



中华人民共和国国家标准

GB/T 17413.1—2010
代替 GB/T 17413.1—1998

锂矿石、铷矿石、铯矿石化学分析方法 第 1 部分：锂量测定

Methods for chemical analysis of lithium, rubidium and cesium ores—
Part 1: Determination of lithium content

2010-11-10 发布

2011-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 17413《锂矿石、铷矿石、铯矿石化学分析方法》分为3个部分：

——第1部分：锂量测定；

——第2部分：铷量测定；

——第3部分：铯量测定。

本部分为GB/T 17413的第1部分。

本部分代替GB/T 17413.1—1998《锂矿石、铷矿石、铯矿石化学分析方法 火焰原子吸收/发射分光光度法测定锂量》。

本部分与GB/T 17413.1—1998相比，主要变化如下：

——修改了标准中文名称；

——修改了标准英文名称；

——增加了警示、警告的内容；

——增加了对所用试剂纯度及实验用水的要求；

——增加了对试样粒径及其干燥的要求；

——增加了验证试验内容。

本部分的附录A是资料性附录。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分起草单位：湖北省地质实验研究所。

本部分主要起草人：向兆、方金东、唐兴敏。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 17413.1—1998。

锂矿石、铷矿石、铯矿石化学分析方法

第1部分：锂量测定

警示：使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 17413的本部分规定了锂矿石、铷矿石、铯矿石中氧化锂量的测定方法。

本部分适用于锂矿石、铷矿石、铯矿石矿石，也适用于钽、铌矿石和稀土矿石中氧化锂量的测定。测定范围： $10 \mu\text{g/g} \sim 4 \times 10^4 \mu\text{g/g}$ 的氧化锂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过GB/T 17413本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试料经氢氟酸、硫酸分解，在1%硫酸介质中，于原子吸收分光光度计上，波长670.8 nm处，使用空气-乙炔火焰，测定氧化锂的吸光度或发射强度，计算氧化锂量。

4 试剂

除非另有说明，在分析中均使用分析纯试剂和符合GB/T 6682的分析实验室用水。

4.1 氢氟酸($\rho 1.13 \text{g/mL}$)。 **警告：氢氟酸有毒，有腐蚀性，操作时应戴手套，防止与皮肤接触！**

4.2 盐酸($\rho 1.19 \text{g/mL}$)。

4.3 硫酸(1+1)。 **警告：稀释时操作不当易引起烧伤！**

4.4 氧化锂标准溶液：

a) 氧化锂标准储备溶液：称取1.2364g光谱纯碳酸锂($105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 烘2 h并置于干燥器中冷却至室温)，置于400 mL烧杯中，加200mL水，盖上表面皿，慢慢加入少量盐酸(4.2)，使其完全溶解，将溶液加热煮沸赶走二氧化碳，取下，冷却，用水洗去表面皿，移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液氧化锂的质量浓度为1.0 mg/mL；

b) 氧化锂标准溶液：移取25.00mL氧化锂标准储备溶液[4.4a)]，置于500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液氧化锂的质量浓度为50.00 $\mu\text{g/mL}$ 。

5 仪器

5.1 原子吸收分光光度计(有发射功能)。附锂元素空心阴极灯。

5.2 分析天平：三级，感量0.1 mg。

6 试样

6.1 试样粒径应小于74 μm ；

6.2 试样在 105 °C 烘箱中烘 2 h~4 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

7 分析步骤

7.1 试料

根据试样中氧化锂的含量,按表 1 称取试料量,精确至 0.1 mg。

表 1 称取试料量

氧化锂含量/%	试料量/g	试液总体积/mL	分取试液体积/mL	加入硫酸(4.2)/mL
0.001~0.08	0.5	—	—	—
>0.08~0.2	0.2	—	—	—
>0.2~0.4	0.1	—	—	—
>0.4~0.8	0.1	50	20.0	0.5
>0.8~2.0	0.1	50	10.0	1.0
>2.0~4.0	0.1	50	5.00	1.0

