

ICS 77.120.99
H 64

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 509.1—2008
代替 YS/T 509.1—2006

锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 氧化锂、氧化钠、氧化钾量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of spodumene and lepidolite concentrates
—Determination of lithium oxide, sodium oxide, and potassium oxide
contents—Flame atomic absorption spectrometric method

2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 509《锂辉石、锂云母精矿化学分析方法》共有 11 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 邻二氮杂菲分光光度法、EDTA 络合滴定法；
- 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：氧化钙、氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 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 1 部分。

本部分代替 YS/T 509.1—2006《锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定氧化锂、氧化钠和氧化钾量》(原 GB/T 3885.1—1983)。

本部分与 YS/T 509.1—2006 相比主要有如下变动：

- 对文本格式进行了重新编辑；
- 补充了质量保证和控制条款，增加了重复性条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由新疆锂盐厂负责起草。

本部分由宜春钽铌矿、新疆有色金属研究所参加起草。

本部分主要起草人：夏淑芬、季娟娟、钱炜、张兴德。

本部分主要验证人：江小鹏、关玉珍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3885.1—1983、YS/T 509.1—2006。

锂辉石、锂云母精矿化学分析方法

氧化锂、氧化钠、氧化钾量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了锂辉石、锂云母精矿中氧化锂、氧化钠和氧化钾含量的测定方法。

本部分适用于锂辉石、锂云母精矿中氧化锂、氧化钠和氧化钾含量的测定。测定范围：氧化锂 3.00%~8.00%；氧化钠、氧化钾 0.10%~10.00%。

2 方法提要

试料用氢氟酸-硫酸分解，在硫酸介质中，于原子吸收光谱仪波长 670.8 nm、589.0 nm 和 766.5 nm 处，以空气-乙炔气贫燃火焰分别进行氧化锂、氧化钠和氧化钾的测定。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

3.1 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

3.2 硫酸(1+1)。

3.3 氧化锂标准贮存溶液：称取 2.472 9 g 预先在 105℃~110℃烘 2 h 并置于干燥器中冷至室温的碳酸锂(99.9%以上)，置于 250 mL 烧杯中，加 80 mL 水，盖上表皿，从杯嘴慢慢滴加 10 mL 硫酸(3.2)，加热至碳酸锂全部溶解，煮沸驱除二氧化碳，冷至室温，用水吹洗表皿，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移入干塑料瓶中保存。此溶液为 1 mL 含 1.0 mg 氧化锂。

3.4 氧化钠标准贮存溶液：称取 1.885 9 g 预先在 400℃~450℃灼烧 1.5 h 并置于干燥器中冷至室温的氯化钠(99.9%以上)，置于 250 mL 烧杯中，加水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移入干塑料瓶中保存。此溶液为 1 mL 含 1.0 mg 氧化钠。

3.5 氧化钾标准贮存溶液：称取 1.582 9 g 预先在 400℃~450℃灼烧 1.5 h 并置于干燥器中冷至室温的氯化钾(99.9%以上)，置于 250 mL 烧杯中，加水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移入干塑料瓶中保存。此溶液为 1 mL 含 1.0 mg 氧化钾。

3.6 氧化锂、氧化钠和氧化钾混合标准溶液：移取氧化锂标准贮存溶液(3.3)、氧化钠标准贮存溶液(3.4)、氧化钾标准贮存溶液(3.5)各 100.00 mL，置于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移入干塑料瓶中保存。此溶液 1 mL 分别含 100 μ g 氧化锂、氧化钠和氧化钾。

3.7 氧化锂、氧化钠和氧化钾混合标准溶液：移取氧化锂标准贮存溶液(3.3)、氧化钠标准贮存溶液(3.4)、氧化钾标准贮存溶液(3.5)各 50.00 mL，置于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移入干塑料瓶中保存。此溶液 1 mL 分别含 50 μ g 氧化锂、氧化钠和氧化钾。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附有空气-乙炔燃烧器及锂、钠、钾空心阴极灯。

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：在与测量溶液基体相一致的溶液中，锂、钠、钾的特征浓度值应分别不大于 0.030 μ g/mL、0.029 μ g/mL、0.076 μ g/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 1.5%;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平均吸光度的 0.5%。
- 工作曲线的线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比不大于 0.7。

