

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 254.4—2011
代替 YS/T 254.4—1994

铍精矿、绿柱石化学分析方法 第 4 部分：氧化锂量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of beryllium concentrate and beryl—
Part 4: Determination of lithium oxide contents—
Flame atomic absorption spectrometry

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

前 言

YS/T 254《铍精矿、绿柱石化学分析方法》分为七个部分：

- 第 1 部分：氧化铍量的测定 磷酸盐重量法；
- 第 2 部分：三氧化二铁量的测定 EDTA 滴定法、磺基水杨酸分光光度法；
- 第 3 部分：磷量的测定 磷钼钒酸分光光度法；
- 第 4 部分：氧化锂量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 6 部分：氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：水分量的测定 重量法。

本部分为 YS/T 254 的第 4 部分。

本部分代替 YS/T 254.4—1994《铍精矿-绿柱石化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定氧化锂量》(原 GB/T 5870.4—1986)。

本部分与 YS/T 254.4—1994 相比主要有如下变动：

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

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：新疆有色金属研究所、新疆阿拉山口出入境检验检疫局、湖南水口山有色金属集团有限公司。

本部分主要起草人：关玉珍、吕晓华、张兴德、徐军、谢奕斌、李青春、黄海波。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 5870.4—1986、YS/T 254.4—1994。

铍精矿、绿柱石化学分析方法

第4部分：氧化锂量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

YS/T 254 的本部分规定了铍精矿、绿柱石中氧化锂含量的测定方法。

本部分适用于铍精矿、绿柱石中氧化锂的测定。测定范围为 0.050%~2.00%。

2 方法提要

试料用氟化氢铵、氢氟酸分解，硫酸冒烟除氟，水浸取后，在硫酸介质中，于原子吸收光谱仪波长 670.8 nm 处，用空气-乙炔火焰进行氧化锂的测定。

3 试剂

3.1 氟化氢铵。

3.2 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)。

3.3 硫酸溶液(1+1)。

3.4 氧化锂标准贮存溶液：称取 2.472 9 g 预先在 105 °C~110 °C 烘干 2 h 并置于干燥器中冷却至室温的碳酸锂 [$w(\text{Li}_2\text{CO}_3) \geq 99.9\%$]，置于 250 mL 烧杯中，加入 25 mL 水，盖上表面皿，从杯口慢慢滴加 10 mL 硫酸溶液(3.3)，加热至碳酸锂完全溶解，煮沸，冷至室温，用水吹洗表面皿，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释刻度，摇匀。此溶液 1 mL 相当于 1 000 μg 氧化锂。

3.5 氧化锂标准溶液：移取 100.00 mL 氧化锂标准贮存溶液(3.4)，置于 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释刻度，摇匀。此溶液 1 mL 相当于 100 μg 氧化锂。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附锂空心阴极灯。

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，锂的特征浓度值应不大于 0.030 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——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 铍精矿、绿柱石应通过筛孔为 0.074 mm 的筛网。