ICS 77.120.99
CCS H 14

中华人民共和国国家标准

GB/T 20931.1—20XX
代替GB/T 20931.1-2007等

锂化学分析方法
第1部分：钾、钠、钙、镍、铜、镁、铅含量的测定
火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of lithium—
Part 1: Determination of potassium, sodium, calcium, nickel, copper, magnesium and lead contents—
Flame atomic absorption spectrometry

（讨论稿）

××××-××-××发布　　××××-××-××实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会　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》的规定起草。

本文件是 GB/T 20931《锂化学分析方法》的第 1 部分。GB/T 20931 已经发布了以下部分：

——第 1 部分：钾、钠、钙、镍、铜、镁、铅含量的测定 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 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 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。

本文件代替 GB/T 20931.1-2007《锂化学分析方法 第 1 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法》、GB/T 20931.2-2007《锂化学分析方法 第 2 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法》、GB/T 20931.3-2007《锂化学分析方法 第 3 部分：钙量的测定 火焰原子吸收光谱法》、GB/T 20931.7-2007《锂化学分析方法第 7 部分：镍量的测定 α-联呋喃甲酰二肟萃取光度法》、GB/T 20931.10-2007《锂化学分析方法 第 10 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法》、GB/T 20931.11-2007《锂化学分析方法 第 11 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法》，与 GB/T 20931.1-2007、GB/T 20931.2-2007、GB/T 20931.3-2007、GB/T 20931.7-2007、GB/T 20931.10-2007、GB/T 20931.11-2007 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a）更改了元素测试范围（见第 1 章，2007 年版的第 1 章）；

b）更改了原理表述（见第 4 章，2007 年版的第 2 章）；

c）更改了标准贮存溶液配制（见第 5 章，2007 年版的第 3 章）；

d）删除了仪器设备的手套箱（见 2007 年版的 4.2）；

e）删除了试样的制备（见 2007 年版的 5.2）；

f）更改了“试验数据处理”的相关内容（见第 9 章，2007 年版的第 7 章）；

g）更改了“精密度”部分内容（见第 10 章，2007 年版的第 8 章）

h）删除了质量保证与控制（2007 年版的第 9 章）

i）增加了实验报告（见第 11 章）

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：

引　言

锂是一种重要的战略性金属资源，因其密度小、沸点高、热容量大、电负性低、电导率高、中子吸收截面大等优良特性，被广泛应用于航空航天、新能源、冶金、核工业、医药等领域。锂中杂质元素的种类和含量对产品性能及其下游应用有着至关重要的影响。因此，准确测定锂中杂质元素的含量对于把控下游产品质量、推动行业技术发展具有重要的支撑作用。GB/T 20931 系列旨在通过实验研究建立一套科学、统一的检测锂中杂质元素含量的分析方法标准。本系列标准拟由以下 7 部分组成：

——第 1 部分：钾、钠、钙、镍、铜、镁、铅含量的测定 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 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 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。

本文件是对 GB/T 20931.1-2007、GB/T 20931.2-2007、GB/T 20931.3-2007、GB/T 20931.7-2007、GB/T 20931.10-2007、GB/T 20931.11-2007 的整合修订，同时增加了铅元素的测定。本文件规定了火焰原子吸收光谱法测定锂中钾、钠、钙、镍、铜、镁、铅含量的试验步骤和精密度水平，建立了统一、可靠的技术规范，完善了锂化学分析方法的国家标准体系，对提高不同实验室间分析检测结果的可靠性和可比性，提升行业内成分分析的技术水平，消除供应商和客户之间因分析差异造成的纠纷起到了重要作用。

锂化学分析方法
第 1 部分：钾、钠、钙、镍、铜、镁、铅含量的测定
火焰原子吸收光谱法

1 范围

本文件规定了锂中钾、钠、钙、镍、铜、镁、铅元素含量的测定方法。

本文件适用于锂中钾、钠、钙、镍、铜、镁、铅元素含量的测定。各元素测定范围见表 1。

表 1 各元素的测定范围

元素	测定范围 %	元素	测定范围 %
K	0.0005~0.010	Cu	0.0005~0.020
Na	0.0010~4.00	Mg	0.0005~0.020
Ca	0.0010~0.20	Pb	0.0005~0.010
Ni	0.0005~0.010	——	——

