

解决方案 | 原子吸收光谱法测定锂云母矿石粉末中锂、钠、钾、铷和铯元素含量

随着新能源产业锂电池技术的发展，锂的需求量日益增大，作为生产锂元素的主要原料锂云母，是富含锂、钠、钾的重要矿产资源，同时含有少量的铷、铯等稀有元素，如何开发建立出一种准确、快速测定锂矿石中锂（Li）、钠（Na）、钾（K）、铷（Rb）、铯（Cs）的方法对锂矿石的综合开发利用具有重要的实际意义，因此，受到人们越来越多的关注。

目前对于矿石前处理后试样溶液的测定方法主要有原子吸收光度法(AAS)、电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)、电感耦合等离子质谱法(ICP-MS)等。我国有色金属行业关于锂矿石中锂、钠、钾、铷、铯的测定采用此法(YS/T 509.1-2008《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》和 YS/T 509.2-2008《锂辉石、锂云母精矿化学分析方法氧化铷、氧化铯量的测定火焰原子吸收光谱法》)。本文利用东西分析 AA-7050 原子吸收分光光度计建立火焰法测定锂云母粉末中锂、钠、钾、铷、铯的方法，该方法具有应用范围广、操作方便等优点，可供相关人员参考。

实验部分

仪器与试剂

AA-7050 原子吸收分光光度计；

天平；

电热板装置；

氢氟酸；

硫酸；

氯化钾；

Li、Na、K、Rb、Cs 元素标准物质。

实验条件

表 1 仪器分析条件

元素	分析谱线 λ (nm)	狭缝宽度 (nm)	灯电流 (mA)	火焰类型	乙炔流量 (L/min)
Li	670.80	0.4	3.00	空气-乙炔	1.30
Na	589.00	0.2	3.00	空气-乙炔	1.30
K	166.50	0.4	3.00	空气-乙炔	1.30
Rb	780.00	0.4	3.00	空气-乙炔	1.30
Cs	852.10	0.2	10.00	空气-乙炔	1.30

样品前处理

测试锂 钠 钾元素

取 0.25g（精确到万分之一）于四氟乙烯罐中，加入少量水润湿,3mL 硫酸 (1+1), 15mL 氢氟酸, 盖上盖子, 电热板上缓慢加热到 170 °C, 保温反应 3~4 小时, 试样溶解完毕, 温度升高至 220°C 赶酸(冒浓的三氧化硫烟), 赶酸完毕, 冷却至室温, 加入 25mL 水加热溶解, 转移至 50mL 容量瓶中, 用去离子水冲洗 3 次, 定容至刻度, 摇匀, 过滤, 备用。

测试铯元素

取 0.25g（精确到万分之一）于四氟乙烯罐中，加入少量水润湿,3mL 硫酸 (1+1), 15mL 氢氟酸, 盖上盖子, 电热板上缓慢加热到 170°C, 保温反应 3~4 小时, 试样溶解完毕, 温度升高至 220 °C 赶酸(冒浓的三氧化硫烟), 赶酸完毕,

冷却至室温,加入 25mL 水加热溶解,转移至 50mL 容量瓶中,用去离子水冲洗 3 次,再加入 8ml K⁺水溶液 (优级纯 KCl,K⁺离子含量 1.0%),定容至刻度,摇匀,过滤,备用。

测试铷元素

取 0.25g (精确到万分之一)于四氟乙烯罐中,加入少量水润湿,3mL 硫酸 (1+1),15mL 氢氟酸,盖上盖子,电热板上缓慢加热到 170 °C,保温反应 3~4 小时,试样溶解完毕,温度升高至 220°C 赶酸(冒浓的三氧化硫烟),赶酸完毕,冷却至室温,加入 25mL 水加热溶解,转移至 50mL 容量瓶中,用去离子水冲洗 3 次,再加入 8ml K⁺水溶液(优级纯 KCl,K⁺离子含量 1.0%),0.6 ml 硫酸 (1+1),定容至刻度,摇匀,过滤,备用。

