

# 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

### 编制说明

(讨论稿)

主编单位：江西赣锋锂业集团股份有限公司

2026 年 3 月

**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**  
**编制说明（讨论稿）**

## 一、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标委发(2025)52号文件的要求，国家标准 GB/T 20931.1《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》整合修订项目由全国有色金属标准化技术委员会负责技术归口，由国标（北京）检验认证有限公司负责牵头起草，项目计划号为 20255125-T-610，项目周期为 16 个月，完成年限为 2026 年 12 月。

本标准起草单位为国标（北京）检验认证有限公司、江西赣锋锂业集团股份有限公司、宜春赣锋锂业有限公司、天齐锂业有限公司、天津中能锂业有限公司、盛新锂能集团股份有限公司、新疆有色金属研究所有限公司。

#### 1.2项目编制组单位变化情况

因原编制单位国标（北京）检验认证有限公司特殊原因，经向全国有色金属标准化技术委员会申请，该标准牵头编制单位由国标（北京）检验认证有限公司变更为江西赣锋锂业集团股份有限公司。

### 2.起草和验证单位简介

表 1 标准起草单位及所做工作

起草单位	所做工作	
江西赣锋锂业集团股份有限公司	起草负责单位	调研现阶段检测需求和国内外检测方法现状，制定研究方案；完成试验样品的搜集和分发；完成分析方法研究工作；撰写标准文件、研究报告和编制说明；完成数据分析统计工作；广泛征求国内同行试验室及相关企业意见。
	第一验证单位	对标准文件和研究报告中的各项试验参数进行验证；提供试验样品的精密度数据；对标准文件、研究报告和编制说明提出相应的修改建议。

	第二验证单位	提供试验样品的精密度数据；对标准文件、研究报告和编制说明提出相应的修改建议。
	样品提供	

## 2.1 主编单位简介

江西赣锋锂业集团股份有限公司是全球第三大、中国最大的锂化合物生产商及全球最大的金属锂生产商。公司在锂行业多个产品的市场份额占据领先地位。其中，金属锂产量全球排名第一，占全球 50% 的市场份额；氢氧化锂产量在全球及中国均排名第一，占全球 40% 的市场份额；碳酸锂产量在全球排名第四，占全球 10% 的市场份额；氟化锂产量国内第一，国内 45% 以上市场份额。通过多年的技术创新，公司取得了系列科研成果：研发电池级磷酸二氢锂、电池级金属锂、高钠金属锂粒子等 3 个国家级重点新产品和低磁性电池级氢氧化锂、电池级硫酸镍、三元前驱体等 31 个省级重新产品。主持（参与）起草《无水氯化锂》、《金属锂》等国家标准及《正丁基锂》、《电池级氧化锂》等共 26 项国家/行业标准。申请国家专利 161 项，其中发明专利 103 项，获授权国家专利 101 项，其中获授权国家发明专利 46 项。承担国家 863 计划项目、国家产业振兴与技术改造项目、国家火炬计划项目等省级以上项目 30 余项，荣获省部级科技奖励 12 项，其中江西省技发明奖一等奖 1 项。

江西赣锋锂业集团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金属锂厂商对杂质含量的测定方法，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。

有色金属技术经济研究院是我国有色金属行业的标准研究权威单位，对本标准的技术内容和编制规范进行指导，积极配合主编单位协调各成员单位运行各项试验测试任务，并为本标准的科学性和先进性把关，在编制组中贡献显著。

## 2.2 验证单位

本标准主要工作成员所负责的工作情况见表 2。

表 2 表 2 主要起草人及工作职责

序号	起草人姓名	工作职责
1		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		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	协助方案制定、组织协调、主持标准条款编写、标准技术内容的审核、把关等，参与锂带产品调研、技术参数确定等
---	---

### 3.项目背景

金属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，在航空航天、新能源、冶金、核工业、医药等领域具有广泛的应用价值和前景，是制造锂离子电池负极、铝锂合金、镁锂合金、核反应堆用制冷剂、医用丁基锂等高性能产品的关键原料，被誉为“绿色能源金属”和“白色石油”。因此，锂产品的研发和生产在某种程度上直接影响着工业新技术的发展，其消费量也是衡量一个国家高新技术产业发展水平的重要标志。据统计，2022年全球金属锂消费量为4700多吨，其中我国消费量为3064吨，约占全球的64.34%；2023年我国金属锂进口量为28吨，而出口量为594吨，进出口净量为566吨。目前我国已建成了从锂资源锂开发、基础锂盐、锂化合物、金属锂及其合金、锂电正极材料、锂电池、锂电池及废料回收利用完整的锂“全生命周期”产业链，其中金属锂及其合金的生产企业主要分布在江西、四川、新疆、青海、江苏、重庆、天津等地，骨干企业主要有江西赣锋锂业集团股份有限公司、重庆天齐锂业有限责任公司、乌鲁木齐市亚欧稀有金属有限责任公司、中核建中核燃料元件有限公司、天津中能锂业有限公司、四川盛威锂业有限公司等。

金属锂的化学纯度是划分其牌号分类的重要依据，也是决定其下游应用的关键指标。由于提纯精炼工艺水平和原料来源等因素，金属锂中通常含有K、Na、Ca、Ni、Cu、Mg、Pb等溶解度较大或熔点较高的杂质元素，这些杂质元素如果含量较高，会严重影响下游产品的性能和使用寿命。例如，金属锂中Na、Ni、Cu等杂质元素的存在会影响锂离子电池的结构稳定性和电化学性能，导致电极材料失活，从而降低电池容量和循环寿命，并容易产生严重的安全问题。由此可见，准确测定金属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。

国家标准GB/T 20931-2007《锂化学分析方法》系列是国内相关实验室开展金属锂成分分析的最主要的技术依据，也是配套支撑GB/T 4369-2015《锂》、GB/T 20930-2015《锂带》等相关产品标准的一套重要的分析方法标准。目前该系列标准共包含11部分，分别规定了K、Na、Ca、Fe、Si、Al、Ni、Cl、N、Cu、Mg等11种元素的测定方法及其测定范围。自首次实施以来，该系列标准在一定程度上有力推动了国内金属锂的生产、科研、应用和贸易活动，特别在实验室间比对、标准物质/标准样品定值、仲裁分析过程中起到了不可替代的支撑作用。然而近些年来，随着金属锂精炼工业及下游产业的快速发展，金属锂产品的品质发生了极大变化，相关产品标准也得到了修订更新，使得现行的GB/T 20931-2007系列在测定元素种类和部分元素测定范围上无法满足新产品分析检测的需求，因此亟需修订。

2022年2月国家标准化管理委员会印发了《关于开展推荐性国家标准复审工作的通知》（国标委发[2022]110号）。根据相关要求，2023年在全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分委会的组织和协

调下，国标（北京）检验认证有限公司联合新疆有色金属研究所有限公司、新疆亚欧稀有金属股份有限公司、江西赣锋锂业股份有限公司、天齐锂业股份有限公司等骨干单位对 GB/T 20931-2007《锂化学分析方法》开展了标准复审和体系优化工作。经过初步调研和反复讨论，确定将 GB/T 20931.1“钾量的测定”、GB/T 20931.2“钠量的测定”、GB/T 20931.3“钙量的测定”、GB/T 20931.7“镍量的测定”、GB/T 20931.10“铜量的测定”和 GB/T 20931.11“镁量的测定”进行整合修订，同时增加铅元素的测定，测试方法均采用火焰原子吸收光谱法。整合后的 GB/T 20931《锂化学分析方法》体系将更加精简，标准可操作性更强。2023年3月，由江西赣锋锂业股份有限公司牵头起草的 GB/T 20931.12《锂化学分析方法 第12部分：杂质含量的测定电感耦合等离子体发射光谱法》获国家标准化管理委员会的立项批复。2025年国家标准 GB/T 20931.12-2025 顺利发布，进一步完善了金属锂成分分析的方法体系，与火焰原子吸收光谱法及其他分析方法相互配套，形成了结构清晰、功能互补的金属锂化学分析方法的国家标准体系。

