



中华人民共和国国家标准

GB/T 44331—2024

高纯硼酸锂

High purity lithium borate

2024-08-23 发布

2025-03-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 分类和标记	1
5 技术要求	2
6 试验方法	3
7 检验规则	3
8 标志、包装、运输、贮存及随行文件	4
9 订货单内容	5
附录 A (规范性) 硼酸锂类型	6
附录 B (规范性) 硼酸锂混合熔剂中锂硼含量的测定	8
附录 C (规范性) 高纯硼酸锂中硅含量的测定	11
附录 D (规范性) 高纯硼酸锂中磷含量的测定	13
附录 E (规范性) 高纯硼酸锂中砷含量的测定	15
附录 F (规范性) 高纯硼酸锂中钠、钾含量的测定	16
附录 G (规范性) 高纯硼酸锂中钙、镁、铅、铜、铁、铝含量的测定	17
附录 H (规范性) 高纯硼酸锂中灼烧减量的测定	19

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。

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。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：成都开飞高能化学工业有限公司、江西赣锋锂业集团股份有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、宜春银锂新能源有限责任公司。

本文件主要起草人：蔡荣富、班文俊、吴光华、李亚丽、张强、李强、张江峰、邓红云、孟强、鲁印江。

高纯硼酸锂

1 范围

本文件规定了高纯硼酸锂的分类和标记、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存、随行文件和订货单内容。

本文件适用于X射线荧光光谱分析(XRF)、火焰原子吸收光谱分析(AAS)、电感耦合等离子体发射光谱分析(ICP)等仪器分析中作助熔剂用的高纯硼酸锂。

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 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 1479.1—2011 金属粉末 松装密度的测定 第1部分：漏斗法

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

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

GB/T 11064.4—2013 碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 第4部分：钾量和钠量的测定 火焰原子吸收光谱法

GB/T 11064.8—2013 碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 第8部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法

GB/T 12805 实验室玻璃仪器 滴定管

YS/T 229.2—2013 高纯铅化学分析方法 第2部分：砷量的测定 原子荧光光谱法

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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

硼酸锂混合熔剂 **lithium borate mixedflux**

由同种密度规格的高纯四硼酸锂和高纯偏硼酸锂组成的混合物。

4 分类和标记

4.1 分类

4.1.1 高纯硼酸锂按化学成分分为三种类型：高纯四硼酸锂、高纯偏硼酸锂、硼酸锂混合熔剂。

4.1.2 高纯硼酸锂按松装密度分为两种规格：低密度和高密度。

4.2 标记

4.2.1 高纯四硼酸锂、高纯偏硼酸锂、硼酸锂混合熔剂产品类型代号分别为LT、LM、LB。

4.2.2 低密度、高密度规格代号分别为L、H。

4.2.3 硼酸锂混合熔剂中高纯四硼酸锂和高纯偏硼酸锂的质量比例为XX:YY时，质量比代号为XXYY，常用的产品质量比例有12:22、67:33，其质量比代号分别为1222、6733。

4.2.4 高纯四硼酸锂、高纯偏硼酸锂产品标记为：产品类型代号-规格代号；硼酸锂混合熔剂产品类型标记为：产品类型代号-规格代号-质量比代号。

示例 1:

低密度高纯四硼酸锂标记为LT-L。

示例 2:

高密度高纯偏硼酸锂标记为LM-H。

示例 3:

由低密度高纯四硼酸锂与低密度高纯偏硼酸锂按质量比12:22混合得到的低密度规格硼酸锂混合熔剂，标记为LB-L-1222。

示例 4:

由高密度高纯四硼酸锂与高密度高纯偏硼酸锂按质量比12:22混合得到的高密度规格硼酸锂混合熔剂，标记为LB-H-1222。

5 技术要求

5.1 化学成分

产品的化学成分应符合表1的规定，如有其他特殊要求，由供需双方协商确定并在订货单中注明。

表 1 化学成分

产品类型 ^a		高纯四硼酸锂	高纯偏硼酸锂	硼酸锂混合熔剂	
类型代号		LT	LM	LB	LB
质量比代号		—	—	1222	6733
主含量(质量分数) ^b , 不小于, %		99.99	99.99	—	—
Li : B ^c		—	—	0.49~0.55	0.39~0.45
杂质含量(质量分数), 不大于, %	Si	0.001 0	0.001 0	0.001 0	0.001 0
	P	0.000 5	0.000 5	0.000 5	0.000 5
	As	0.000 2	0.000 2	0.000 2	0.000 2
	Na	0.000 5	0.000 5	0.000 5	0.000 5
	K	0.000 5	0.000 5	0.000 5	0.000 5
	Ca	0.001 0	0.001 0	0.001 0	0.001 0
	Mg	0.000 5	0.000 5	0.000 5	0.000 5
	Pb	0.000 2	0.000 2	0.000 2	0.000 2
	Cu	0.000 5	0.000 5	0.000 5	0.000 5