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

试料经水溶解。在稀盐酸介质中，以空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪对应的分析谱线波长处测量各元素的吸光度，根据基体匹配-工作曲线法计算得到各元素的质量浓度，以质量分数表示结果。

5 试剂和材料

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 高纯碳酸锂（纯度不小于 99.999%，各待测元素质量分数不大于 0.0001%）。

5.3 盐酸溶液（1+1）。

5.4 单元素标准贮存溶液（1 mg/mL）：钾、钠、钙、镍、铜、镁、铅采用国内外市售的有证溶液标准物质/标准样品，也可按照附录 A 的配制方法进行制备。

5.5 单元素标准溶液 A（100 μg/mL）：移取 10.00 mL 单元素标准贮存溶液（5.4）于 100 mL 塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。或采用国内外市售的有证溶液标准物质/标准样品。

5.6 单元素标准溶液 B（10 μg/mL）：移取 10.00 mL 单元素标准溶液（5.5）于 100 mL 塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。或采用国内外市售的有证溶液标准物质/标准样品。

5.7 对硝基苯酚指示剂溶液（1 g/L），分析纯。

6 仪器设备

6.1 原子吸收光谱仪，附钾、钠、钙、镍、铜、镁、铅空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——特征浓度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，各待测元素的特征质量浓度应满足表 2 要求；

——精密度：用最高标浓度准溶液测量 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为 5 段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.7。

6.2 各元素推荐的分析谱线见表 2。

表 2 各待测元素推荐的分析谱线及特征浓度

元素	波长 nm	特征浓度 μg/mL	元素	波长 nm	特征浓度 μg/mL
K	766.5		Cu	324.7	
Na	589.6		Mg	285.2	
Ca	422.7		Pb	283.3	
Ni	232.0				

7 样品

样品保存于石蜡油中或密封的铝箔袋中。

8 试验步骤

8.1 试料

称取1.0g样品，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

按表 3 称取高纯碳酸锂（2.2.7）于 200mL 烧杯中，缓慢加入盐酸（5.3）溶至清亮，转移至 50mL 容量瓶中，加水定容摇匀。

8.4 测定

8.4.1 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 滴对硝基苯酚指示剂（2.2.6），缓慢加入盐酸（2.2.4）至黄色退去，移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。当样品中待测元素质量分数大于 0.02%时，按表 2 分取试液于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2 将试液(3.2.4.1)及空白溶液(3.2.3)置于原子吸收光谱仪上,用空气-乙炔火焰,于待测元素波长处,以水调零,与系列标准溶液同步测定待测元素的吸光度，从工作曲线上查出相应的待测元素的浓度。

表 3 试液分取体积以及基体量

待测元素质量分数 %	分取体积 mL	高纯碳酸锂（2.2.7）量 g	盐酸(2.2.4)消耗量 mL
≤0.020	——	2.6616	14.00
＞0.020~3.00	10.00	0.2662	3.20

8.5 工作曲线的绘制

不同杂质含量的试料按照表 3 进行标准曲线绘制，按表 4 分别称取高纯碳酸锂（2.2.7）于 200mL 烧杯中，缓慢加入盐酸（2.2.4）完全溶解至清亮，冷却，转移至 6 个 50mL 容量瓶中，再移取混合标准溶液（5.6 或 5.7），加水定容摇匀，得到对应浓度范围的标准曲线，用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪待测元素波长处,以水调零,测定待测元素的吸光度,以待测元素的质量浓度为横坐标,减去零浓度溶液的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。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

待测元素质量分数 %	高纯碳酸锂（5.2）量 g	盐酸(5.3)消耗量 mL	定容体积 mL	标准曲线浓度范围 μg/mL
≤0.020	2.6616	14.00	50	0、0.05、0.1、0.5、1.0、2.0
＞0.020 ～0.80	0.2662	3.20		0、0.1、0.4、2.0、5.0、10.0
＞0.80 ～3.00				0、2.0、5.0、10.0、20.0、40.0

9 试验数据处理

各待测元素含量以其质量分数 w_x 计，按公式（1）计算：

$$w_x = \frac{(\rho_x - \rho_{x0}) \cdot V_1 \cdot V_3 \times 10^{-6}}{m \cdot V_2} \times 100\% \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (1)$$

式中：

ρ_x ——自工作曲线上查得试料溶液中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

ρ_{x0}——自工作曲线上查得空白溶液中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V_1——试液总体积，单位为毫升（mL）；

