

ICS 77.120.99

CCS H 14

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.1—202X

锂硼合金化学分析方法

第1部分：锂含量的测定 硫酸锂称量法

Methods for chemical analysis of lithium-boron alloys—

Part 1: Determination of lithium content—

Lithium sulfate gravimetry

(报批稿)

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

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

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。

本文件是YS/T XXXX《锂硼合金化学分析方法》的第1部分。YS/T XXXX已经发布了以下部分：

——第1部分：锂含量的测定 硫酸锂称量法。

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/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：国标（北京）检验认证有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、天齐锂业股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、国合通用（青岛）测试评价有限公司、中铝材料应用研究院有限公司、宜春赣锋锂业有限公司。

本文件主要起草人：李甜、孙海峰、张力久、陈雄飞、何剑文、谭秀丽、邓红云、张永进、杨雪茹、张金娥、彭良平、卓军。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

引 言

锂硼合金用作热电池负极材料，具有高比能量、高比功率、低极化、电化学电位与纯锂相近、600℃以上仍能保持稳定结构等突出优点，有效地提高了热电池的性能，具有巨大的发展潜力和广阔的应用前景。研究表明，锂硼合金的电化学性能与其化学成分之间有着密切关系，锂元素是锂硼合金的主要元素，直接影响了电池的放电电压和综合性能。然而国内关于锂硼合金只有相应的产品标准 YS/T 905-2013《锂硼合金》，缺乏与之相配套的化学分析方法标准；且自该产品标准发布、实施以来，行业内对锂硼合金化学分析方法的研究日趋完善，经验逐渐积累。旨在通过实验研究建立一套完整且切实可行的锂硼合金化学分析方法标准，拟由两部分组成。

——第1部分：锂含量的测定 硫酸锂称量法；

——第2部分：杂质含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件填补了国内外在锂硼合金化学成分检测领域的空白，对于把控锂硼合金的产品质量、完善其研发和生产工艺，提高电池的性能和使用寿命具有积极的指导意义。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

锂硼合金化学分析方法

第1部分：锂含量的测定 硫酸锂称量法

1 范围

本文件规定了锂硼合金中锂含量的测定方法。
本文件适用于锂硼合金中锂含量的测定。测定范围：50.00%~80.00%。

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料以水和硝酸溶解，硫酸冒烟后加入甲醇使硼形成硼酸三甲酯挥发除去。硫酸烟冒尽后于800℃灼烧至恒量。用盐酸溶解沉淀，电感耦合等离子体原子发射光谱法测定溶液中硼和镁元素的含量，从沉淀质量中减去硫酸镁和氧化硼的质量，计算锂的质量分数。

5 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符合GB/T 6682要求的实验室三级水及以上纯度的水。

- 5.1 无水甲醇。
- 5.2 硫酸（ $\rho=1.84\text{ g/mL}$ ）。
- 5.3 氢氟酸（ $\rho=1.14\text{ g/mL}$ ）。
- 5.4 硝酸（1+1）。
- 5.5 盐酸（1+1）。
- 5.6 镁标准溶液：称取0.1000 g 镁（ $w_{\text{Mg}}\geq 99.99\%$ ），置于200 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（1+1），加热溶解，冷却。将溶液移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1000 μg 镁。
- 5.7 硼标准溶液：称取0.5720 g 已于真空干燥器中干燥过的硼酸（质量分数不小于99.95%），置于400 mL烧杯中，加入200 mL水，微热至完全溶解，冷却。将溶液移入1 L容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 μg 硼。

6 仪器设备

YS/T XXXX.1—XXXX

- 6.1 铂坩埚, 30 mL。
- 6.2 高温炉, 工作温度不小于 800 °C。
- 6.3 电感耦合等离子体发射光谱仪。需满足 200 nm 时光学分辨率不大于 0.010 nm; 在仪器的最佳工作条件下, 用 1 mg/mL 的铜标准溶液测量 11 次, 其光强度的相对标准偏差不超过 1.5%。

7 样品

试样为带材或屑状, 在真空或惰性气体氛围下保存。

8 试验步骤

8.1 试料

于干燥环境下快速称取 0.1 g 样品 (7), 精确至 0.0001 g。

8.2 平行试验

平行做两份试验, 取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将试料 (8.1) 置于干燥的 300 mL 烧杯中, 于通风橱中放置 15 min 以上。加入约 30 mL 水, 盖上表面皿。待剧烈反应停止后, 加入 10 mL 硝酸 (5.4), 加热至试料溶解完全, 取下冷却至室温。

8.4.2 沿杯壁加入 3 mL 硫酸 (5.2), 不盖表面皿, 于 250°C 左右电热板上加热至冒硫酸烟, 取下稍冷。

8.4.3 不盖表面皿, 向烧杯中加入 4 mL 无水甲醇 (5.1), 于 250°C 左右电热板上加热至冒硫酸烟约 1 min 后取下稍冷, 重复此操作步骤 4 次。