表 1 化学成分 (续)

产品类型 ^a		高纯四硼酸锂	高纯偏硼酸锂	硼酸锂混合熔剂	
杂质含量 (质量分数) , 不大于, %	Fe	0.000 5	0.000 5	0.000 5	0.000 5
	Al	0.000 5	0.000 5	0.000 5	0.000 5
^a 产品类型鉴别: 四硼酸锂、偏硼酸锂按照附录A通过X射线衍射确定。 ^b 主含量为100%减去表中杂质实测值总和的余量。 ^c 其他质量比的硼酸锂混合熔剂, 锂硼比由供需双方确定。					

5.2 灼烧减量

产品中灼烧减量应不大于0.40%。

5.3 松装密度

产品的松装密度应符合表2的规定, 并报实测值。

表 2 松装密度

单位为克每立方厘米

规格	规格代号	松装密度
低密度	L	0.5~0.7
高密度	H	0.9~1.5

5.4 外观质量

产品为粉末状或晶体颗粒状, 产品呈白色, 无目视可见夹杂物。

6 试验方法

6.1 产品化学成分的测定按附录B~附录G的规定进行, 仲裁分析按供需双方认可的方法进行。

6.2 产品中灼烧减量的测定按附录H的规定进行。

6.3 产品松装密度的测定按GB/T 1479.1—2011的规定进行。

6.4 产品外观质量采用目视检验法。

7 检验规则

7.1 检验和验收

7.1.1 产品由供方或第三方进行检验, 保证产品质量符合本文件及订货单的规定。

7.1.2 需方可对收到的产品按本文件的规定进行检验。如检验结果与本文件及订货单的规定不符时, 应在收到产品之日起30d内以书面的形式向供方提出, 由供需双方协商解决。如需仲裁, 应由供需双方在需方共同取样或协商解决。

7.2 组批

产品应成批提交验收, 每批应由同一生产方法、同一类型、同一规格、同一标记的物料组成, 每批质量不超过500 kg。

7.3 检验项目及取样

高纯硼酸锂检验项目及取样应符合表3的规定。

表3 检验项目及取样

检验项目	取样规定	要求章节编号	试验方法章条编号
化学成分	按7.4	5.1	6.1
灼烧减量		5.2	6.2
松装密度		5.3	6.3
外观质量		5.4	6.4

7.4 取样

7.4.1 取样方法

采用不锈钢取样器，取样器沿瓶中心插至瓶2/3处，每批采样总量不少于400g，所取样品混匀后用四分法缩分至试样所需量。

7.4.2 取样数量

按GB/T 6678—2003中7.6的规定进行。

7.5 检验结果判定

7.5.1 检验结果的数值按GB/T 8170的规定进行修约，并采用修约值进行判定。

7.5.2 产品的化学成分检验结果不合格时，则从同一批产品中加倍取样，对不合格项目进行重复检验，如仍有一项检验结果不合格时，则判该批产品为不合格。

7.5.3 产品的松装密度检验结果不合格时，则从同一批产品中加倍取样，对松装密度进行重复检验，如检验结果仍不合格时，则判该批产品为不合格。

7.5.4 产品的灼烧减量检验结果不合格时，则从同一批产品中加倍取样，对灼烧减量进行重复检验，如检验结果仍不合格时，则判该批产品为不合格。

7.5.5 产品外观质量不合格时，则判该批产品为不合格。

8 标志、包装、运输、贮存及随行文件

8.1 标志

产品包装上应注明：

- a) 供方名称、厂址；
- b) 产品名称；
- c) 商标；
- d) 产品类型和标记；
- e) 净重；
- f) 产品批号；
- g) 本文件编号；
- h) GB/T 191—2008中规定的“怕晒”标志；
- i) GB/T 191—2008中规定的“怕雨”标志。

8.2 包装

高纯硼酸锂用洁净带内盖的聚乙烯瓶盛装，每瓶净重 250 g、500 g、1 000 g、2 000 g。外包装采用纸箱，每箱净重 5 kg、10 kg、20 kg，或根据需方要求协商确定包装净重和包装方式。