鉴于此，本次标准修订与 GB/T 20931.1-2007、GB/T 20931.2、GB/T 20931.3、GB/T 20931.7、GB/T 20931.10、GB/T 20931.11 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了部分元素的测定范围：钾测定范围由 0.0005%~0.04%更改为 0.0005%~0.010%、钠测定范围由 0.0005%~2.0%更改为 0.0005%~4.0%，钙测定范围由 0.0005%~0.1%更改为 0.0005%~0.2%、镍测定范围由 0.0001%~0.003%更改为 0.0005%~0.010%，铜测定范围由 0.001%~0.01%更改为 0.0005%~0.020%，镁测定范围由 0.001%~0.01%更改为 0.0005%~0.020%，增加了铅的测定范围 0.0005%~0.010%。
- b) 增加了“规范性引用文件”。
- c) 增加了术语和定义。
- d) 更改了部分元素的测试原理，钾、钠、钙、镁由标准加入法变更为基体匹配-工作曲线法，镍光度法变更为基体匹配-工作曲线法，新增加铅测定方法。
- e) 更改了标准贮存溶液配制，更改为购买有证标准物质溶液。
- f) 更改了“精密度”部分内容，补充各元素不同含量梯度的重复性及再现性数据（见第 10 章，2007 年版的第 8 章）。
- g) 删除了“质量保证和控制”（见 2007 年版的第 9 章）

#### 4.主要工作过程

2025年-2026年2月，国标（北京）检验认证有限公司联合各参编单位，组织骨干技术人员成立项目编制组，开展前期调研，制定研究技术路线和实施方案；组织开展试验研究与验证工作；在全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分委会秘书处的统一管理和协调下，开展标准的技术讨论，广泛征询意见，形成标准的初稿工作。2026年3月，本标准的起草单位变更为江西赣锋锂业集团股份有限公司。编制主要经历以下阶段：

#### 4.4.1. 立项阶段

2022年11月,国标(北京)检验认证有限公司向全国有色金属标准化技术委员会提交了 GB/T 20931.1《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》的整合修订方案,同时提交了项目建议书、标准草案和立项报告等材料,经全体委员论证后同意立项。随后秘书处将立项材料上报至国家标准化管理委员会。

2025年10月5日,国家标准化管理委员会发布了《国家标准委关于下达2025年第九批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知文件》(国标委发[2025]52号),正式下达了国家标准 GB/T 20931.1《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》的修订任务。该标准由全国有色金属标准化技术委员会负责技术归口,由国标(北京)检验认证有限公司负责牵头修订,项目计划号为20255125-T-610,项目周期为16个月,完成年限为2026年12月。

#### 4.4.2 起草阶段

2023年11月1日~11月4日,“2023年度全国有色金属标准化技术委员会及各分技术委员会年会”在云南省昆明市召开。会上对 GB/T 20931.1《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》进行了任务落实,由国标(北京)检验认证有限公司担任主编单位,新疆有色金属研究所、江西赣锋锂业集团股份有限公司、天齐锂业股份有限公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司、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、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、北矿检测技术股份有限公司、甘肃精普检测科技有限公司9家单位作为参编单位。会上还确定了项目修订进度安排,并形成任务落实会的会议纪要。

2024年4月~6月,主编单位以问卷调查的形式,围绕分析方法的适用性、测试范围设计的合理性、试验步骤优化的可行性等试验方案的细节内容,向江西赣锋锂业集团股份有限公司、乌鲁木齐市亚欧稀有金属有限责任公司、重庆天齐锂业有限责任公司、四川盛威锂业有限公司、江西春鹏锂业有限责任公司、宜春银锂新能源有限责任公司、紫金矿业集团股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、北矿检测技术有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司11家国内金属锂的主要生产厂家和第三方检验机构征询意见。各单位根据自身实际情况及行业需求认真填写调研表,并及时反馈给主编单位。主编单位对调研结果进行了梳理,初步确定了试验方案。

#### 4.4.3 征求意见阶段

#### 4.4.4 审查阶段

#### 4.4.5. 报批阶段

## 二、标准编制原则

### 1. 科学性与规范性

本标准严格按照国家标准的制定程序和技术规范进行。在文本格式方面，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》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》等标准规范的要求编写。在技术研究方面，广泛征集行业骨干单位组成标准编制组，在充分调研基础上，制定了科学合理的试验研究和验证方案，开展细致缜密的试验研究和验证工作，严格按照 GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》的要求开展精密度数据统计和分析；在意见征询方面，编制组面向金属锂上下游企业、科研院所及第三方检测机构，围绕标准技术内容及文本格式广泛征集意见，确保标准的科学性和规范性。

### 2. 适用性与先进性

本标准在编制过程中充分调研了国内金属锂的产品标准，以及金属锂生产、应用和第三方检测机构的实际诉求，确定了标准修订的相关技术内容，重新开展了精密度试验，更新了方法的精密度要求，既满足了行业的检测需求，又最大程度地体现了行业内分析检测的技术水平，提升了本标准的适用性；与此同时，充分考虑到了与现行 GB/T 20931 系列的其他部分 GB/T 20931.12《锂化学分析方法 第12部分：杂质含量的测定电感耦合等离子体发射光谱法》以及未来可能制定的方法标准（如电感耦合等离子体质谱法）在技术内容上的协调性，确保整套标准的完整性和统一性。

2.1 符合性：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》、GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》、GB/T 6379.2—2004《测量方法与结果的准确度》的要求进行了编写。

### 3. 合理性

本标准反映了当前国内各生产企业的技术水平，宜于应用，经济上合理，兼顾现有资源的合理配置。

### 4. 先进性：

本文件涉及的内容，技术水平包含当前国际标准 ISO 10662 水平。

### 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

- a. 查阅相关标准和国内外客户的相关分析方法；
- b. 根据国内外金属锂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；
- c. 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

对 GB/T 20931.1 “钾量的测定”、GB/T 20931.2 “钠量的测定”、GB/T 20931.3 “钙量的测定”、GB/T 20931.7 “镍量的测定”、GB/T 20931.10 “铜量的测定”和 GB/T 20931.11 “镁量的测定”进行整合修订，同时增加铅元素的测定，测试方法均采用火焰原子吸收光谱法。