实验结果

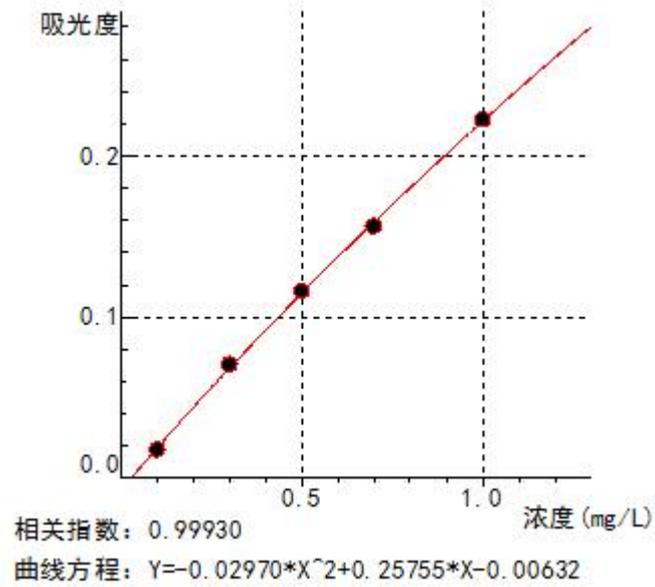
标准曲线

按照仪器工作条件设置仪器,待仪器稳定后,依次将表 2 中的各元素标准溶液进行测试,以浓度为横坐标、吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

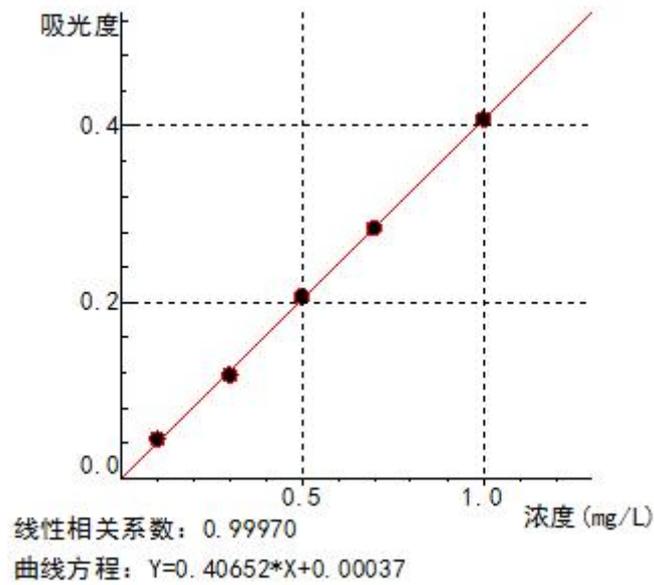
表 2.标准溶液浓度表

元素	浓度 (mg/L)						
Li	0.00	0.10	0.30	0.50	0.70	1.00	
Na	0.00	0.10	0.30	0.50	0.70	1.00	
K	0.00	0.10	0.30	0.50	0.70	1.00	
Rb	0.00	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	
Cs	0.00	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00