8.3 运输

搬运时应小心轻放，运输中车辆保持清洁，注意防潮，防破损。

8.4 贮存

产品应贮存于阴凉、通风、干燥的仓库，防雨淋，防日晒。低密度产品有效期为 1 年，高密度产品有效期为 2 年。

8.5 随行文件

每批产品应附有随行文件，内容包括：

- a) 供方名称；
- b) 产品名称；
- c) 产品批号；
- d) 产品标记；
- e) 净重；
- f) 生产日期、有效日期、报告日期；
- g) 产品检验报告；
- h) 本文件编号；
- i) 其他。

9 订货单内容

本文件所列产品的订货单包括下列内容：

- a) 产品名称；
- b) 产品标记；
- c) 净重和件数（或瓶数）；
- d) 包装要求；
- e) 本文件编号；
- f) 其他。

附录 A
(规范性)
硼酸锂类型

将试样置于玛瑙研钵中研磨后倾入样品槽中制备样品，按照 X 射线衍射仪的操作要求进行测定，调节衍射仪增益使被测晶面衍射峰高度在记录范围内达到最大值，测定晶面特征衍射的面间距和吸收峰强度应与谱图库中四硼酸锂或偏硼酸锂相符，四硼酸锂和偏硼酸锂典型图谱见图 A.1、图 A.2。