#### 2.1 修订主要变化

表 3 原标准和新标准的比较

序号	内容	原标准	新标准	备注（皆指新标准讨论稿）
1	文件名称	《锂化学分析法 钾量的测定 火焰原子吸收光谱法》、《锂化学分析法 钠量的测定 火焰原子吸收光谱法》、《锂化学分析法 钙量的测定 火焰原子吸收光谱法》、《锂化学分析法 镍量的测定 α-联吡喃甲酰二脲萃取光度法光度法》、《锂化学分析法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法》、《锂化学分析法 镁量的测定 火焰原子吸收光谱法》、	《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》	/
2	引言	无	有	符合 GB/T 1.1—2020 的要求
3	范围	钾 0.0005%~0.04% 钠 0.0005%~2.0% 钙 0.0005%~0.1% 镍 0.0001%~0.003% 铜 0.001%~0.01% 镁 0.001%~0.01%	钾 0.0005%~0.010% 钠 0.0005%~4.0% 钙 0.0005%~0.2% 镍 0.0005%~0.010% 铜 0.0005%~0.020% 镁 0.0005%~0.020% 铅 0.0005%~0.010%。	
4	规范性引用文件	无	有	详见第 2 章 规范性引用文件
5	术语和定义	无	有	详见第 3 章 术语和定义

6	测试方法/原理	钾: 标准加入法 钠: 标准加入法 钙: 标准加入法 镍: 分光光度法 铜: 标准加入法 镁: 标准加入法	基体匹配-工作曲线法	详见第 4 章
7	试剂或材料	标准溶液为配制	氧标准贮存溶液:1000ug/mL (购买有证标准物质溶液)	详见第 5.3 条
8	仪器设备	GB/T 20931.1、GB/T 20931.2、GB/T 20931.3、GB/T 20931.10、GB/T 20931.11 原子吸收光谱仪 GB/T 20931.7 分光光度计	原子吸收光谱仪	
9	空白试验	无	有	
10	精密度	允许差	再现性限	详见第 10.2 条
11	质量保证和控制	有	无	符合 GB/T1.1-2020 的要求
12	试验报告	无	有	符合 GB/T1.1-2020 的要求

## 2.2 测定元素的确定

现行国家标准 GB/T 20931《锂化学分析方法》系列中 GB/T 20931.1“钾量的测定”、GB/T 20931.2“钠量的测定”、GB/T 20931.3“钙量的测定”、GB/T 20931.10“铜量的测定”和 GB/T 20931.11“镁量的测定”均采用火焰原子吸收光谱法，此次整合火焰原子吸收光谱法的标准，上述 5 种元素仍然保留。

现行 GB/T 20931.7“镍量的测定”采用 $\alpha$ -联咪喃甲酰二肼萃取光度法，在试验过程中需要使用三氯甲烷萃取 $\alpha$ -联咪喃甲酰二肼与 Ni 生成的络合物，不仅操作步骤繁琐、耗时较长，而且三氯甲烷属于易制毒化学品，对人体健康有严重危害，不易获得。经调研发现金属锂相关生产企业和第三方检测机构中几乎已不采用该方法测定锂中 Ni 的含量，然而为了保持整套标准的完整性和协调性，满足仲裁检测、方法比对、标准物质/标准样品定值等活动的需求，此次修订将 Ni 整合到 GB/T 20931.1，即火焰原子吸收光谱法的标准中。

现行 GB/T 20931《锂化学分析方法》系列中没有包含 Pb 含量的测定方法，为了配套支撑金属锂相关产品标准，同时满足仲裁检测、方法比对、标准物质/标准样品定值等活动的需求，此次整合新增 Pb

到 GB/T 20931.1 中。火焰原子吸收光谱法作为一种标准分析方法已广泛用于矿石、金属及其合金或化合物中微量 Pb 的测定。例如，GB/T 4324.1-2012《钨化学分析方法 第 1 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法》采用火焰原子吸收光谱法测定钨及其化合物中质量分数为 0.0003%~0.0050%的 Pb 含量；GB/T 23278.4-2009《锡酸钠化学分析方法 第 4 部分：铅量的测定 原子吸收光谱法》采用火焰原子吸收光谱法测定锡酸钠中质量分数为 0.0010%~0.0030%的 Pb 含量。因此，本标准采用火焰原子吸收光谱法测定锂中 Pb 的含量具有很强的可行性。

此外，金属锂中其他杂质元素：Si、Cl、N 不适合采用原子吸收光谱法；Al 在采用火焰原子吸收光谱法测定时，通常使用一氧化二氮（俗称“笑气”）助燃，然而笑气是受管制的危险化学品，不易获得；对于 Fe 含量的测定，经调研发现，现行 GB/T 20931.4 中采用的邻二氮杂菲分光光度法具有操作简便、准确度高等优点，经调研发现金属锂行业中的部分企业仍采用该方法作为日常生产检验和仲裁检测的分析方法。

综上，本标准最终确定采用火焰原子吸收光谱法测定锂中钾、钠、钙、镍、铜、镁、铅元素的含量。

## 2.3 测定范围的确定

本标准测定范围的修订主要依据金属锂相关产品标准、行业内产品实际情况及分析检测需求、所采用的分析方法的灵敏度等因素。

现行与金属锂相关的产品标准主要有 GB/T 4369-2015《锂》、GB/T 20930-2015《锂带》和 GB/T 26064-2010《锂圆片》。其中，GB/T 4369-2015《锂》作为金属锂最基础的产品标准，在其 2007 版基础上更新了产品牌号、杂质元素种类及部分杂质元素的含量范围（见表 3-1）：增加了“Li-6”牌号（对应 Li 纯度 $\geq 96.50\%$ ）；增加了对 Pb 元素含量的规定；Na 的最高含量由原来的不大于 1.60%增加到不大于 3.00%；Mg 的最高含量由原来的不大于 0.0005%增加到不大于 0.010%。

表 4 GB/T 4369-2015《锂》对各待测元素含量的规定

牌号	Li, 不小于	杂质含量, 不大于						
		K	Na	Ca	Ni	Cu	Mg	Pb
Li-1	99.99	0.0005	0.001	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005
Li-2	99.95	0.001	0.010	0.010	0.003	0.001	0.005	0.0010
Li-3	99.90	0.005	0.020	0.020	0.003	0.004	0.010	0.0030
Li-4	99.00	—	0.20	0.040	—	0.010	—	0.0050
Li-5	98.50	—	0.80	0.10	—	—	—	0.0050
Li-6	96.50	—	3.00	0.10	—	—	—	0.0050

为了尽可能覆盖产品标准规定的所有牌号，同时考虑到可能出现的不符合产品的情况，本标准各待测元素的测定上限均在产品标准规定的最高含量限值的基础上进行了适当上延，而各待测元素（除 Ca

外)的测定下限在兼顾方法灵敏度的同时,均与产品标准中 Li-1 牌号所规定的含量上限保持一致。基于上述原则, K 的测定上限由“0.04%”修订为“0.01%”; Na 的测定上限由“2.0%”修订为“4.00%”,测定下限由“0.0005%”修订为“0.0010%”; Ni 的测定上限由“0.003”修订为“0.010%”,测定下限由“0.0001%”修订为“0.0005%”; Cu 的测定上限由“0.1%”修订为“0.020%”,测定下限由“0.0010%”修订为“0.0005%”; Mg 的测定上限由“0.01%”修订为“0.020%”,测定下限由“0.0010%”修订为“0.0005%”; Pb 是新增元素,拟定的测定上限为 0.010%,测定下限为 0.0005%; Ca 的测定上限由“0.1%”修订为“0.20%”,而对于测定下限,考虑到原子吸收光谱中可能受到的化学干扰,根据相关单位调研反馈的建议, Ca 的测定下限仍维持原标准的“0.0010%”不变。