V_3——测试溶液体积，单位为毫升（mL）；

m ——试料质量，单位为克（g）；

V_2——分取试液体积，单位为毫升（mL）；

当质量分数小于 0.010%时，计算结果表示至小数点后四位；当质量分数大于或等于 0.010%时，计算结果保留两位有效数字。数值修约按 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，在表 XX 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 XX 数据采用线性内插法和外延法求得。从实验室间试验结果得到的统计数据见附录 B。

表 4.2 重复性限

元素	w_x /%	r / %	元素	w_x /%	r / %
K			Cu		
Na			Mg		
				——	——
Ca			Pb		
				——	——
				——	——
Ni			——	——	——
			——	——	——
			——	——	——

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，在表 XX 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 XX 数据采用线性内插法和外延法求得。从实验室间试验结果得到的统计数据见附录 B。

表 4.3 再现性限

元素	w_x /%	R / %	元素	w_x /%	R / %
K			Cu		
	——	——			
Na			Mg		
				——	——

Ca			Pb		
				——	——
				——	——
Ni			——	——	——
			——	——	——
			——	——	——

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；

——本文件编号；

——使用的方法；

——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；

附 录 A
（资料性）

A.1 钾标准贮存溶液：取 0.1907 g 于 500℃—600℃ 灼烧至恒重的氯化钾（PT），溶于水，移入100mL 容量瓶中移入 100mL 容量瓶中，用水定容，摇匀，此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钾。

A.2 钠标准贮存溶液：称取 0.2542 g 于 500℃-600℃灼烧至恒重的氯化钠（PT），溶于水，移入 100mL 容量瓶中，用水定容，摇匀，此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钠。

A.3 钙标准贮存溶液：称取光谱纯碳酸钙 0.2497 g 于 200 mL 烧杯中，再加入 20.00 mL 硝酸（1+1）于低温处溶至清亮，冷却。移入 100 mL 容量瓶中，用水定容，摇匀，此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钙。

A.4 镍标准贮存溶液：称取纯金属镍（光谱纯，用前擦净表面氧化物）0.100 0 g 于 200 mL 烧杯中，再加入 20.00 mL 硝酸（1+1），于低温处溶至清亮，冷却。移入 100 mL 容量瓶中，用水定容，摇匀，此溶液 1 mL 含 1.0 mg 镍。

A.5 铜标准贮存溶液：称取纯金属铜（光谱纯，用前擦净表面氧化物）0.100 0 g 于 200 mL 烧杯中，加入 20.00 mL 硝酸（1+1），于低温处溶至清亮，冷却。移入 100 mL 容量瓶中，用水定容，摇匀，此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铜。

A.6 镁标准贮存溶液：称取 0.1658 g 预先在 800 ℃灼烧 2 h 并于干燥器中冷却至室温的氧化镁 [w (MgO)≥99.99 %]于 200 mL 烧杯中，加入 20.00 mL 硝酸（1+1），于低温处溶至清亮，冷却。移入 100 mL 容量瓶中，用水定容，摇匀，此溶液 1 mL 含 1.0 mg 镁。

A.7 铅标准贮存溶液：称取光谱纯二氧化铅 0.1077 g 于 200 mL 烧杯中，再加入 20.00 mL 硝酸（1+1），于低温处溶至清亮，冷却。移入 100 mL 容量瓶中，用水定容，摇匀，此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铅。

附 录 B
（资料性）

精密度数据是在 2026 年由 12 家实验室对金属锂样品中分别加入 3~5 种不同水平的杂质元素含量，进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的锂杂质元素含量在重复性条件下独立测定 11 次。测定结果的统计数据见表 B.1。

