

ICS 77.120.99
CCS H14

GB/T 20931.12—202X



中华人民共和国国家标准

GB/T20931.12—202X

锂化学分析方法

第12部分：杂质元素含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of lithium—

Part 12: Determination of impurity element contents—

Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(预审稿)

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

20XX-XX-XX发布

20XX-XX-XX实施

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》的规定起草。

本文件是GB/T 20931《锂化学分析方法》的第12部分。GB/T 20931已经发布了以下部分：

- 第1部分：锂化学分析方法 钾量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第2部分：锂化学分析方法 钠量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第3部分：锂化学分析方法 钙量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第4部分：锂化学分析方法 铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法
- 第5部分：锂化学分析方法 硅量的测定 钼蓝分光光度法
- 第6部分：锂化学分析方法 铝量的测定 铬天青 S-溴化十六烷基吡啶分光光度法
- 第7部分：锂化学分析方法 镍量的测定 α -联吡喃甲酰二肟萃取光度法
- 第8部分：锂化学分析方法 氯量的测定 硫氰酸盐分光光度法
- 第9部分：锂化学分析方法 氮量的测定 碘化汞钾分光光度法
- 第10部分：锂化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第11部分：锂化学分析方法 镁量的测定 火焰原子吸收光谱法

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。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件是首次制定。

引 言

金属锂广泛应用于智能仪表、3C 产品、汽车、医药、石油化工、航空航天、军工、核能等行业。
GB/T 20931 旨在通过实验研究建立一套完整且切实可行的锂化学成分分析方法标准,拟由 12 部分组成:

- 第 1 部分:锂化学分析方法 钾量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 2 部分:锂化学分析方法 钠量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 3 部分:锂化学分析方法 钙量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 4 部分:锂化学分析方法 铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法;
- 第 5 部分:锂化学分析方法 硅量的测定 钼蓝分光光度法;
- 第 6 部分:锂化学分析方法 铝量的测定 铬天青 S-溴化十六烷基吡啶分光光度法;
- 第 7 部分:锂化学分析方法 镍量的测定 α -联吡喃甲酰二肼萃取光度法;
- 第 8 部分:锂化学分析方法 氯量的测定 硫氰酸盐分光光度法;
- 第 9 部分:锂化学分析方法 氮量的测定 碘化汞钾分光光度法;
- 第 10 部分:锂化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 11 部分:锂化学分析方法 镁量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 12 部分:锂化学分析方法 杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

电感耦合等离子体原子发射光谱法测定金属锂中钙、镁等杂质含量操作简便快捷,结果准确。

本文件的制定为金属锂上下游产业链中的各类生产研发企业、使用企业及检测机构提供了统一且切实可行的分析检测方法,对提金属锂产品质量、扩大应用领域和开拓产品市场具有重要意义。

锂化学分析方法

第 12 部分 杂质元素含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本文件规定了金属锂中钾、钠、钙、铁、硅、铝、镍、铜、镁、铅含量的测定方法。

本文件适用于工业级金属锂、电池级金属锂中杂质元素钾、钠、钙、铁、硅、铝、镍、铜、镁、铅含量的测定。测定范围见表 1。

表 1 各元素测定范围

元素	测定范围 w %	元素	测定范围 w %
钾	0.0001~0.01	钠	0.0001~3.00
钙	0.0001~0.1	铁	0.0001~0.01
硅	0.0001~0.04	铝	0.0001~0.02
镍	0.0001~0.01	铜	0.0001~0.01
镁	0.0001~0.01	铅	0.0002~0.01

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 数值修约规则及极限数值的表示和评定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

金属锂试料以水溶解，在盐酸介质中，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上采用基体匹配标准曲线法测定金属锂中杂质元素钾、钠、钙、铁、硅、铝、镍、铜、镁、铅的含量。

5 试剂或材料

除非另有说明，本文件所用试剂均为优级纯的试剂，所用水符合GB/T 6682规定的二级及以上纯度的水。

5.1 盐酸（ ρ 1.19g/mL）。

5.2 盐酸（1+1）。

5.3 对硝基苯酚，AR。

5.4 高纯碳酸锂（质量分数 $\geq$ 99.999%）。

5.5 钾、钠、镁、钙、铁、硅、镍、铝、铜、铅标准储备溶液（1000 $\mu\text{g/mL}$ ）。若硅标为 NaOH 或其他碱性基体则硅标需单独配制，下同。（可购买国家有证标准物质/标准样品）

5.6 混合标准贮存液

分别移取 10.00mL 各标准贮存溶液（5.5）于 200mL 容量瓶中，用水定容摇匀，此溶液含各被测元素 50.00 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.7 混合标准贮存液

分别移取 2.00mL 各标准贮存溶液（5.5）于 200mL 容量瓶中，用水定容摇匀，此溶液含各被测元素 10.00 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.8 各元素系列标准溶液的配制

按照表 4 进行标准溶液的配制。

5.9 氩气[$\varphi(\text{Ar}) \geq 99.995\%$]。

6 仪器设备

6.1 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 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 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%。

6.2 推荐的分析谱线及仪器工作参数见附录 A。

7 样品

试样保存于石蜡油中或密闭的铝箔袋中。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 1.0g 试样，精确到 0.0001g。

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

按照表 2 所示称取高纯碳酸锂（5.4）于 200mL 烧杯中，缓慢加入盐酸（5.2）于低温处溶至清亮，冷却至室温。转移至 50mL 容量瓶中，加水定容摇匀。

8.4 测定

8.4.1 按照 8.1 所示的称样量将试料快速置于预加适量水的 250mL 塑料烧杯中，盖上表面皿，反应完毕后缓慢加入 2 滴对硝基酚指示剂，缓慢加入盐酸至黄色退去，移入容量瓶中，以水稀释至刻度，定容，摇匀。当样品中杂质质量分数 $> 0.02\%$ 时，按表 2 分取试液于 100mL 容量瓶中，定容，摇匀。