本标准拟定的各待测元素的测定范围及修订前后的变化见表 3-2 所示。

表 5 拟定 GB/T 20931.1 各待测元素的测定范围

序号	元素	测定范围 %	
		修订前	修订后
1	K	0.0005~0.04	0.0005~0.010
2	Na	0.0005~2.0	0.0010~4.00
3	Ca	0.0010~0.1	0.0010~0.20
4	Ni	0.0001~0.003	0.0005~0.010
5	Cu	0.0010~0.1	0.0005~0.020
6	Mg	0.0010~0.01	0.0005~0.020
7	Pb	/	0.0005~0.010

## 2. 测定方法的修订

测量结果的校准方法统一为基体匹配的工作曲线法。

表 6 拟定 GB/T 20931.1 各待测元素的校准方法

序号	元素	原标准的校准方法 g	修订后的校准方法 g
1	K	标准加入法	基体匹配-工作曲线法
2	Na	标准加入法	基体匹配-工作曲线法
3	Ca	标准加入法	基体匹配-工作曲线法
4	Ni	工作曲线法	基体匹配-工作曲线法
5	Cu	基体匹配-工作曲线法	基体匹配-工作曲线法
6	Mg	标准加入法	基体匹配-工作曲线法
7	Pb	未规定	基体匹配-工作曲线法

## 3. 起草单位验证报告分析

### 3.1 仪器条件的确认

#### 3.1.1 测定波长的选择

按试验方法,用2.0 $\mu$ g/mL 钾、钙、镍、铜、镁、铅标准溶液,质量浓度为 2.00mg/L、5.00mg/L、10.00mg/L、40.00mg/L 的钠标准溶液(由于 2007 版标准测试钠元素不同含量时涉及到 2 波长,本处排查不同波长对不同浓度的影响,确定相应浓度的最优波长)分别进行测定波长的选择,数据见表 3-5。

表 7 波长选择试验

检测元素	钾			
波长 (nm)	766.49	769.9	404.41	404.72
空白吸光度				
试样吸光度				
净吸光度				
检测元素	钠 (2.00mg/L)			
波长 (nm)	589	589.59	330.23	
空白吸光度				
试样吸光度				
净吸光度				
检测元素	钠 (5.00mg/L)			
波长 (nm)	589	589.59	330.23	
空白吸光度				
试样吸光度				
净吸光度				
检测元素	钠 (10.00mg/L)			
波长 (nm)	589	589.59	330.23	
空白吸光度				
试样吸光度				
净吸光度				
检测元素	钠 (40.00mg/L)			
波长 (nm)	589	589.59	330.23	
空白吸光度				
试样吸光度				
净吸光度				
检测元素	钙			
波长 (nm)	422.67	239.86		
空白吸光度				
试样吸光度				
净吸光度				
检测元素	镍			
波长 (nm)				
空白吸光度				
试样吸光度				
净吸光度				
检测元素	铜			

波长 (nm)	324.75	327.40	217.89	
空白吸光度				
试样吸光度				
净吸光度				
检测元素	镁			
波长 (nm)	285.21	279.55	202.58	
空白吸光度				
试样吸光度				
净吸光度				
检测元素	铅			
波长 (nm)	283.31	217.00	261.42	205.33
空白吸光度				
试样吸光度				
净吸光度				

在原子吸收光谱分析中,通常选择元素的共振线作分析线,这样可提高测定的灵敏度。数据表明,不同波长下各元素的吸光度,发现选择钾的灵敏线 766.5nm、钠的灵敏线 589.0nm、.....作为测定波长时,吸光度达到最大值,灵敏度最高。

因此,确定各元素的最佳测定波长分别为:钾: 766.5nm、钠: 589.0nm、钙: 780.0nm、镍: 852.1nm、铜: nm、镁: nm、铅: nm。

### 3.1.2 空心阴极灯工作电流的选择

按试验方法,用 2.0 $\mu$ g/mL 钾、钠、钙、镍、铜、镁、铅标准溶液,分别于不同灯电流下测量其吸光度,数据见表 3-6。

表 8 灯电流试验

检测元素	钾							
灯电流 (mA)	2	4	6	7	8	10	12	14
空白吸光度								
试样吸光度								
净吸光度								
检测元素	钠							
灯电流 (mA)	2	4	6	7	8	10	12	14
空白吸光度								
试样吸光度								
净吸光度								
检测元素	钙							
灯电流 (mA)	2	4	6	7	8	10	12	14
空白吸光度								
试样吸光度								
净吸光度								
检测元素	镍							
灯电流 (mA)	2	4	6	7	8	10	12	14
空白吸光度								
试样吸光度								

净吸光度								
检测元素	铜							
灯电流 (mA)	2	4	6	7	8	10	12	14
空白吸光度								
试样吸光度								
净吸光度								
检测元素	镁							
灯电流 (mA)	2	4	6	7	8	10	12	14
空白吸光度								
试样吸光度								
净吸光度								
检测元素	铅							
灯电流 (mA)	2	4	6	7	8	10	12	14
空白吸光度								
试样吸光度								
净吸光度								

当灯电流太小时,会造成光源发光强度不稳定,也会使吸光度值重现性变差,所以试验选择灯电流从 7mA 开始考察。数据表明:当灯电流在 7~10mA 范围内时,稳定性特好,随工作电流的增大吸光度基本稳定无明显变化,但从 11mA 开始随工作电流的增大吸光度逐渐减小,这是谱线变宽的缘故。故试验选择空心阴极灯工作电流为 7~10mA。

### 3.1.3 狭缝宽度的选择

按试验方法,用 2.0 $\mu$ g/mL 钾、钠、钙、镍、铜、镁、铅标准溶液,分别于不同狭缝宽度下测量其吸光度,数据见表 9。

表 9 狭缝宽度试验

检测元素	钾			
狭缝宽度 (nm)	0.2	0.7	1.3	2
空白吸光度				
试样吸光度				
净吸光度				
检测元素	钠			
狭缝宽度 (nm)	0.2	0.7	1.3	2
空白吸光度				
试样吸光度				
净吸光度				
检测元素	钙			
狭缝宽度 (nm)	0.2	0.7	1.3	2
空白吸光度				
试样吸光度				
净吸光度				
检测元素	镍			
狭缝宽度 (nm)	0.2	0.7	1.3	2
空白吸光度				
试样吸光度				
净吸光度				

检测元素	铜			
狭缝宽度 (nm)	0.2	0.7	1.3	2
空白吸光度				
试样吸光度				
净吸光度				
检测元素	镁			
狭缝宽度 (nm)	0.2	0.7	1.3	2
空白吸光度				
试样吸光度				
净吸光度				
检测元素	铅			
狭缝宽度 (nm)	0.2	0.7	1.3	2
空白吸光度				
试样吸光度				
净吸光度				

实验表明,在不同狭缝宽度下测量各元素的吸光度,结果表明,随着狭缝宽度的增大,吸光度稳定无明显变化。因此,选择仪器推荐使用的狭缝宽度,以确保测定的准确性和稳定性。

#### 3.1.4 燃气与助燃气流量比

按试验方法,用 $2.0\mu\text{g/mL}$ 钾、钠、钙、镍、铜、镁、铅标准溶液,在保持助燃气流量(空气流量为 $10\text{L/min}$ )不变的条件下,分别于不同燃气流速下测量其吸光度,数据见表10。