8.4.4 向烧杯吹入少量水, 稍加热后将溶液移入已恒重的 30 mL 铂坩埚中, 滴加 5 滴氢氟酸 (5.3), 于 200°C 加热蒸发至小体积后升温至 350°C 冒烟, 直至浓烟冒尽。将坩埚移入高温炉中从室温升至 800°C 并保温 1 h, 取出置于干燥器内冷却至室温, 称量。反复灼烧并称量至恒重。

8.4.5 向坩埚中加入 10 mL 盐酸 (5.5), 加热溶解, 将溶液移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。按 8.5.2 的方法测定溶液中镁和硼的含量。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 分别移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 镁标准溶液 (5.6) 和 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 硼标准溶液 (5.7), 置于一组 100 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 盐酸 (5.5)。用水稀释至刻度, 混匀。

8.5.2 将系列标准溶液 (8.5.1) 引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪中, 选择仪器合适的分析条件, 在推荐的镁 279.5 nm 和硼 249.6 nm 测定波长下, 测量系列标准溶液中镁和硼元素的强度。当工作曲线的线性相关系数不小于 0.9995 时, 即可进行溶液 (8.4.5) 的测定。

9 试验数据处理

锂的含量以锂的质量分数 w_{Li} 计, 按公式 (1) 计算:

$$w_{Li} = \frac{(m_1 - m_2 - \rho_{Mg} \cdot V \cdot k_1 \times 10^{-6} - \rho_B \cdot V \cdot k_2 \times 10^{-6}) \cdot k_3}{m} \times 100\% \quad \dots (1)$$

式中：

m_1 ——恒重后坩埚和沉淀的质量，单位为克（g）；

m_2 ——恒重后坩埚的质量，单位为克（g）；

ρ_{Mg} ——溶液中镁的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——被测溶液的体积，单位为毫升（mL）；

k_1 ——4.953，镁换算为硫酸镁的换算因数；

ρ_B ——溶液中硼的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

k_2 ——3.220，硼换算为氧化硼的换算因数；

k_3 ——0.1263，硫酸锂换算为锂的换算因数；

m ——试料质量，单位为克（g）。

计算结果表示至小数点后两位。数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

10 精密度

10.1 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，在表1给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（ r ），超过重复性限（ r ）的情况不超过5%，重复性限（ r ）按表1数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据参见附录A。

表1 重复性限

$w_i/\%$	50.01	60.90	66.84	74.81
$r/\%$	0.37	0.48	0.48	0.39

10.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表2给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（ R ），超过再现性限（ R ）的情况不超过5%，再现性限（ R ）按表2数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据参见附录A。

表2 再现性限

$w_i/\%$	50.01	60.90	66.84	74.81
$R/\%$	0.38	0.48	0.50	0.55

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 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。

附录 A

(资料性)

精密度试验原始数据

精密度数据是在 2020 年由 7 家实验室对锂含量的 4 个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的锂含量在重复性条件下独立测定 7 次。测定的原始数据见表 A.1。

表 A.1 精密度试验原始数据

实验室	样品水平	测定次数						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1#	50.12	50.09	49.95	50.28	49.89	49.92	50.11
	2#	60.99	60.75	60.88	60.69	61.01	61.18	60.82
	3#	66.82	67.09	66.79	66.92	66.89	67.02	67.11
	4#	74.89	74.55	74.61	74.78	74.47	74.65	74.58
2	1#	49.76	49.83	50.15	49.80	49.77	50.08	50.14
	2#	60.82	60.65	60.61	60.70	61.27	61.11	60.87
	3#	67.21	66.82	67.15	67.02	66.62	66.49	66.72
	4#	74.82	74.61	75.03	75.13	74.81	74.96	74.92
3	1#	49.78	50.02	49.93	49.88	50.11	49.96	50.07
	2#	60.62	60.77	60.58	60.64	60.66	60.78	60.81
	3#	66.59	66.69	66.72	66.58	66.77	66.92	66.71
	4#	74.81	74.72	74.71	74.89	74.78	74.82	74.88
4	1#	50.07	50.09	50.11	49.93	49.94	50.07	49.93
	2#	60.90	60.95	60.83	60.97	60.73	60.87	60.77
	3#	66.96	66.84	66.87	66.53	66.92	66.62	66.88
	4#	74.91	74.75	74.39	74.66	74.72	74.79	74.75
5	1#	50.23	50.13	50.09	49.99	49.81	49.88	49.93
	2#	60.95	60.77	61.14	60.80	61.2	60.75	60.80
	3#	67.02	66.68	66.75	66.57	66.89	66.91	66.97
	4#	74.42	74.31	74.39	74.18	74.07	74.09	73.94
6	1#	50.13	50.06	49.95	49.89	50.02	49.97	50.07
	2#	61.03	61.12	60.92	60.92	60.93	60.87	60.96
	3#	66.77	66.73	66.93	66.99	67.02	66.97	66.82
	4#	74.71	74.79	74.89	74.96	74.81	74.97	74.85
7	1#	50.19	50.04	50.08	50.11	49.9	50.18	50.25
	2#	59.76	59.86	59.73	59.67	59.97	59.90	59.76
	3#	64.23	64.20	65.12	64.31	64.25	64.32	64.27
	4#	74.85	74.97	75.15	74.91	75.05	74.82	74.77