5 试样

- 5.1 锂辉石精矿应通过筛孔为 0.074 mm 的筛网,锂云母精矿应通过筛孔为 0.105 mm 的筛网。
- 5.2 试样预先在 105℃~110℃ 烘 2 h,置于干燥器中冷至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.10 g 试样,精确到 0.0001 g。

6.2 测定数量

做两份试料的平行测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 50 mL 铂皿中,用水润湿,加入 3 mL 硫酸(3.2),15 mL 氢氟酸(3.1)。置于砂浴上加热分解,蒸至冒浓的三氧化硫白烟,取下,冷却。

6.4.2 加入 25 mL 水,置于砂浴上加热使盐类完全溶解。取下,冷至室温。

6.4.3 将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.4 按表 1 移取溶液(6.4.3),加入硫酸(3.2),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。随同试料的空白应同样稀释、分取和加入硫酸(3.2)。

表 1

氧化锂、氧化钠、氧化钾的质量分数/%	移取溶液(6.4.3)量/mL	加入硫酸(3.2)量/mL
≤3.50	100.00	—
>3.50~7.00	50.00	1.0
>7.00	20.00	1.5

6.4.5 将溶液(6.4.4)在原子吸收光谱仪上,于波长 670.8 nm、589.0 nm、766.5 nm 处,以空气-乙炔贫燃火焰,用水调零,分别测定氧化锂、氧化钠和氧化钾的吸光度,从工作曲线(6.5.1)上查出相应的氧化锂、氧化钠和氧化钾的浓度。对于氧化钠、氧化钾含量小于 0.5% 的试样,计算分析结果时,从工作曲线上(6.5.2)查出相应的氧化钠和氧化钾的浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL、30.00 mL、35.00 mL 氧化锂、氧化钠和氧化钾混合标准溶液(3.6)分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 2.0 mL 硫酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。在原子吸收光谱仪上于波长 670.8 nm、589.0 nm、766.5 nm 处,以空气-乙炔贫燃火焰,用水调零,分别测定氧化锂、氧化钠和氧化钾的吸光度。以氧化锂、氧化钠和氧化钾浓度为横坐标,吸光度(减去零浓度的吸光度)为纵坐标,绘制工作曲线。

6.5.2 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 混合标准溶液(3.7),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 2.0 mL 硫酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。在原子吸收光谱仪上于波长 670.8 nm、589.0 nm、766.5 nm 处,以空气-乙炔贫燃火焰,用水调零,分别测定氧化锂、氧化钠和氧化钾的吸光度。以氧化锂、氧化钠和氧化钾浓度为横坐标,吸光度(减去零浓度的吸光度)为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

氧化锂、氧化钠和氧化钾的质量分数 w , 数值以%表示, 按下式计算:

$$w = \frac{(c_1 - c_0) \times 10^{-6}}{m \times V} \times 100$$

式中:

c_1 ——自工作曲线上查得的氧化锂(氧化钠或氧化钾)浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_0 ——自工作曲线上查得随同试料空白溶液的氧化锂(氧化钠或氧化钾)浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

m ——试料的质量, 单位为克(g);

V ——移取试液的体积, 单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后二位。

8 精密度

8.1 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, 这两次结果的绝对差值不超过重复性限(r), 超过重复性限(r)情况不超过5%。重复性限(r)按表2数据采用线性内插法求得。

表 2

氧化锂的质量分数/%	3.83	4.69	6.05
重复性限(r)/%	0.13	0.18	0.23
氧化钠的质量分数/%	0.41	5.13	8.64
重复性限(r)/%	0.076	0.14	0.22
氧化钾的质量分数/%	0.33	5.47	9.34
重复性限(r)/%	0.071	0.12	0.48

8.2 允许差

实验室之间分析结果差值应不大于表3、表4所列允许差。

表 3

氧化锂的质量分数/%	允许差/%
3.00~5.00	0.15
>5.00~6.00	0.20
>6.00~8.00	0.25

表 4

氧化钠、氧化钾的质量分数/%	允许差/%
≤ 1.00	0.05
>1.00~3.00	0.10
>3.00~5.00	0.15
>5.00~10.00	0.25

9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当两者没有时, 也可用控制样代替), 每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时, 应找出原因, 纠正错误后, 重新进行校核。