表10 燃气流量试验

检测元素	钾				
燃气流量(L/min)	1.2	1.4	1.6	1.8	2.0
空白吸光度					
试样吸光度					
净吸光度					
燃气流量(L/min)	2.2	2.5	2.8	3.0	3.5
空白吸光度					
试样吸光度					
净吸光度					
检测元素	钠				
燃气流量(L/min)	1.2	1.4	1.6	1.8	2.0
空白吸光度					
试样吸光度					
净吸光度					
燃气流量(L/min)	2.2	2.5	2.8	3.0	3.5
空白吸光度					
试样吸光度					
净吸光度					
检测元素	钙				
燃气流量(L/min)	1.2	1.4	1.6	1.8	2.0
空白吸光度					
试样吸光度					
净吸光度					
燃气流量(L/min)	2.2	2.5	2.8	3.0	3.5
空白吸光度					

试样吸光度					
净吸光度					
检测元素	镍				
燃气流量(L/min)	1.2	1.4	1.6	1.8	2.0
空白吸光度					
试样吸光度					
净吸光度					
燃气流量(L/min)	2.2	2.5	2.8	3.0	3.5
空白吸光度					
试样吸光度					
净吸光度					
检测元素	铜				
燃气流量(L/min)	1.2	1.4	1.6	1.8	2.0
空白吸光度					
试样吸光度					
净吸光度					
燃气流量(L/min)	2.2	2.5	2.8	3.0	3.5
空白吸光度					
试样吸光度					
净吸光度					
检测元素	镁				
燃气流量(L/min)	1.2	1.4	1.6	1.8	2.0
空白吸光度					
试样吸光度					
净吸光度					
燃气流量(L/min)	2.2	2.5	2.8	3.0	3.5
空白吸光度					
试样吸光度					
净吸光度					
检测元素	铅				
燃气流量(L/min)	1.2	1.4	1.6	1.8	2.0
空白吸光度					
试样吸光度					
净吸光度					
燃气流量(L/min)	2.2	2.5	2.8	3.0	3.5
空白吸光度					
试样吸光度					
净吸光度					

实验结果表明，在贫燃火焰范围内，适当增加乙炔流量可以增大吸光度值。但当乙炔流量增大到富燃焰之后，吸光度值稳定无明显变化。为节约试剂成本，选择燃气流量为 1.4~2.0L/min，助燃气流量为 10L/min，以确保测定的灵敏度和经济性。

### 3.1.5 校正背景方式

按试验方法，用 1#样品、2.0 $\mu$ g/mL 钾、钠、钙、镍、铜、镁、铅标准溶液，分别于赛曼、氘灯、自吸条件下测量其浓度（若仪器设备有涉及的三种或其他扣背景方式则分别进行测试；若仪器设备只有一种扣背景方式则只做相应扣背景方式的实验），数据见表 11。

表 11 扣背景方式试验

校正背景方式	塞曼	氘灯	自吸
1#样品(K%)			
2.0ug/mL 标准溶液(K%)			
1#样品(Na%)			
2.0ug/mL 标准溶液 (Na%)			
1#样品(CaO%)			
2.0ug/mL 标准溶液(CaO%)			
1#样品(Ni%)			
2.0ug/mL 标准溶液(Ni%)			
1#样品(Cu%)			
2.0ug/mL 标准溶液(Cu%)			
1#样品(Mg%)			
2.0ug/mL 标准溶液(Mg%)			
1#样品(Pb%)			
2.0ug/mL 标准溶液(Pb%)			

结果表明,使用XXXXX校正背景方式时,钾、钠、钙、镍、铜、镁、铅的测定值最为接近保证值。因此,选择XXXXX校正背景方式。

### 3.1.6 测定条件确认

综合以上试验得出最佳仪器测定条件见下表 12。

表 12 测定条件选择 (XXXXX 公司)

元素	分析线	灯电流	光谱带宽	乙炔流量	空气压力
钾					
钠					
钙					
镍					
铜					
镁					
铅					
检测仪器品牌	Xxx		仪器型号	Xxxx	

试验表明:不同实验室的仪器品牌、仪器型号存在少量差异,因此不同实验室的测定条件可以调整。

### 3. 2样品酸种类和酸度的影响

按试验方法,分别以 2.0ug/mL 钾、钠、钙、镍、铜、镁、铅标准溶液和 1#样品、5#样品为考察对象,按试验方法将 1#样品、5#样品进行预处理,分取试液 10 mL 于一组 100mL 容量瓶中,在待测溶液中同步加入酸介质 1%、5%、10%的硝酸(1.2.3)、1%、5%、10%的盐酸(1.2.3)、1%、5%、10%的醋酸(1.2.3)分别测量其吸光度,随同试样做空白试验,数据见表 13、表 14、表 15。

表 13 硫酸介质试验

硫酸介质	元素	空白吸光度	标准溶液吸光	1 样品吸光度	5 样品吸光度
1%	钾				
	钠				
	钙				

	镍				
	铜				
	镁				
5%	铅				
	钾				
	钠				
	钙				
	镍				
	铜				
10%	镁				
	铅				
	钾				
	钠				
	钙				
	镍				
	铜				

表 14 盐酸介质试验

盐酸介质	元素	空白吸光度	标准溶液吸光	1 样品吸光度	5 样品吸光度
1%	钾				
	钠				
	钙				
	镍				
	铜				
	镁				
	铅				
5%	钾				
	钠				
	钙				
	镍				
	铜				
	镁				
	铅				
10%	钾				
	钠				
	钙				
	镍				
	铜				
	镁				
	铅				

表 15 硝酸介质试验

硝酸介质	元素	空白吸光度	标准溶液吸光	1 样品吸光度	5 样品吸光度
1%	钾				
	钠				
	钙				
	镍				
	铜				
	镁				
	铅				
5%	钾				
	钠				
	钙				
	镍				
	铜				
	镁				
	铅				
10%	钾				
	钠				
	钙				
	镍				
	铜				
	镁				
	铅				

根据表 3-11、表 3-12、表 3-13 可知，实验结果表明，在盐酸介质中测定结果与真实值偏差较大，不适宜作为测定介质。硝酸介质中，5%酸度时测定结果较好。但在硝酸介质中，酸度对测定结果影响不大，数据较为理想。因此，选择硝酸介质，推荐酸度为 1% 进行测定。

### 3. 3 基体浓度和检出限试验

称取 4 份高纯碳酸锂（2.2.8）质量分别为 0.2662g, 1.3308g, 2.6616g, 5.3232g 于 200mL 烧杯中，分别缓慢加入 1.6mL, 8mL, 16mL, 32mL 盐酸（2.2.4），于低温处溶至清亮，冷却后移入 4 个 50mL 容量瓶中，即 Li 浓度分别为 1, 5, 10, 20mg/mL，对应样品则分别稀释 1000, 200, 100, 50 倍。每组溶液连续测定 11 次，以 3\*SD 为检出限，10\*SD 为检出下限，乘以稀释倍数后换算到样品固体中检出限。结果如下：

表 16 Li 1mg/mL 基体检出限

元素空白	K	Na	Ca	Cu	Mg	Ni	Pb
测试 1							
测试 2							
测试 3							
测试 4							
测试 5							
测试 6							
测试 7							
测试 8							
测试 9							
测试 10							

测试 11							
标准偏差 S							
检出限 mg/L							
测定下限 mg/L							

表 17 Li 5mg/mL 基体检出限

元素空白	K	Na	Ca	Cu	Mg	Ni	Pb
测试 1							
测试 2							
测试 3							
测试 4							
测试 5							
测试 6							
测试 7							
测试 8							
测试 9							
测试 10							
测试 11							
标准偏差 S							
检出限 mg/L							
测定下限 mg/L							