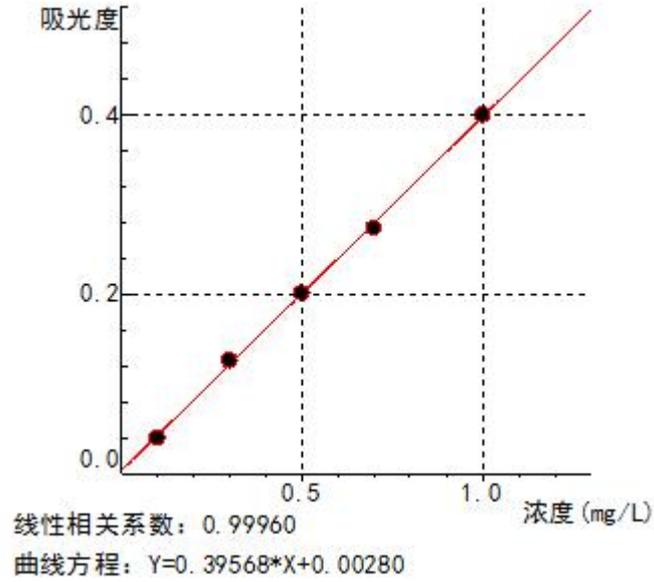
Li 标准曲线



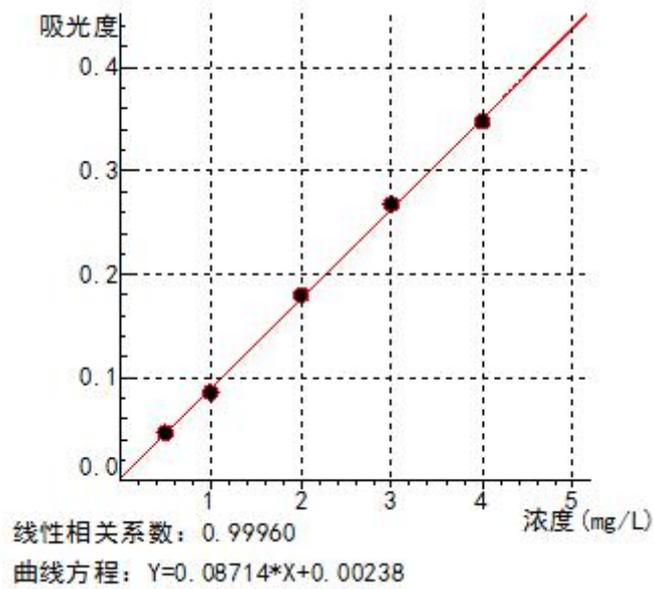
Na 标准曲线



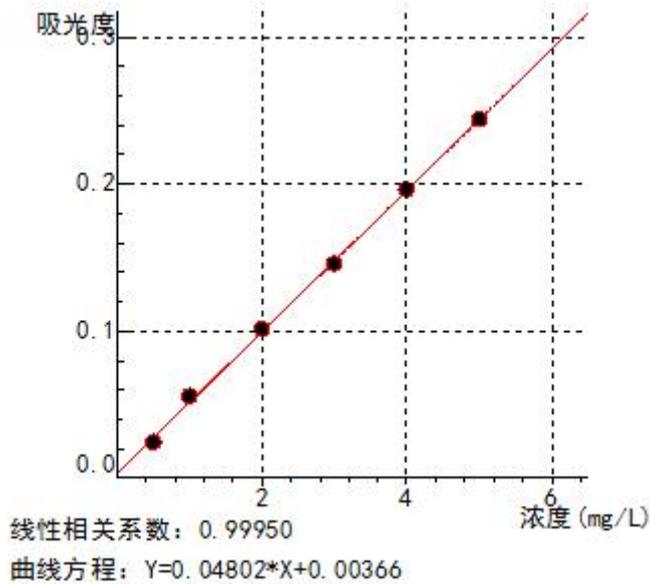
K 标准曲线



Rb 标准曲线



Cs 标准曲线



样品分析

将处理过的样品，上机测试，同时做平行性实验，最后结果如下：

表 3 样品测试结果

单位: mg/Kg

样品元素		Li	Na	K	Rb	Cs
含量	1-1	19271.0605	1517.1383	61272.3711	22169.8711	3226.1013
	1-2	19152.6621	1505.5914	61127.6406	22044.2363	3249.4084
RSD (%)	1-1	0.6415	0.4197	1.4677	0.7580	1.3294
	1-2	0.7899	0.1430	1.9444	0.1308	1.0375

换算成氧化物含量如下表所示：

样品元素		Li ₂ O	Na ₂ O	K ₂ O	Rb ₂ O	Cs ₂ O
含量	1-1	95732.8472	4090.0531	147617.3965	48485.5081	6840.6252
	1-2	95144.6795	4058.9239	147268.7117	48210.7447	6890.0456

实验总结

锂云母矿石作为锂盐的主要来源原料备受人们的关注。锂云母矿石中一般含有锂、钠、钾、铷、铯五种元素，如何准确测定这五种元素的含量显得尤为重要。本文采用了湿法消解，硫酸浸提样品中目标元素然后火焰原子吸收光谱法对这五种目标元素进行测定，同时考察了试验了准确性和重复性。最终结果表明，该实验方法具有应用范围广、操作方便等优点，可供相关质量控制人员参考。