

# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 509.8—202X

代替 YS/T 509.8—2008

## 锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 第8部分：钙、镁、锰、铁、铍、磷含 量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Methods of chemical analysis of lithium pyroxene and lithium mica concentrates Part 8: Determination of calcium, magnesium, manganese, iron, beryllium, phosphorus contents

Inductively coupled plasma emission spectrometry (修订稿)

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》的规定起草。

YS/T 509《锂辉石、锂云母精矿化学分析方法》共有xx个部分：

第1部分：氧化锂、氧化钠和氧化钾量的测定 火焰原子吸收光谱法；

第2部分：氧化铷和氧化铯量的测定 火焰原子吸收光谱法；

第3部分：二氧化硅量的测定 重量-钼蓝分光光度法；

第4部分：三氧化二铝量的测定 EDTA络合滴定法；

第5部分：三氧化二铁量的测定 EDTA络合滴定法 邻二氮杂菲分光光度法；

第6部分：五氧化二磷量的测定 钼蓝分光光度法；

第7部分：氧化铍量的测定 铬天青S-CTMAB分光光度法；

第8部分：钙、镁、锰、铁、铍、磷含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；

第9部分：氟量的测定 离子选择电极法；

第10部分：一氧化锰量的测定 过硫酸盐氧化分光光度法；

第11部分：烧失量的测定 重量法。

本部分为第8部分。

本部分代替YS/T509.8-2008《锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 氧化钙、氧化镁的测定 火焰原子吸收光谱法》。

本文件与YS/T 509.8-2008相比，主要技术变化如下：

- 1.增加了规范性引用文件；
- 2.增加了术语和定义；
- 3.原第8部分由检测钙、镁2种元素扩大到钙、镁、锰、铁、铍、磷共6个元素；
- 4.将第8部分各元素的检测方法统一为ICP-OES法；
- 5.样品前处理中增加硝酸辅助样品消解；
- 6.消解定容的样品直接上ICP-OES进行测试，取消了锶溶液和镧溶液的加入；
- 7.取消了各元素标准贮存溶液制备的方法，建议直接采购国家有证标准贮存溶液。

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/TC243）提出并归口。

本文件起草单位：天齐锂业股份有限公司、安捷伦科技有限公司、新疆有色金属研究所有限公司、江西赣锋锂业集团股份有限公司、雅化锂业（雅安）有限公司、盛新锂能集团股份有限公司、宜春银锂新能源有限责任公司、江西春鹏锂业有限责任公司、江西九岭锂业股份有限公司、江苏容汇通用锂业股份有限公司、志存锂业集团有限公司、山东瑞福锂业有限公司

本文件主要起草人：xxxxxx

本文件于2006年首次制定。

**锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 第8部分：钙、镁、锰、铁、铍、磷含量的测定**  
**电感耦合等离子体发射光谱法**

## 1 范围

本文件描述了锂辉石、锂云母精矿中钙、镁、锰、铁、铍、磷等含量的测定方法。

本文件适用于锂辉石、锂云母精矿中钙、镁、锰、铁、铍、磷等含量的测定。各元素测定范围见表1。

表1 各元素测定范围

元素	测定范围(%)
Ca	0.0004~1.0000
Mg	0.0005~0.4000
Fe	0.0025~2.0000
Mn	0.0001~0.8000
Be	0.0001~0.0500
P	0.0005~0.3000

## 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，仅该注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

### 4.1 酸溶法

锂辉石、锂云母精矿中锂、钙、镁、锰、铁、铍、磷等元素以硝酸、氢氟酸、高氯酸、盐酸分解，于 ICP-OES 仪上测定锂、钙、镁、锰、铁、铍、磷等的含量。

## 5 试剂或材料

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 硝酸（质量分数65%~68%）

5.3 高氯酸（质量分数 70%~73%）

5.4 盐酸（质量分数 30%–37%）

5.5 氢氟酸（质量分数 40%–48%）

5.6 盐酸（1+1）

5.7 锂、钙、镁、锰、铁、铍、磷标准贮存溶液（1000 $\mu\text{g/mL}$ ）。（购买国家有证标准贮存溶液）

## 6 仪器设备

——石墨加热板

——研磨仪

——其他实验室常用仪器。

——各元素分析谱线的选择见表 2。

——电感耦合等离子体原子发射光谱仪：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%。

表 2 各元素分析谱线推荐波长

元素	Ca	Mg	Fe	Mn	Be	P
波长/nm	317.93	285.21	238.20	259.37	313.11	213.62

## 7 样品

样品预先在  $105 \pm 5^\circ\text{C}$  下烘 2h，置于干燥器中冷却至室温，研磨后过 200 目标准筛。

## 8 试验步骤

### 8.1 试料

按不同前处理方式称取试料，精确至 0.0001g。

### 8.2 平行试验

平行做两份试验。

### 8.3 白试验

随同试料做空白试验。

### 8.4 测定

#### 8.4.1 前处理

称取 0.1g 待测试样（精确至 0.0001g），置于 50mL 聚四氟乙烯坩埚中，用少量水润湿，加入 5mL 硝酸（5.2）、5mL 盐酸（5.4）及 5mL 氢氟酸（5.5）置于石墨加热板上，盖上盖子加热分解。约 30min 后，开盖加入 5mL 高氯酸（5.3），5mL 氢氟酸（5.5），盖上盖子继续消解 30min。打开盖子，继续消

解至不再冒白烟，样品近干时，取下样品，冷却，加入 10mL1+1 的盐酸（5.6），置于石墨加热板上加热，使盐类完全溶解，溶液清澈后，取下样品，冷却至室温，再转移至 100mL 容量瓶中，定容，摇匀。将样品转移至 100mL 容量瓶，清洗坩埚的溶液一并转入容量瓶，定容。

注：如果发现样品加热过度样品颜色开始变暗后，立即将样品从加热板上取下，黑色的物质可能是碳化的有机物，需要用硝酸进一步氧化。

#### 8.4.2 上机测定

将处理后的样品于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，待仪器运行稳定后，在选定的仪器工作条件下，用配制好的系列标准溶液进行标准化或校准标准工作曲线，各元素工作曲线相关系数应在 0.999 以上，否则需重新进行标准化或重新配制系列标准溶液进行标准化。

测量试液和空白样品的浓度。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

按照表 5 所示分别移取各元素标准贮存溶液（5.7）于一系列 100mL 容量瓶中，分别加入盐酸（5.4）5.00mL，加水定容摇匀，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，按照第 6 章中，ICP 推荐波长处，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。

表 5

元素	Ca	Mg	Fe	Mn	Be	P
	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
空白	0	0	0	0	0	0
STD1	0.5	0.05	2	0.5	0.5	0.5
STD2	1	0.1	5	1	1	1.0
STD3	2	0.5	10	2	2	2
STD4	4	1	20	4	4	4

注：工作曲线可根据样品实际浓度进行调整。

### 9 试验数据处理

元素含量以各元素的质量分数计  $\omega_x$  计，按公式（1）计算：

$$\omega_x = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times v_1 \times v}{m \times v_0 \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $\rho_1$ ——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（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- $\rho_0$ ——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）；
- $v_0$ ——移取试液的体积，单位为毫升（mL）；
- $v$ ——试液定容的体积，单位为毫升（mL）；
- $m$ ——试料量，单位为克（g）。

所得结果应表示至小数点后 4 位。

## 10 精密度

### 10.1 重复性

### 10.2 再现性

## 11 试验报告

试验报告应包含以下内容：

- 试验对象；
  - 本附录编号；
  - 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。
-