表 18 Li 10mg/mL 基体检出限

元素空白	K	Na	Ca	Cu	Mg	Ni	Pb
测试 1							
测试 2							
测试 3							
测试 4							
测试 5							
测试 6							
测试 7							
测试 8							
测试 9							
测试 10							
测试 11							
标准偏差 S							

检出限 mg/L							
测定下限 mg/L							

表 19 Li 20mg/mL 基体检出限

元素空白	K	Na	Ca	Cu	Mg	Ni	Pb
测试 1							
测试 2							
测试 3							
测试 4							
测试 5							
测试 6							
测试 7							
测试 8							
测试 9							
测试 10							
测试 11							
标准偏差 S							
检出限 mg/L							
测定下限 mg/L							

实验结论：通过测定空白样品，计算得到各元素的检出限和测定下限，均能满足测定范围规定的检测含量范围的上下限。具体检出限和测定下限如下：

钾：检出限 XXXXXXXX mg/L，测定下限 XXXXXXX mg/L

钠：检出限 XXXXXXXX mg/L，测定下限 XXXXXXX mg/L

钙：检出限 XXXXXXXX mg/L，测定下限 XXXXXXX mg/L

镍：检出限 XXXXXXXX mg/L，测定下限 XXXXXXX mg/L

铜：检出限 XXXXXXXX mg/L，测定下限 XXXXXXX mg/L

镁：检出限 XXXXXXXX mg/L，测定下限 XXXXXXX mg/L

铅：检出限 XXXXXXXX mg/L，测定下限 XXXXXXX mg/L

**（验证样品稀释倍数条件：）**由表 16~表 19 中数据可以看出，普遍存在基体越高检出限越低趋势。10mg/mL 和 20mg/mL 基体的大部分元素检出限已差异不大，都在同一个数量级。

综合考虑对应的标准曲线配制难度和基体盐分对雾化器和炬管的影响，推荐低含量元素采用 10mg/mL 的 Li 基体，即样品稀释 100 倍，除 Pb (<0.0002%) 外，轴向观测检出限均可以做到小于 0.0001%。标准曲线浓度范围为 0, 0.05ppm~2ppm。

为防止浓度过高导致信号饱和或标准曲线弯曲，同时减少标液消耗，测定高含量 (>0.02%) 元素则再稀释十倍后轴向测定，即使用 1mg/mL 的 Li 基体，样品稀释 1000 倍。标准曲线范围为 0, 0.2ppm~8ppm。

而对于 Li6 牌号的高浓度 Na，则在稀释 1000 倍后采用径向观测，检出限完全满足测试需求。这样只需要准备两种基体的标准溶液即可，减少了工作量和试剂消耗。标准曲线范围为 0, 8~40ppm。

### 3.4 工作曲线试验

#### 3.4.1 绘制工作曲线

配制X酸介质为1%，钾、钙、铜、镁、镍、铅质量浓度为0mg/L、0.05mg/L、0.10mg/L、0.50mg/L、1.00mg/L、2.00mg/L的系列标准溶液，钠质量浓度为0mg/L、0.05mg/L、0.10mg/L、0.50mg/L、1.00mg/L、2.00mg/L和0mg/L、0.10mg/L、0.40mg/L、2.00mg/L、5.00mg/L、10.00mg/L和2.00mg/L、5.00mg/L、10.00mg/L、20.00mg/L、40.00mg/L的系列标准溶液。在原子吸收光谱仪最佳工作条件下，与试样测定相同的条件，以试剂空白为参比，按浓度由低到高依次测定吸光度，绘制工作曲线（若吸光度太高，可偏转燃烧头），以钾、钠、钙、镍、铜、镁、铅浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线，测定数据见表20—表21。

表 20 钾工作曲线原子吸收吸光值

钾浓度(mg/L)	Abs
0.00	
0.05	
0.10	
0.50	
1.00	
2.00	

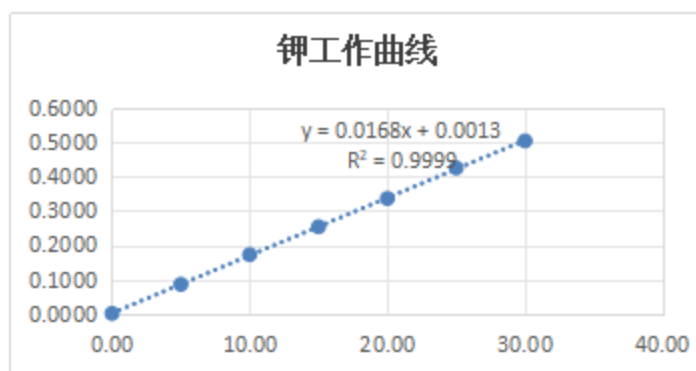


图 1 原子吸收光谱法测定金属锂中钾含量工作曲线

工作曲线为： $A=0.0168x+0.0013$ ；相关系数  $r=0.9999$ 。

表 21 钙工作曲线原子吸收吸光值

钙浓度(mg/L)	Abs
0.00	
0.05	
0.10	
0.50	
1.00	
2.00	

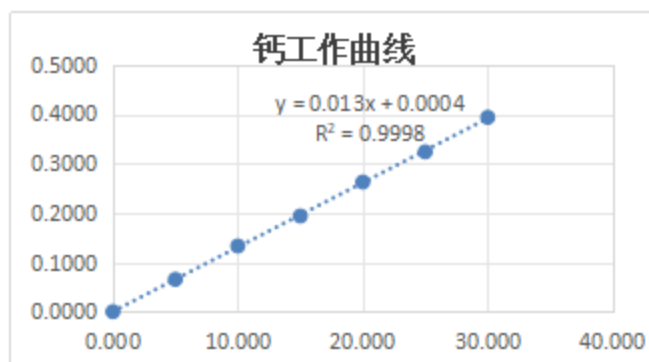


图 2 原子吸收光谱法测定属锂中钙含量工作曲线

工作曲线为:  $A=0.0131x+0.0004$ ; 相关系数 $r=0.9999$ 。

以上述钾、钙相同方式绘制钠、镍、铜、镁、铅的标准曲线,记录吸光度、工作曲线、相关系数等信息, 本处略

实验结论:成功绘制了钾、钠、钙、镍、铜、镁、铅的工作曲线。各元素的工作曲线线性良好,相关系数均接近1.0,表明在所选浓度范围内,吸光度与浓度呈良好的线性关系。具体工作曲线如下:

钾:  $A=bx + a$ , 相关系数 $r=0.9999$

钠:  $A1=b1x + a1$ , 相关系数 $r=0.9999$ ;

$A2=b2x + a2$ , 相关系数 $r=0.9999$ ;

$A3=b3x + a3$ , 相关系数 $r=0.9999$

钙:  $A=bx + a$ , 相关系数 $r=0.9999$

镍:  $A=bx + a$ , 相关系数 $r=0.9999$

铜:  $A=bx + a$ , 相关系数 $r=0.9999$

镁:  $A=bx + a$ , 相关系数 $r=0.9999$

铅:  $A=bx + a$ , 相关系数 $r=0.9999$

### 3.5稳定度试验

在最高浓度标准溶液和最低浓度标准溶液各测定11次吸光度,计算其标准偏差相对其平均吸光度的比值,数据见表22。

表 22 稳定度试验

元素	序号	K	Na	Ca	Cu	Mg	Ni	Pb
最低浓度标准溶液 A (n=11)	测试 1							
	测试 2							
	测试 3							
	测试 4							
	测试 5							
	测试 6							
	测试 7							
	测试 8							
	测试 9							
	测试 10							
	测试 11							

