	2	0.0513	0.0514	0.0515	0.0521	0.0532	0.0524	0.0529
	3	0.419	0.408	0.405	0.416	0.406	0.412	0.403
2	1	0.0124	0.0126	0.0124	0.0128	0.0127	0.0127	0.0127
	2	0.0519	0.0526	0.0524	0.0526	0.0517	0.0520	0.0521
	3	0.422	0.426	0.428	0.422	0.422	0.430	0.423
3	1	0.0126	0.0135	0.0123	0.0127	0.0144	0.0132	0.0150
	2	0.0515	0.0522	0.0513	0.0519	0.0529	0.0537	0.0541
	3	0.416	0.426	0.429	0.431	0.418	0.413	0.416
4	1	0.0124	0.0124	0.0124	0.012	0.0124	0.0124	0.0121
	2	0.05208	0.05262	0.0519	0.0525	0.052	0.0525	0.0519
	3	0.418	0.418	0.414	0.415	0.4222	0.417	0.420
5	1	0.0118	0.0119	0.0123	0.0121	0.0120	0.0119	0.0117
	2	0.0520	0.0530	0.0518	0.0531	0.0543	0.0533	0.0521
	3	0.402	0.412	0.409	0.409	0.412	0.398	0.395
6	1							
	2	0.0528	0.0491	0.0516	0.0513	0.0509	0.0519	0.0501
	3	0.416	0.408	0.412	0.396	0.402	0.390	0.411
7	1	0.0116	0.0112	0.0111	0.0114	0.0114	0.0112	0.0110
	2	0.0520	0.0511	0.0513	0.0520	0.0523	0.0522	0.0521
	3	0.404	0.398	0.402	0.402	0.405	0.405	0.407
8	1							
	2							
	3	0.4032	0.4093	0.4092	0.4050	0.4042	0.4042	0.4057
8	1							
	2							
	3	0.421	0.423	0.422	0.428	0.415	0.426	0.427

A.2 铬精密度数据

实验室	样品水平	测定次数						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1	0.00537	0.00555	0.00545	0.00565	0.00536	0.00548	0.00552
	2	0.0508	0.0512	0.0519	0.0529	0.0508	0.0497	0.0493
	3	0.253	0.256	0.252	0.245	0.250	0.252	0.256
2	1	0.00573	0.00571	0.00575	0.00602	0.00598	0.00590	0.00563
	2	0.0483	0.0491	0.0479	0.0488	0.0485	0.0477	0.0485
	3							
3	1	0.00545	0.0054	0.0056	0.0053	0.0057	0.0051	0.0059
	2	0.0522	0.0514	0.0514	0.0516	0.0511	0.0513	0.0503
	3	0.241	0.249	0.231	0.234	0.253	0.258	0.259
4	1	0.00551	0.00553	0.00569	0.00544	0.00556	0.00543	0.00550
	2	0.0512	0.0513	0.0515	0.0526	0.0516	0.0529	0.0520
	3							
5	1	0.00548	0.00559	0.00546	0.00557	0.00532	0.00543	0.00548
	2	0.0516	0.0516	0.0511	0.0511	0.0519	0.0513	0.0516
	3	0.256	0.248	0.248	0.252	0.258	0.253	0.254
6	1	0.00548	0.00547	0.00531	0.00538	0.00529	0.00535	0.00532
	2	0.0516	0.0519	0.0501	0.0496	0.0502	0.0500	0.0496
	3	0.243	0.246	0.245	0.245	0.247	0.243	0.245
7	1	0.00520	0.00519	0.00506	0.00522	0.00494	0.00488	0.00515
	2	0.0515	0.0492	0.0521	0.0518	0.0502	0.0508	0.0489
	3	0.241	0.245	0.259	0.243	0.248	0.246	0.249
8	1	0.0058	0.0058	0.0056	0.0057	0.0057	0.0055	0.0061
	2	0.0517	0.0508	0.0508	0.0506	0.0501	0.0507	0.0505
	3							
9	1	0.00513	0.00522	0.00521	0.00522	0.00523	0.00526	0.00518
	2	0.0512	0.0509	0.0512	0.0508	0.0516	0.0517	0.0516
	3	0.245	0.249	0.246	0.249	0.240	0.239	0.252

A.3 镍精密度数据

实验室	样品水平	测定次数						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1	0.00549	0.00532	0.00568	0.00559	0.00512	0.00532	0.00526
	2	0.0507	0.0512	0.0508	0.0513	0.0509	0.0521	0.0503
	3	0.162	0.167	0.158	0.158	0.164	0.167	0.171
2	1	0.00507	0.00505	0.00496	0.00523	0.00525	0.00518	0.00501
	2							
	3	0.165	0.160	0.166	0.162	0.159	0.159	0.161
3	1	0.00568	0.0057	0.0052	0.0051	0.0050	0.0058	0.0054
	2	0.0503	0.0511	0.0508	0.0506	0.0511	0.0519	0.0521
	3	0.174	0.169	0.159	0.161	0.167	0.158	0.162
4	1	0.00544	0.00540	0.00532	0.00524	0.00535	0.00543	0.00531
	2	0.0499	0.0508	0.0513	0.0516	0.0508	0.0505	0.0518
	3							
5	1	0.00534	0.00543	0.00534	0.00543	0.00534	0.00547	0.00557
	2	0.0509	0.0509	0.0505	0.0506	0.0515	0.0508	0.0512
	3	0.161	0.162	0.158	0.157	0.162	0.160	0.157
6	1	0.00541	0.00518	0.00541	0.00533	0.00524	0.00540	0.00519
	2	0.0505	0.0512	0.0521	0.0518	0.0523	0.0511	0.0523
	3	0.160	0.163	0.164	0.161	0.158	0.168	0.164
7	1	0.00507	0.00508	0.00516	0.00498	0.00532	0.00494	0.00514
	2	0.0519	0.0493	0.052	0.0516	0.0503	0.0489	0.0508
	3	0.163	0.164	0.168	0.159	0.163	0.165	0.167
8	1	0.0057	0.0057	0.0056	0.0057	0.0057	0.0058	0.0055
	2	0.0506	0.0508	0.0509	0.0512	0.0501	0.0503	0.0503
	3							
9	1	0.00501	0.00508	0.00521	0.00514	0.00512	0.00518	0.00512
	2	0.0509	0.0511	0.0510	0.0508	0.0509	0.0506	0.0508
	3							