7.2 空白试验

随同试料进行双份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

7.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量相近的标准物质。

7.4 试料分解

7.4.1 将试料(7.1)置于铂坩埚(或 30 mL 聚四氟乙烯坩埚)中,用适量水润湿,加入 15 mL 氢氟酸(4.1),2 mL 硫酸(4.3),置于中温电热板上加热分解(铂坩埚应放在干净的耐火盘上),蒸发至小体积(视试料分解情况,必要时再加入氢氟酸处理一次),待试料完全分解后,加热蒸发至三氧化硫白烟冒尽,取下,冷却。加入 1 mL 硫酸(4.3)、20 mL 水,置于电热板上加热使盐类完全溶解,取下,冷却至室温,将溶液移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,放置澄清(A 液)。

7.4.2 根据试料中含氧化锂量,按表 1 分取试液(A 液)(7.4.1),置于 50 mL 容量瓶中,补加硫酸(4.3),用水稀释至刻度,摇匀(B 液)。

7.5 校准溶液系列配制

在一系列 50 mL 的容量瓶中,分取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 氧化锂标准溶液[4.4b)],加入 1 mL 硫酸(4.3),用水稀释至刻度,摇匀。该系列溶液氧化锂的质量浓度分别为:0.00 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.00 $\mu\text{g/mL}$ 、4.00 $\mu\text{g/mL}$ 、6.00 $\mu\text{g/mL}$ 、8.00 $\mu\text{g/mL}$ 、10.00 $\mu\text{g/mL}$ 。

7.6 测定

警告:应按照原子吸收分光光度仪的使用规定点燃或熄灭空气-乙炔火焰,以避免可能引起的爆炸危险!

使用火焰原子吸收分光光度计,在波长 670.8 nm 处按仪器工作条件(参见附录 A),分别测量校准溶液系列、空白溶液和试料溶液(7.4.1 和 7.4.2)中氧化锂的吸光度或发射强度。

7.7 校准曲线绘制

以氧化锂量为横坐标,吸光度或发射强度为纵坐标,绘制校准曲线,从校准曲线上查得相应的氧化锂量。

8 结果计算

氧化锂量以质量分数 $w(\text{Li}_2\text{O})$ 计,数值以 $\mu\text{g/g}$ (微克每克)表示,按式(1)计算:

$$w(\text{Li}_2\text{O}) = \frac{(m_1 - m_0)V}{mV_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

m_1 ——从校准曲线上查得试料溶液中的氧化锂量，单位为微克(μg)；

m_0 ——从校准曲线上查得空白试验(6.2)的氧化锂量，单位为微克(μg)；

V ——试料溶液总体积，单位为毫升(mL)；

m ——称取试料质量，单位为克(g)；

V_1 ——分取试料溶液体积，单位为毫升(mL)。

计算结果保留到小数点后两位。

9 精密度

吸收法测定氧化锂结果精密度见表2，发射法测定氧化锂精密度见表3。

表2 吸收法测定的精密度

水平范围 $m/(\mu\text{g/g})$	重复性限 $r/(\mu\text{g/g})$	再现性限 $R/(\mu\text{g/g})$
29.9~37 700	$r = -0.065 5 + 0.066m$	$R = -1.417 + 0.099m$
注：本精密度数据由五个实验室对六个水平的试料所做的试验中确定的。		

表3 发射法测定的精密度

水平范围 $m/(\mu\text{g/g})$	重复性限 $r/(\mu\text{g/g})$	再现性限 $R/(\mu\text{g/g})$
28.0~37 900	$r = 0.121 8m^{0.91}$	$R = -0.041 5 + 0.181m$
注：本精密度数据由六个实验室对六个水平的试料所做的试验中确定的。		

附录 A

(资料性附录)

原子吸收分光光度计参考工作条件

使用原子吸收分光光度计的参考工作条件如表 A.1、表 A.2。

表 A.1 火焰原子吸收法参考工作条件

波长/nm	灯电流/mA	单色器通带/nm	燃烧器高度/mm	空气压力/MPa	乙炔压力/MPa	积分时间/s
670.8	7.5	0.4	7.5	0.16	0.025	5

表 A.2 火焰原子发射法参考工作条件

波长/nm	单色器通带/nm	燃烧器高度/mm	空气压力/MPa	乙炔压力/MPa	积分时间/s
670.8	0.4	7.5	0.16	0.025	5