表 B.1 统计结果表

K 元素验证统计数据					
样品水平	水平 1	水平 2	水平 3	/	/
测试数目	99	110	99	/	/
可接受结果的数目	99	66	99	/	/
平均值/%	0.0005	0.0052	0.0104	/	/
重复性标准差（s_r）	0.00003	0.00021	0.0003	/	/
重复性变异系数	5.78	3.94	2.85	/	/
重复性限（r）（2.8×s_r）	0.0001	0.0006	0.0008	/	/
再现性标准差（s_R）	0.00005	0.00043	0.00066	/	/
再现性变异系数	10.89	8.22	6.35	/	/
再现性限（R）（2.8×s_R）	0.0002	0.0012	0.0018	/	/
Na 元素验证统计数据					
样品水平	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
测试数目	99	99	99	99	99
可接受结果的数目	99	99	99	88	88
平均值/%	0.0014	0.01	0.5926	1.54	2.58
重复性标准差（s_r）	0.00006	0.00023	0.00764	0.01626	0.0306
重复性变异系数	4.43	2.28	1.29	1.06	1.19
重复性限（r）（2.8×s_r）	0.0002	0.0006	0.0214	0.046	0.086
再现性标准差（s_R）	0.00015	0.00056	0.02431	0.03021	0.05892
再现性变异系数	11.15	5.54	4.1	1.96	2.29
再现性限（R）（2.8×s_R）	0.0004	0.0016	0.068	0.085	0.165
Ca 元素验证统计数据					
样品水平	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
测试数目	110	110	110	66	121
可接受结果的数目	110	110	110	66	121
平均值/%	0.0041	0.0095	0.0143	0.0314	0.0944
重复性标准差（s_r）	0.0001	0.00011	0.00029	0.00057	0.00119
重复性变异系数	2.41	1.19	2.02	1.82	1.26
重复性限（r）（2.8×s_r）	0.0003	0.0003	0.0008	0.0016	0.0033
再现性标准差（s_R）	0.00029	0.00046	0.00151	0.00162	0.00192
再现性变异系数	7.05	4.78	10.54	5.16	2.04
再现性限（R）（2.8×s_R）	0.0008	0.0013	0.0042	0.0045	0.0054
Ni 元素验证统计数据					
样品水平	水平 1	水平 2	水平 3	/	/

测试数目	110	110	110	/	/
可接受结果的数目	110	110	110	/	/
平均值/%	0.0005	0.0051	0.0102	/	/
重复性标准差（s_r）	0.00003	0.00008	0.00023	/	/
重复性变异系数	5.08	1.58	2.26	/	/
重复性限（r）（2.8×s_r）	0.0001	0.0002	0.0006	/	/
再现性标准差（s_R）	0.00005	0.00021	0.00045	/	/
再现性变异系数	9.83	4.18	4.38	/	/
再现性限（R）（2.8×s_R）	0.0001	0.0006	0.0013	/	/
Cu 元素验证统计数据					
样品水平	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	/
测试数目	110	121	110	110	/
可接受结果的数目	110	99	110	110	/
平均值/%	0.0005	0.0015	0.0051	0.0103	/
重复性标准差（s_r）	0.00002	0.00008	0.00007	0.00022	/
重复性变异系数	4.26	5.46	1.34	2.1	/
重复性限（r）（2.8×s_r）	0.0001	0.0002	0.0002	0.0006	/
再现性标准差（s_R）	0.00004	0.00015	0.0002	0.0004	/
再现性变异系数	8.19	9.68	3.84	3.92	/
再现性限（R）（2.8×s_R）	0.0001	0.0004	0.0006	0.0011	/
Mg 元素验证统计数据					
样品水平	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	/
测试数目	110	110	110	110	/
可接受结果的数目	110	110	110	110	/
平均值/%	0.0006	0.0008	0.003	0.0104	/
重复性标准差（s_r）	0.00004	0.00003	0.0001	0.00023	/
重复性变异系数	6.29	3.98	3.32	2.23	/
重复性限（r）（2.8×s_r）	0.0001	0.0001	0.0003	0.0006	/
再现性标准差（s_R）	0.00011	0.00012	0.00034	0.00036	/
再现性变异系数	19.57	16.31	11	3.46	/
再现性限（R）（2.8×s_R）	0.0003	0.0003	0.0009	0.001	/
Pb 元素验证统计数据					
样品水平	水平 1	水平 2	水平 3	/	/
测试数目	110	110	110	/	/
可接受结果的数目	110	110	110	/	/
平均值/%	0.0005	0.005	0.0101	/	/
重复性标准差（s_r）	0.00003	0.00011	0.00031	/	/
重复性变异系数	5.22	2.26	3.03	/	/
重复性限（r）（2.8×s_r）	0.0001	0.0004	0.0009	/	/
再现性标准差（s_R）	0.00003	0.00019	0.00034	/	/

再现性变异系数	6.79	3.76	3.39	/	/
再现性限（R）（2.8×s_R）	0.0001	0.0006	0.0011	/	/