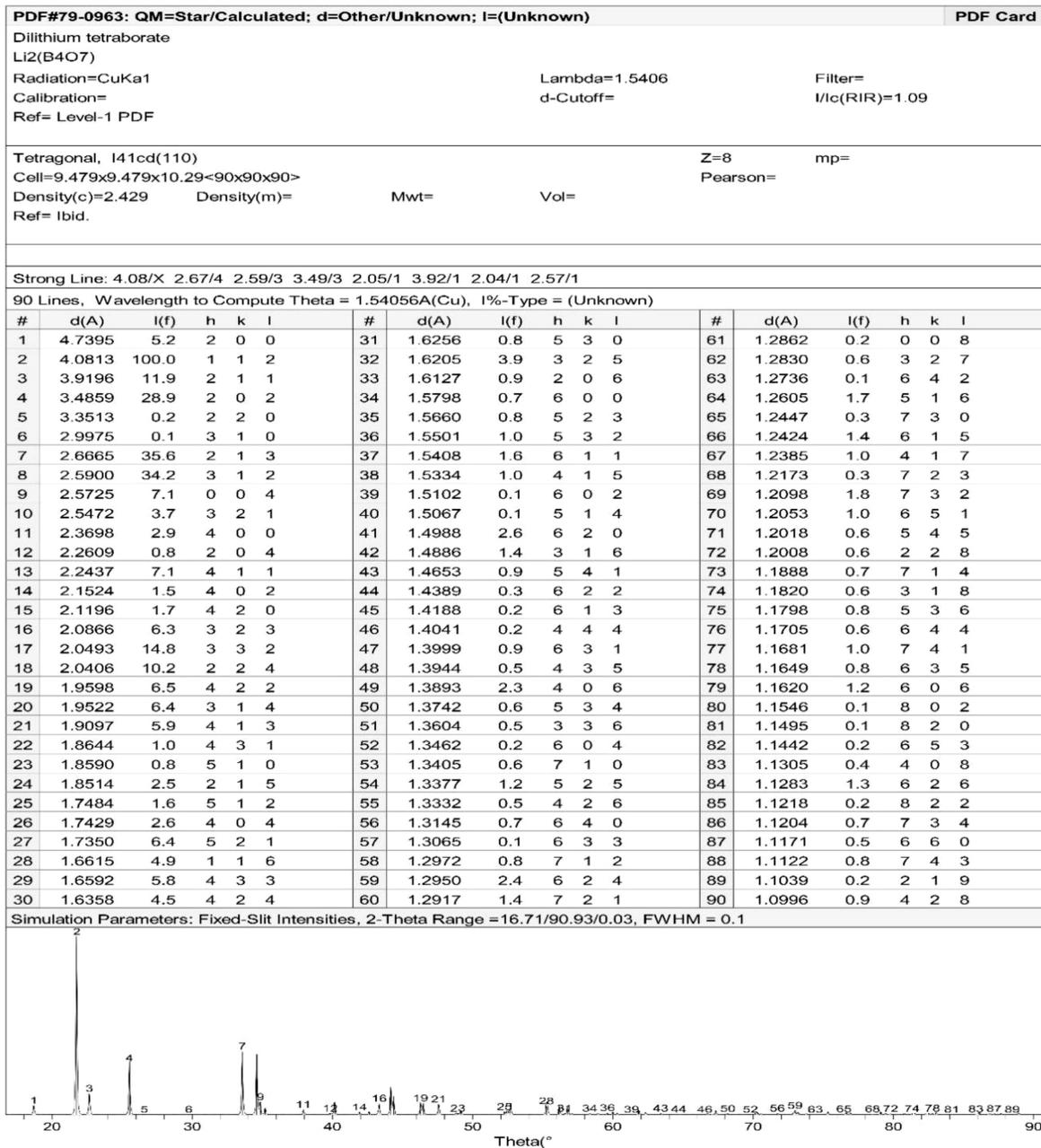


图 A.1 四硼酸锂典型图谱

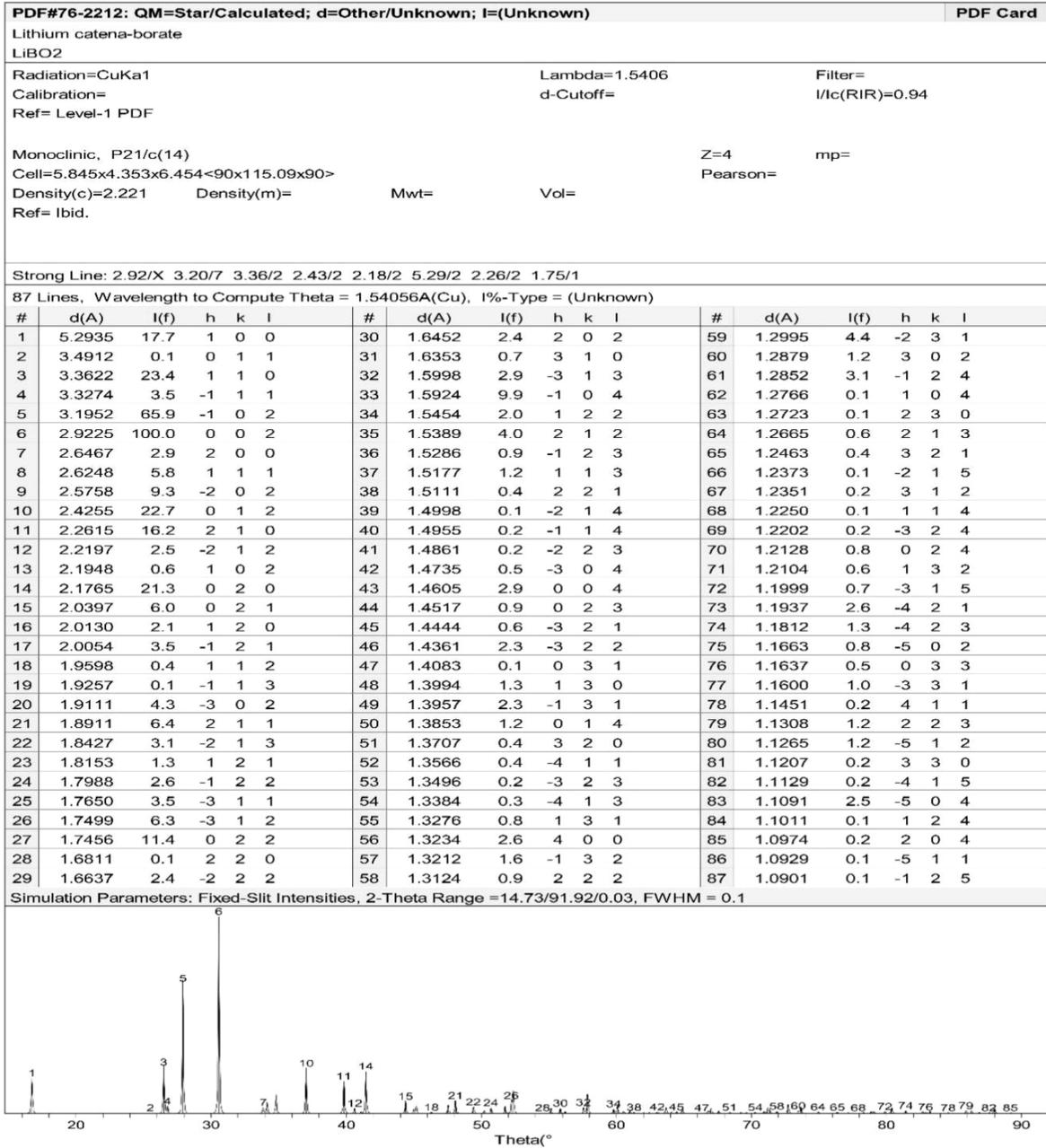


图 A.2 偏硼酸锂典型图谱

附录 B

(规范性)

