

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

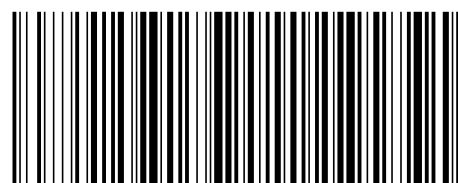


中华人民共和国国家标准

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



GB/T 17413.1—2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-41058

定价: 14.00 元

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
中国国家标准化管理委员会 发布

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

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。		

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
锂矿石、铷矿石、铯矿石化学分析方法
第 1 部分：锂量测定
GB/T 17413.1—2010

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045
网址 www.spc.net.cn
电话：68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷
*
书号：155066·1-41058 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533

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:

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。