最高浓度标准溶液 A (n=11)	平均值							
	标准偏差							
	RSD%							
	测试 1							
	测试 2							
	测试 3							
	测试 4							
	测试 5							
	测试 6							
	测试 7							
	测试 8							
	测试 9							
	测试 10							
	测试 11							
平均值								
标准偏差								
RSD%								

### 3.6方法准确性验证

#### 3.6.1 加标回收率实验

按分析步骤对各牌号样品进行测定钾、钠、钙、镍、铜、镁、铅含量的加标回收率，使用了各牌号的实际样品，按照样品制备流程稀释后进行加标回收率测试，结果如下：

表 23 Li-2 加标回收实验

Li-2 加标	K	Na	Ca	Cu	Mg	Ni	Pb
溶液浓度(μg/mL)							
加标浓度(μg/mL)							
加标后含量(μg/mL)							
回收率%							

表 24 Li-3 加标回收实验

Li-3 加标	K	Na	Ca	Cu	Mg	Ni	Pb
溶液浓度(μg/mL)							
加标浓度(μg/mL)							
加标后含量(μg/mL)							
回收率%							

表 25 Li-4 加标回收实验

Li-4 加标	K	Na	Ca	Cu	Mg	Ni	Pb
溶液浓度(μg/mL)							
加标浓度(μg/mL)							
加标后含量(μg/mL)							
回收率%							

表 26 Li-5 加标回收实验





测试 5														
测试 6														
测试 7														
测试 8														
测试 9														
测试 10														
测试 11														
平均值														
方法误差														

表 32 6#样品仪器对比实验

6# 序号	K		Na		Ca		Cu		Mg		Ni		Pb	
	ICP	AAS	ICP	AAS	ICP	AAS	ICP	AAS	ICP	AAS	ICP	AAS	ICP	AAS
测试 1														
测试 2														
测试 3														
测试 4														
测试 5														
测试 6														
测试 7														
测试 8														
测试 9														
测试 10														
测试 11														
平均值														
方法误差														

各一验单位抽取3个样品测试7-11次进行仪器对比试验，两种方法所得结果相近，系统误差较小，测试结果无明显区别，表明该方法的准确性和可靠性。

### 3.7 精密度试验

3.7.1 按分析步骤对5个样品进行钾、钠、钙、镍、铜、镁、铅含量的测定，结果见下表33。

表 33 精密度实验

样品牌号	序号	K	Na	Ca	Cu	Mg	Ni	Pb
Li-2	测试 1	0.0001	0.0020	0.0066	0.0001	0.0002	0.0001	0.0001
	测试 2	0.0001	0.0020	0.0066	0.0001	0.0002	0.0001	0.0001
	测试 3	0.0001	0.0020	0.0066	0.0001	0.0002	0.0001	0.0001

	测试 4	0.0001	0.0020	0.0066	0.0001	0.0002	0.0001	0.0001
	测试 5	0.0001	0.0020	0.0066	0.0001	0.0002	0.0001	0.0001
	测试 6	0.0001	0.0020	0.0066	0.0001	0.0002	0.0001	0.0001
	测试 7	0.0001	0.0020	0.0066	0.0001	0.0002	0.0001	0.0001
	测试 8	0.0001	0.0020	0.0066	0.0001	0.0002	0.0001	0.0001
	测试 9	0.0001	0.0020	0.0066	0.0001	0.0002	0.0001	0.0001
	测试 10	0.0001	0.0020	0.0066	0.0001	0.0002	0.0001	0.0001
	测试 11							
	平均值							
	标准偏差							
RSD%								
Li-3	测试 1	0.0001	0.0115	0.0051	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001
	测试 2	0.0001	0.0115	0.0051	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001
	测试 3	0.0001	0.0115	0.0051	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001
	测试 4	0.0001	0.0115	0.0051	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001
	测试 5	0.0001	0.0115	0.0051	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001
	测试 6	0.0001	0.0115	0.0051	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001
	测试 7	0.0001	0.0115	0.0051	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001
	测试 8	0.0001	0.0115	0.0051	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001
	测试 9	0.0001	0.0115	0.0051	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001
	测试 10	0.0001	0.0115	0.0051	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001
	测试 11	0.0001	0.0115	0.0051	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001
	平均值							
	标准偏差							
RSD%								
Li-5	测试 1		0.61	0.0083			0.0001	0.0001
	测试 2		0.61	0.0083			0.0001	0.0001
	测试 3		0.61	0.0083			0.0001	0.0001
	测试 4		0.61	0.0083			0.0001	0.0001
	测试 5		0.61	0.0083			0.0001	0.0001
	测试 6		0.61	0.0083			0.0001	0.0001
	测试 7		0.61	0.0083			0.0001	0.0001
	测试 8		0.61	0.0083			0.0001	0.0001
	测试 9		0.61	0.0083			0.0001	0.0001
	测试 10		0.61	0.0083			0.0001	0.0001
	测试 11		0.61	0.0083			0.0001	0.0001
	平均值							
	标准偏差							
RSD%								

由表 33 可以看出：各元素常量 RSD%小于 5，微量 RSD%小于 20，说明该方法精密度较好，数据可靠。

3.7.2 由于 Li2~Li-5 样品中各元素含量均不能完全覆盖元素的检测范围，因此测定样品精密度由样品 Li-2、Li-3、Li-5 样品分别加入相应量的标准溶液合成制备为相应的样品 2#、3#、4#、5#、6#，见下表 34。合成后的样品含量见下表 35。

表 34 样品加标量

原编号	合成编号	加入标准溶液%						
		K	Na	Ca	Cu	Mg	Ni	Pb
Li-2	2#							
Li-2	3#	0.0010	0.2000	0.0050	0.0040	0.0100	0.0100	0.0010
Li-2	4#	0.0050	0.8000	0.0200	0.0100			0.0030
Li-3	5#							
Li-5	6#		2					

表 35 合成样品各元素含量%

原编号	合成编号	加入标准溶液%						
		K	Na	Ca	Cu	Mg	Ni	Pb
Li-2	2#	0.0001	0.0020	0.0066	0.0001	0.0002	0.0001	0.0001
Li-2	3#	0.0011	0.2020	0.0116	0.0041	0.0102	0.0101	0.0011
Li-2	4#	0.0051	0.8020	0.0266	0.0101			0.0031
Li-3	5#		0.0115	0.0051				
Li-5	6#		2.6100	0.0083				

3.7.3 使用 2#~6#合成样品，采用最佳仪器条件，进行了 11 次重复测试，结果如下：

表 36 合成样品-2#精密度实验

样品号	测试次数 n	K %	Na %	Ca %	Cu %	Mg %	Ni %	Pb %
2#	1							
	2							
	3							
	4							
	5							
	6							
	7							
	8							
	9							
	10							
	11							
平均值								
标准偏差								
RSD %								

表 37 合成样品-3#精密度实验

样品号	测试次数 n	K %	Na %	Ca %	Cu %	Mg %	Ni %	Pb %
3#	1							
	2							
	3							
	4							
	5							
	6							
	7							
	8							