硼酸锂混合熔剂中锂硼含量的测定

B.1 锂含量的测定

B.1.1 原理

试样用硫酸溶解，在硫酸介质中，于原子吸收光谱仪波长 670.8 nm 处，以空气-乙炔火焰进行氧化锂的测定。

B.1.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯的试剂。

B.1.2.1 水，GB/T 6682，二级。

B.1.2.2 硫酸（1+1）。

B.1.3 仪器设备

原子吸收光谱仪，附锂空心阴极灯。

B.1.4 样品

硼酸锂样品分析前应在 650 °C±10 °C 下灼烧 2 h，置于干燥器中冷却至室温。

B.1.5 试验步骤

B.1.5.1 试料

称取 0.4 g 样品（B.1.4），精确到 0.000 1 g。

B.1.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

B.1.5.3 测定

将试料（B.1.5.1）置于 50 mL 烧杯中，加入约 20 mL 水，加入 1 mL 硫酸（B.1.2.2），低温加热至试料完全溶解，取下冷却至室温，转移至 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度线，摇匀。移取 1.00 mL 试液置于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 硫酸（B.1.2.2），以水稀释至刻度线，摇匀。以下按 YS/T 509.1—2008 中 6.4.5~6.5 进行。

B.1.6 试验数据处理

锂的含量以质量分数 w_{Li} 计，按公式（B.1）计算：

$$w_{Li} = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6} \times 0.4646}{m \cdot V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

- ρ_1 —— 从工作曲线上查得的氧化锂浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- ρ_0 —— 从工作曲线上查得空白溶液中氧化锂浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- V —— 试液的总体积，单位为毫升（mL）；

- 0.464 6 —— 氧化锂对锂的换算因数；
 m —— 试料的质量，单位为克（g）；
 V_1 —— 移取试液的体积，单位为毫升（mL）。

B.2 硼含量的测定

B.2.1 原理

试样用盐酸溶解，用氢氧化钠溶液调至微酸性，加入甘露醇络合生成较强的酸，以酚酞为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至稳定的红色，以消耗氢氧化钠标准滴定溶液的量计算硼的含量。

B.2.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯的试剂。

- B.2.2.1** 水，GB/T 6682，二级，煮沸后密封冷却至室温。
B.2.2.2 甘露醇。
B.2.2.3 盐酸（1+1）。
B.2.2.4 甲基红指示剂（1 g/L）。
B.2.2.5 酚酞指示剂（10 g/L）。
B.2.2.6 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c_{\text{NaOH}}=1.0 \text{ mol/L}$]。

B.2.3 仪器设备

无塞滴定管（A级），规格 50 mL，应符合 GB/T 12805 的规定。

B.2.4 样品

硼酸锂样品分析前应在 $650 \text{ }^\circ\text{C} \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$ 下灼烧 2 h，置于干燥器中冷却至室温。

B.2.5 试验步骤

B.2.5.1 试料

称取 1.0 g 样品（B.2.4），精确到 0.000 1 g。

B.2.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

B.2.5.3 测定

将试料（B.2.5.1）置于 300 mL 锥形瓶中，加入约 20 mL 水，低温加热，滴加盐酸（B.2.2.3）至试料完全溶解，取下加水至 100 mL，加入 1 滴甲基红指示剂（B.2.2.4），用氢氧化钠标准滴定溶液（B.2.2.6）滴定至黄色，此时氢氧化钠标准滴定溶液用量不计。加入 11 g 甘露醇（B.2.2.2），加入 2 滴酚酞指示剂（B.2.2.5），用氢氧化钠标准滴定溶液（B.2.2.6）滴定至溶液呈粉色。

B.2.6 试验数据处理

硼的含量以质量分数以 w_B 计，按公式（B.2）计算：

$$w_B = \frac{c \cdot V \times 10.811}{m \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots \text{(B.2)}$$

式中：

GB/T 44331—2024

- c —— 氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；
- V —— 氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；
- 10.811 —— 硼摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；
- m —— 试料的质量，单位为克（g）。

附 录 C
(规范性)
高纯硼酸锂中硅含量的测定

C.1 原理

试料以盐酸溶解，在弱酸性介质中硅与钼酸铵形成硅钼黄杂多酸，以硫酸、草酸消除磷、砷的干扰，用抗坏血酸将硅钼黄还原为硅钼蓝，于分光光度计波长 800 nm 处测量其吸光度。