表 2 试液分取体积以及基体量

杂质质量分数/%	分取体积/mL	基体量/g	盐酸(5.2)消耗量/mL
≤0.02%	—	2.6616	14.00
>0.02%~3%	10	0.2662	3.20

8.4.2 将测试分析试液(8.4.1)与空白试液(8.3),仪器依据工作曲线自动进行数据处理,计算并输出各元素含量。

8.5 工作曲线的绘制

不同杂质含量的试料按照表4进行标准曲线绘制,分别称取6份高纯碳酸锂(5.4)于200mL烧杯中,缓慢加入盐酸(5.2)于低温处溶至清亮,冷却至室温,转移至6个50mL容量瓶中,再移取混合标准贮存溶液(5.6或5.7),加水定容摇匀,得到对应浓度范围的标准曲线,于电感耦合等离子体原子发射光谱仪推荐的分析谱线处,以各元素的质量浓度为横坐标,对应的发射强度为纵坐标分别绘制各元素的工作曲线。各元素工作曲线相关系数应在0.999以上。

表4 标准溶液配制表

杂质质量分数 %	基体量 g	盐酸(5.2)消耗量 mL	定容体积 mL	标准曲线浓度范围 μg/mL
≤0.02%	2.6616	14.00	50	0、0.05、0.1、0.5、1.0、2.0
>0.02%~0.8%	0.2662	3.20		0、0.2、0.4、2.0、4.0、8.0
>0.8%~3%				0、8.0、10.0、15.0、20.0、30.0

9 试验数据处理

元素的含量以各元素的质量分数 $w_{(X)}$ 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_{(X)} = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V_1}{m_0 \times 10^6} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_1 ——从工作曲线上查得试液中各元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——从工作曲线上查得空白溶液中各元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V_1 ——测定试液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料量,单位为克(g)。

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5数据采用线性内插法求得。

表5

元素	$w_x/\%$	$r/\%$	元素	$w_x/\%$	$r/\%$
K	0.0005	0.0001	Na	0.0014	0.0002
	0.0053	0.0009		0.0100	0.0006
	0.0104	0.0008		0.6030	0.0223
	—	—		1.4845	0.0343
	—	—		2.5337	0.0815
Ca	0.0042	0.0003	Fe	0.0005	0.0001
	0.0095	0.0003		0.0051	0.0002
	0.0143	0.0009		0.0062	0.0006
	0.0208	0.0015		0.0104	0.0007
	0.0944	0.0033		—	—
Si	0.0005	0.0001	Al	0.0005	0.0001
	0.0010	0.0002		0.0051	0.0003
	0.0049	0.0002		0.0101	0.0009
	0.0098	0.0007		0.0204	0.0014
	0.0398	0.0018		—	—
Ni	0.0005	0.0001	Cu	0.0005	0.0001
	0.0051	0.0002		0.0012	0.0002
	0.0102	0.0006		0.0051	0.0002
	—	—		0.0103	0.0006
Mg	0.0006	0.0001	Pb	0.0005	0.0001
	0.0030	0.0003		0.0050	0.0004
	0.0104	0.0006		0.0101	0.0009
	—	—		—	—

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，精密度试验原始数据参见附录 A，在表 6 给出的平均值范围内，这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 6 数据采用线性内插法或外延法求得：

表 6

元素	$w_x/\%$	$R/\%$	元素	$w_x/\%$	$R/\%$
K	0.0005	0.0002	Na	0.0014	0.0004
	0.0053	0.0054		0.0100	0.0015
	0.0104	0.0018		0.6030	0.0875
	—	—		1.4845	0.5334
	—	—		2.5337	0.3814
Ca	0.0042	0.0006	Fe	0.0005	0.0001
	0.0095	0.0013		0.0051	0.0009
	0.0143	0.0042		0.0062	0.0120
	0.0208	0.0408		0.0104	0.0022

	0.0944	0.0054		—	—
Si	0.0005	0.0004	Al	0.0005	0.0001
	0.0010	0.0023		0.0051	0.0009
	0.0049	0.0013		0.0101	0.0011
	0.0098	0.002		0.0204	0.0019
	0.0398	0.0072		—	—
Ni	0.0005	0.0001	Cu	0.0005	0.0004
	0.0051	0.0006		0.0012	0.0014
	0.0102	0.0013		0.0051	0.0006
	—	—		0.0103	0.0011
Mg	0.0006	0.0003	Pb	0.0005	0.0001
	0.0030	0.0004		0.0050	0.0006
	0.0104	0.0008		0.0101	0.0011
	—	—		—	—

11 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容，至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附 录 A

（资料性附录）

推荐的分析谱线及仪器工作参数

A.1 各元素分析谱线的选择见表 A.1

表 A.1 各元素分析谱线推荐波长

元素	K	Na	Ca	Fe	Si
波长/nm	766.941	588.995	396.847、 317.933 (>0.02%)	238.204	251.612
元素	Al	Ni	Cu	Mg	Pb
波长/nm	396.152	231.604	324.754	279.553	220.353

A.2 仪器参考工作条件见表 A.2

表 A.2 仪器参考工作条件

RF 功率 (kw)	雾化器流量 (L/min)	辅助气流里 (L/min)	等离子体冷却气流里 (L/min)	蠕动泵转速 (rpm)	积分时间 (s)
1.2	0.7	1.0	14	2.0	5