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

Determination of chemical content of aluminium electrolyte-

Part5: Determination of lithium fluoride content-

 Flame atomic absorption spectrometric method

（送审稿）

 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 H12**

（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) 增加了基体溶液（见5.5、5.6）。
2. e) 修改了溶样方式（见8.4.1，2011年版本的6.4.1）；
3. f) 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）；
4. g) 修改了工作曲线溶液的配制（见8.5，2011年版本的6.5）；
5. h) 更改了精密度（见第10章，2011年版本的第8章）。
6. 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。
7. 本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。
8. 本文件起草单位：中铝郑州有色金属研究院有限公司、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司、国标（北京）检验认证公司、贵州路兴实业有限公司、贵州省分析测试研究院、内蒙古锦联铝材有限公司。
9. 本文件主要起草人： XXX、XXX
10. 本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：
11. ——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，氟化锂是铝电解质中的重要组分。

 YS/T 768-2011《铝电解质中锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法》规定了使用火焰原子吸收光谱法测量铝电解质中锂含量的操作技术要求。此标准实施已有11年之久，在使用中存在一些缺点，如溶样时引进新杂质；配制工作曲线溶液时未考虑基体对低含量锂的吸收干扰等。此外，该标准采用单独编号，目前铝电解质化学分析方法已发布了四项系列标准，采用的编号是YS/T 739，因此本次修订将铝电解质中氟化锂的分析方法标准纳入YS/T 739系列标准。

修订后的标准在技术路线上更加成熟，将进一步完善我国铝电解质分析检测标准体系。

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

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：0.020%～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 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

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，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 试剂或材料

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：

5.4.1 移取5.00 mL锂标准贮存溶液（5.3）于500 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 μg锂。用时配制。

5.4.2 移取5.00 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20 μg锂。用时配制。

5.5 基体溶液Ⅰ：称取1.0000 g冰晶石（光谱纯）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25 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100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

5.6 基体溶液Ⅱ：称取0.2000 g冰晶石（光谱纯）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。

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0.03 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0.8。

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）于相应容量瓶中，补加基体溶液Ⅱ（5.6），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Ⅱ（5.6）/mL |
| 0.020～0.70 | 200 | 200 | 200 | 0 |
| 0.70 ～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 适用于氟化锂0.020%～0.70%：移取0 mL，0.50 mL ，5.00 mL，10.00 mL，15.00 mL，20.00 mL锂标准溶液（5.4.1），分别置于一组100 mL容量瓶中，加入10.0 mL基体溶液Ⅰ（5.5），以水稀释至刻度，混匀。

8.5.2 适用于氟化锂0.70%～12.00%：移取0 mL，0.50 mL ，2.00 mL，4.00 mL，6.00 mL，8.00 mL，10.00 mL锂标准溶液（5.4.2），分别置于一组100 mL容量瓶中，加入10.0 mL基体溶液Ⅱ（5.6），以水稀释至刻度，混匀。

8.5.3 分别将系列标准溶液（8.5.1和8.5.2）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$w$计，按公式（1）计算：

$ w=\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）；

$V\_{1}$——移取试液体积，单位为毫升（mL）；

$m\_{0}$——试料的质量，单位为克（g）。

$3.737$——1摩尔锂换算成1摩尔氟化锂的系数。

计算结果大于1％时表示至小数点后两位数字，计算结果小于1％时表示至两位有效数字，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：

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| $w\_{LiF}$/% | 0.023 | 0.62 | 5.07 | 9.12 |
| *r/*% | 0.004 | 0.06 | 0.25 | 0.33 |

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：

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| $w\_{LiF}$/% | 0.023 | 0.62 | 5.07 | 9.12 |
| *R/*% | 0.005 | 0.08 | 0.29 | 0.35 |

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。