C.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯及以上的试剂。

- C.2.1** 水，GB/T 6682，二级。
C.2.2 盐酸（1+1）。
C.2.3 硫酸（3+97）。
C.2.4 氨水（1+5）。
C.2.5 对硝基酚指示剂，2 g/L。

C.3 仪器设备

分光光度计。

C.4 样品

硼酸锂样品分析前应在 650 °C±10 °C 下灼烧 2 h，置于干燥器中冷却至室温。

C.5 试验步骤**C.5.1 试料**

称取 0.5 g 样品（C.4），精确到 0.000 1 g。

C.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

C.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

C.5.4 测定

将试料（C.5.1）置于 50 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入约 10 mL 水，低温加热，滴加盐酸（C.2.2）至试料完全溶解，取下用少量水冲洗杯壁，冷却至 40 °C~50 °C。加入 2 滴对硝基酚指示剂（C.2.5），用氨水（C.2.4）调至黄色，用硫酸（C.2.3）调至无色并过量 3 mL，转移至 50 mL 塑料容量瓶中。以下按 GB/T 11064.8—2013 中 6.4.3~6.5 进行。其中显色温度应在 20 °C 以上。

C.6 试验数据处理

硅的含量以质量分数以 w_{Si} 计，按公式（C.1）计算：

$$w_{\text{Si}} = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots \text{(C.1)}$$

式中：

m_1 —— 从工作曲线上查得的试液中的硅量，单位为微克（ μg ）；

m_0 —— 从工作曲线上查得的空白溶液中的硅量，单位为微克（ μg ）；

m —— 试料的质量，单位为克（g）。

附 录 D
(规范性)
高纯硼酸锂中磷含量的测定

D.1 原理

试料用稀硫酸溶解，在酸性介质中，钼酸铵与磷生成磷钼黄，用抗坏血酸—氯化亚锡将磷钼黄还原为磷钼蓝，于分光光度计波长 710 nm 处测量其吸光度。

D.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯及以上的试剂。

D.2.1 水，GB/T 6682，二级。

D.2.2 硫酸（1+4）。

D.2.3 氨水（1+1）。

D.2.4 抗坏血酸—氯化亚锡溶液：称取 3 g 抗坏血酸和 0.05 g 氯化亚锡于 100 mL 烧杯中，加水溶解完全，移入 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度线，摇匀。

D.2.5 钼酸铵溶液，50 g/L（必要时过滤），贮存于塑料瓶中。

D.2.6 对硝基酚指示剂，2 g/L。

D.2.7 酒石酸溶液，25 g/L。

D.2.8 磷标准贮存溶液：采用有效期内证书的磷标准贮存溶液。此溶液 1 mL 含 1 mg 磷。

D.2.9 磷标准溶液：移取 0.50 mL 磷标准贮存溶液（D.2.8），置于 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度线，摇匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 磷。

D.3 仪器设备

分光光度计，2 cm 比色皿。

D.4 样品

硼酸锂样品分析前应在 650 °C±10 °C 下灼烧 2 h，置于干燥器中冷却至室温。

D.5 试验步骤**D.5.1 试料**

称取 1.0 g 样品（D.4），精确到 0.000 1 g。

D.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

D.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

D.5.4 测定

D.5.4.1 将试料（D.5.1）置于 100 mL 烧杯中，加入约 20 mL 水，低温加热，滴加硫酸（D.2.2）至试料完全溶解并煮沸，取下用少量水冲洗杯壁，冷却至 40 °C~50 °C，转移至 50 mL 容量瓶中，加入 2 滴对硝基酚指示剂（D.2.6），用氨水（D.2.3）调至黄色，用硫酸（D.2.2）调至无色并过量 6.0 mL，加

入 4.0 mL 钼酸铵溶液 (D.2.5)，加水至约 40 mL，摇匀，静置 5 min。

D.5.4.2 加入 2.0 mL 酒石酸溶液 (D.2.7)，摇匀，静置 3 min。加入 2.0 mL 抗坏血酸—氯化亚锡溶液 (D.2.4)，以水稀释至刻度线，摇匀，静置 10 min。

D.5.4.3 将溶液 (D.5.4.2) 置于 2 cm 比色皿中，以水为参比，于分光光度计波长 710 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的磷量。

D.5.5 工作曲线绘制

D.5.5.1 移取 0 mL、0.20 mL、0.40 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 磷标准溶液 (D.2.9) 于一组 50 mL 容量瓶中，加 25 mL 水，加入 6.0 mL 硫酸 (D.2.2)，加入 4.0 mL 钼酸铵溶液 (D.2.5)，加水至约 40 mL，摇匀，静置 5 min。