	9							
	10							
	11							
平均值								
标准偏差								
RSD %								

表 38 合成样品-4#精密度实验

样品号	测试次数 n	K %	Na %	Ca %	Cu %	Mg %	Ni %	Pb %
4#	1							
	2							
	3							
	4							
	5							
	6							
	7							
	8							
	9							
	10							
	11							
平均值								
标准偏差								
RSD %								

表 39 合成样品-5#精密度实验

样品号	测试次数 n	K %	Na %	Ca %	Cu %	Mg %	Ni %	Pb %
5#	1							
	2							
	3							
	4							
	5							
	6							
	7							
	8							
	9							
	10							
	11							
平均值								
标准偏差								
RSD %								

表 40 合成样品-6#精密度实验

样品号	测试次数 n	K %	Na %	Ca %	Cu %	Mg %	Ni %	Pb %
-----	--------	-----	------	------	------	------	------	------



	Na						无异常值
	Ca						无异常值
	Cu						无异常值
	Mg						无异常值
	Ni						无异常值
	Pb						无异常值
6#	K						无异常值
	Na						无异常值
	Ca						无异常值
	Cu						无异常值
	Mg						无异常值
	Ni						无异常值
	Pb						无异常值

由精密度试验数据异常值结果表 41 可以看出，上述 5 个试验样品分别进行 11 次独立测定的结果无异常值。表明该方法重复性较好，精密度较高。

#### 4.结论

通过试验表明各项数据都能满足分析要求，可以作为金属锂中杂质元素钾、钠、钙、镍、铜、镁、铅的含量测定的国家标准分析方法。

#### 四、标准中涉及的专利情况

本标准不涉及专利问题。

#### 五、标准预期达到的社会效益等情况

##### （一）项目的必要性

金属锂是一种重要的战略性金属资源，被广泛应用于航空航天、新能源、冶金、核工业、医药等重点行业领域。锂中杂质元素的种类和含量对其下游应用有着直接重要的影响。因此，准确测定锂中各种杂质元素的含量对于把控产品质量、稳定生产工艺、推动产业提质升级具有十分重要的支撑作用。目前现行的国家标准 GB/T 20931-2007《锂化学分析方法》系列实施年代久远，在测定元素、测定范围、操作步骤、精密度数据等技术内容方面已无法满足当前锂及其下游产业发展的需求，在标准文本格式方面也不符合 GB/T 1.1-2020 等标准规范的要求，在标准体系架构方面也不符合国家标准化管理委员会关于标准体系优化的相关要求。因此，十分有必要对 GB/T 20931-2007《锂化学分析方法》系列进行修订和体系优化。

原子吸收光谱法是无机化学领域常用的一种定量分析方法，具有灵敏度高、抗干扰能力强、操作简

便等优点。尽管与电感耦合等离子原子发射光谱法、电感耦合等离子质谱法相比，动态线性范围较窄且无法实现多元素同时测定，但是原子吸收光谱法在选择性和抗背景干扰能力等方面具有独特优势，特别是在测定微/痕量碱金属（如 Li、K、Na）和碱土金属（如 Ca、Mg）含量时表现出优异的灵敏度和精密度。因此，原子吸收光谱法是实验室间比对、方法验证、仲裁检验、标准物质/标准样品定值分析等活动中不可替代的一种定量分析方法。结合金属锂行业的实际情况及对成分检测的需求，在整合优化后的 GB/T 20931《锂化学分析方法》标准体系中，仍然保留原子吸收光谱法是十分必要的。

## （二）项目的可行性

江西赣锋锂业牵头制定了锂、锂带、电池级氟化锂、电池级硅酸锂、电池级氧化锂、锂镁合金等标准，完成国家、行业和团体标准等 40 余项。根据国家标准化管理委员会关于国家标准复审和体系优化的相关要求，基于对国内金属锂相关产品标准及成分检测实际情况的调研，将 GB/T 20931.1“钾量的测定”、GB/T 20931.2“钠量的测定”、GB/T 20931.3“钙量的测定”、GB/T 20931.7“镍量的测定”、GB/T 20931.10“铜量的测定”和 GB/T 20931.11“镁量的测定”进行整合修订，增加铅元素的测定，统一采用火焰原子吸收光谱法，精简了标准数量，优化了体系架构。

火焰原子吸收光谱法是一种技术非常成熟的光谱分析方法，现已被广泛应用于地质、冶金、机械、化工、农业、食品、轻工、生物、医药、环境保护、材料科学等领域的常量及微/痕量元素分析。本标准包含的 7 种元素，在火焰原子吸收光谱中均具有良好的灵敏度，因此在技术上是可行的。

编制组成员均为国内锂产品生产、研发、应用和检测的骨干单位，在金属锂成分分析方法研究及标准化方面具有丰富的实践经验和过硬的技术实力，可为本标准的修订提供人员、技术和物质保障。

## （三）标准的先进性、创新性、标准实施后预期产生的社会效益和经济效益

本标准是对 GB/T 20931-2007《锂化学分析方法》系列中部分标准的整合修订，是在充分调研国内金属锂相关产品标准及行业内分析检测实际情况的基础上，通过大量试验研究和验证而建立的，既体现了当前金属锂行业成分分析的技术水平，又与 GB/T 20931 现行和在研标准相互配套协调，进一步完善了国内金属锂化学分析方法的标准体系，具有较强的先进性、适用性和实效性。

本标准的修订为国内采用原子吸收光谱法测定金属锂中钾、钠、钙、镍、铜、镁、铅等杂质元素的含量提供一个科学、统一的技术依据，对于提高不同实验室间分析检测结果的可靠性和可比性，提升技术人员的分析检测水平，消除供应商和客户之间因分析差异造成的纠纷发挥了重要的支撑作用。

本标准的修订及整个 GB/T 20931 系列的优化完善，将有助于进一步推动我国金属锂产业的高质量发展，推动金属锂及其下游产品在航空航天、新能源、原子能、医药、化工等重点产业领域的创新应用，势必产生巨大的社会效益和经济效益。

## 六、采用国际标准和国外先进标准的情况

无。

## **七、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况**

本标准的技术内容与现行的相关法律、法规和强制性国家标准没有冲突。在标准整合修订过程中充分考虑到了产品标准 GB/T 4369-2015《锂》的相关技术内容，修订后各元素的测定范围覆盖了 GB/T 4369-2015 中所有牌号规定的元素含量上限，能够作为 GB/T 4369-2015 的配套标准使用；同时，本标准与现行 GB/T 20931 系列的其他部分及制定中的 GB/T 20931.12《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》（计划号：20230121-T-610）相互协调、相互支撑，形成了较为清晰和完善的金属锂化学分析方法的标准体系。

## **八、重大分歧意见的处理经过和依据**

无。

## **九、标准性质的建议说明**

建议该标准继续作为推荐性国家标准。

## **十、贯彻标准的要求和措施建议**

1. 在标准实施前应保证标准文本在金属锂的生产企业、下游用户和第三方检测机构中有充足的供应，这是保证新标准贯彻实施的基础。
2. 针对标准使用的不同对象，有侧重地开展标准的宣贯培训，以保证标准的贯彻实施。
3. 对于标准使用过程中出现的疑问，起草单位有义务进行必要的解释。
4. 建议本标准批准发布 6 个月后实施。

## **十一、废止现行有关标准的建议**

建议废止 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 和 GB/T 20931.11-2007。

## **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》  
GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》；  
GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》。

江西赣锋锂业集团股份有限公司  
《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》  
国家标准编制小组  
2026年3月