D.5.5.2 加入 2.0 mL 酒石酸溶液 (D.2.7)，摇匀，静置 3 min。加入 2.0 mL 抗坏血酸—氯化亚锡溶液 (D.2.4)，以水稀释至刻度线，摇匀，静置 10 min。

D.5.5.3 将溶液 (D.5.5.2) 置于 2 cm 比色皿中，以水为参比，于分光光度计波长 710 nm 处测量其吸光度。减去试剂空白的吸光度，以磷量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。其中显色温度应在 20℃ 以上。

D.6 试验数据处理

磷的含量以质量分数 w_P 计，按公式 (D.1) 计算：

$$w_P = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (D.1)$$

式中：

m_1 —— 从工作曲线上查得的试液中的磷量，单位为微克 (μg)；

m_0 —— 从工作曲线上查得的空白溶液中的磷量，单位为微克 (μg)；

m —— 试料的质量，单位为克 (g)。

平行测定结果之差的绝对值不大于 0.000 05%。

附 录 E
(规范性)
高纯硼酸锂中砷含量的测定

E.1 原理

试料以盐酸溶解，在硫脲—抗坏血酸存在下，于盐酸介质中砷被硼氢化钾还原成砷的氢化物，用氩气导入石英炉原子化器中，于原子荧光光谱仪上测量砷的荧光强度。

E.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯及以上的试剂。

E.2.1 水，GB/T 6682，二级。

E.2.2 盐酸（1+1）。

E.3 仪器设备

原子荧光光谱仪，附砷高强度空心阴极灯。

E.4 样品

硼酸锂样品分析前应在 $650\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧 2 h，置于干燥器中冷却至室温。

E.5 试验步骤**E.5.1 试料**

称取 1.0 g 样品（E.4），精确到 0.000 1 g。

E.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

E.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

E.5.4 测定

将试料（E.5.1）置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入约 20 mL 水，加入 4 mL 盐酸（E.2.2），低温加热至试料完全溶解，取下用少量水冲洗杯壁，冷却至 $40\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，转移至 100 mL 容量瓶中。以下按 YS/T 229.2—2013 中 6.3.2~7 进行。

附录 F

(规范性)

高纯硼酸锂中钠、钾含量的测定

F.1 原理

试料以盐酸溶解，在稀盐酸介质中，于原子吸收光谱仪波长 589.0 nm 和 766.5 nm 处，用空气-乙炔火焰，标准加入法进行测定。

F.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯及以上的试剂。

F.2.1 水，GB/T 6682，二级。

F.2.2 盐酸(1+1)。

F.2.3 钠标准贮存溶液：采用有效期内证书的钠标准贮存溶液。此溶液 1 mL 含 1 mg 钠。

F.2.4 钾标准贮存溶液：采用有效期内证书的钾标准贮存溶液。此溶液 1 mL 含 1 mg 钾。

F.2.5 钠、钾混合标准溶液：分别移取 1.00 mL 钠标准贮存溶液(F.2.3)、钾标准贮存溶液(F.2.4)标准贮存溶液，置于 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度线，摇匀。此溶液 1 mL 含钠、钾各 10 μg。

F.3 仪器设备

原子吸收光谱仪，附钠、钾空心阴极灯。

F.4 样品

硼酸锂样品分析前应在 650 °C±10 °C 下灼烧 2 h，置于干燥器中冷却至室温。

F.5 试验步骤

F.5.1 试料

称取 2.5 g 样品(F.4)，精确到 0.000 1 g。

F.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

F.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

F.5.4 测定

F.5.4.1 将试料(F.5.1)置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 50 mL 水，加热滴加盐酸(F.2.2)至试料完全溶解(盐酸用量约 4 mL~7 mL)，取下加水至约 80 mL，冷却至室温，转移至 100 mL 塑料容量瓶中，以水稀释至刻度线，摇匀。

F.5.4.2 分别移取 4 份 20.00 mL 试液(F.5.4.1)置于 50 mL 塑料容量瓶中，依次加入 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL 钠、钾混合标准溶液(F.2.5)，以水稀释至刻度线，摇匀。以下按 GB/T 11064.4—2013 中 6.4.3~7 进行。

附录 G

(规范性)

高纯硼酸锂中钙、镁、铅、铜、铁、铝含量的测定

G.1 原理

试料以硝酸溶解，在硝酸介质中，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上采用标准加入法测定钙、镁、铅、铜、铁、铝的含量。

G.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

G.2.1 水，GB/T 6682，二级。

G.2.2 硝酸（1+1）。

G.2.3 钙标准贮存溶液：采用有效期内证书的钙标准贮存溶液。此溶液 1 mL 含 1 mg 钙。

G.2.4 镁标准贮存溶液：采用有效期内证书的镁标准贮存溶液。此溶液 1 mL 含 1 mg 镁。

G.2.5 铅标准贮存溶液：采用有效期内证书的铅标准贮存溶液。此溶液 1 mL 含 1 mg 铅。

G.2.6 铜标准贮存溶液：采用有效期内证书的铜标准贮存溶液。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。

G.2.7 铁标准贮存溶液：采用有效期内证书的铁标准贮存溶液。此溶液 1 mL 含 1 mg 铁。

G.2.8 铝标准贮存溶液：采用有效期内证书的铝标准贮存溶液。此溶液 1 mL 含 1 mg 铝。

G.2.9 钙、镁、铅、铜、铁、铝混合标准溶液：分别移取 1.00 mL 钙标准贮存溶液（G.2.3）、镁标准贮存溶液（G.2.4）、铅标准贮存溶液（G.2.5）、铜标准贮存溶液（G.2.6）、铁标准贮存溶液（G.2.7）、铝标准贮存溶液（G.2.8），置于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸（G.2.2），以水稀释至刻度线，摇匀。此溶液 1 mL 含钙、镁、铅、铜、铁、铝各 10 μg 。

G.2.10 氩气（ $w_{\text{Ar}} \geq 99.99\%$ ）。

G.3 仪器设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

G.4 样品

硼酸锂样品分析前应在 $650\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧 2 h，置于干燥器中冷却至室温。

G.5 试验步骤

G.5.1 试料

称取 2.5 g 样品（G.4），精确到 0.000 1 g。

G.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

G.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

G.5.4 测定

G.5.4.1 将试料（G.5.1）置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入约 50 mL 水，加入 10 mL 硝酸

(G.2.2)，加热至试料完全溶解，取下加水至约 80 mL，冷却至室温，转移至 100 mL 塑料容量瓶，以水稀释至刻度线，摇匀。

G.5.4.2 分别移取 4 份 20.00 mL 试液 (G.5.4.1) 置于 25 mL 塑料容量瓶中，依次加入 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL 钙、镁、铅、铜、铁、铝混合标准溶液 (G.2.9)，以水稀释至刻度线，摇匀。

G.5.4.3 在电感耦合等离子体发射光谱仪上，在选定的仪器工作条件和推荐的分析谱线处 (见表 G.1)，由低浓度到高浓度测试空白试液 (G.5.3) 和分析试液 (G.5.4.2)。

表 G.1 待测元素分析谱线推荐波长

单位为纳米

元素	推荐波长
Ca	396.847
Mg	280.271
Pb	220.353
Cu	327.393
Fe	259.939
Al	396.153

G.5.4.4 以待测元素的质量浓度为横坐标，对应的发射强度为纵坐标绘制工作曲线，仪器依据工作曲线进行数据处理，计算出待测元素的质量浓度。各元素工作曲线相关系数应在 0.999 以上。

G.6 试验数据处理

待测元素含量以质量分数以 w_x 计，按公式 (G.1) 计算：

$$w_x = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (G.1)$$

式中：

- ρ_1 —— 分析试液中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；
- ρ_0 —— 空白溶液中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；
- V —— 试液的体积，单位为毫升 (mL)；
- m —— 试料的质量，单位为克 (g)。

附录 H

(规范性)

高纯硼酸锂中灼烧减量的测定

H.1 原理

称取一定量的试样，在 $650\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的箱式电阻炉中灼烧至质量恒定，根据试样灼烧前后的质量确定灼烧减量。

H.2 仪器设备

H.2.1 瓷坩埚：50 mL。

H.2.2 箱式电阻炉：额定温度 $1\ 000\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，控温精度 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

H.2.3 干燥器。

H.3 试验步骤

H.3.1 试料

称取 10.0 g 试样，精确到 $0.000\ 1\text{ g}$ 。

H.3.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

H.3.3 测定

将试料（H.3.1）置于已在 $650\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒重的瓷坩埚中，在箱式电阻炉中 $650\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至恒重。

H.4 试验数据处理

灼烧减量的含量以质量分数以 w_1 计，按公式（H.1）计算：

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots \text{(H.1)}$$

式中：

m_1 —— 灼烧前试料与瓷坩埚的质量，单位为克（g）；

m_2 —— 灼烧后试料与瓷坩埚的质量，单位为克（g）；

m_0 —— 瓷坩埚的质量，单位为克（g）。