

锂精矿中二氧化硅、三氧化二铝和氟量同时快速检测分析

刘芳美^{1,2}, 李文英^{1,2}, 甘聪^{1,2}, 钟坚海³

(1. 紫金铜业有限公司; 2. 福建省铜绿色生产及伴生资源综合利用重点实验室; 3. 厦门海关技术中心)

摘要: 锂精矿中的硅、铝、氟等杂质对下一步的精制过程有很大影响,可能降低锂回收率并影响产品质量。研究采用氢氧化钠-过氧化钠对锂精矿样品进行熔融前处理,分别采用硅钼蓝分光光度法、络合滴定法、离子选择性电极法同时快速测定样品中的二氧化硅、三氧化二铝和氟含量。探讨了熔剂的选择、熔融温度和时间、酸度等实验条件对各元素测定结果的影响。实验表明,采用氢氧化钠-过氧化钠作为混合熔剂,熔融温度为700℃,熔融时间为15 min,盐酸加入量为20 mL时,试样溶解完全。本方法二氧化硅、三氧化二铝和氟测定结果的相对标准偏差($RSD, n=7$)分别为0.53%~0.57%、0.37%~0.64%、0.31%~1.18%,符合GB/T 32465—2015《化学分析方法验证确认和内部资料控制要求》对相对标准偏差的要求,且与3种行业标准方法测定结果吻合良好。该方法可应用于锂精矿中二氧化硅、三氧化二铝和氟的同时快速检测分析。

关键词: 锂精矿; 硅钼蓝分光光度法; 络合滴定法; 离子选择性电极法; 同时测定; 快速测定

中图分类号: TD926.3

文献标志码: A

文章编号: 1001-1277(2025)02-0109-05

doi: 10.11792/hj20250218

引言

锂广泛应用于冶金工业和军工装备,是生产氢弹、中子弹和质子弹的重要原料,也是新能源车用动力电池和绿电储能电池的关键材料,被称为“21世纪的能源金属”,已成为世界各国高度重视的战略矿产资源^[1-3]。锂精矿作为硅酸盐类矿物,化学组成比较简单,除碱金属元素外,主要共存元素为硅、铝、氟,其次是铁、镁、锰和磷,少量的铍、钛、钽和铌等,是盐湖提锂的粗产品,经济价值高^[4]。锂精矿中的钾、钠、硅、铝、氟等杂质对下一步的精制过程有很大影响,可能降低锂回收率并影响产品质量^[5-7]。因此,锂精矿进入生产流程之前,需对锂精矿的化学成分进行分析,且对分析测试方法的可靠性要求高。

据报道,测定二氧化硅的方法主要有重量法-分光光度法^[8]、分光光度法^[9]、氟硅酸钾滴定法^[10]等,测定氟的方法主要有离子选择性电极法^[11-12]、离子色谱法^[13]等,测定铝的方法主要有EDTA滴定法^[14-15]、分光光度法^[16]、电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)^[17]等。其中,氟硅酸钾滴定法测定二氧化硅操作繁琐且分析速度慢;硅钼蓝分光光度法不仅灵敏度且操作简便;离子选择性电极法测定氟准确度高,但耗时较长;离子选择性电极法速度快且操作便捷;ICP-AES主要用于微量元素的测定,不适用于高含量

铝的测定。本文在前人研究基础上,通过氢氧化钠和过氧化钠对锂精矿样品进行熔融前处理后,分别采用硅钼蓝分光光度法、络合滴定法、离子选择性电极法测定样品中的二氧化硅、三氧化二铝和氟,实现了锂精矿中的二氧化硅、三氧化二铝及氟含量的同时快速检测分析,结果满意,可用于批量测定锂精矿样品中的二氧化硅、三氧化二铝和氟。

1 实验部分

1.1 仪器设备与试剂

UV-1750双光束分光光度计(日本岛津),马弗炉(最高加热温度不低于900℃),分析天平(感量0.0001g)。

S220氟离子计(梅特勒托利多):氟离子选择电极,氟浓度为 10^{-6} ~ 10^{-1} mol/L时,电极电位与浓度的负对数呈良好的线性关系。电极使用前,使用0.001 mol/L氟化钠溶液浸泡1 h活化,用纯水洗涤至洗涤液含氟小于 10^{-6} mol/L。

氢氧化钠(分析纯);盐酸(分析纯);硫酸(分析纯);钼酸铵溶液(50 g/L);氟化钠饱和溶液。

草硫混酸:草酸(40 g/L)与硫酸(4 mol/L)按体积比3:1混合。

硫酸亚铁铵溶液(60 g/L):称取6 g硫酸亚铁铵溶于加有5 mL硫酸(1+1)的100 mL水中,摇匀。

收稿日期:2024-08-20; 修回日期:2024-10-12

作者简介:刘芳美(1992—),女,工程师,研究方向为实验室管理,矿石与矿物、贵金属与合金、水质分析方法应用开发等;E-mail:liufangmei2014@

EDTA溶液(0.05 mol/L):称取18.62 g EDTA溶解于水中,用水稀释至1 L。

乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH=5.5~6.0):称取200 g 结晶乙酸钠溶解于300 mL水中,加入10 mL冰醋酸,用水稀释至1 L。

三乙醇胺溶液:100 mL三乙醇胺中加入64 mL盐酸,调整pH=6.5~7.0,纯水稀释至500 mL,混匀。

铝标准溶液:准确称取0.5 g 纯铝(99.99%)于250 mL烧杯中,加入50 mL盐酸(1+1),盖上表面皿,低温加热至溶解完全,冷却。移入1 L容量瓶中,补加40 mL盐酸(1+1),用水稀释至刻度,摇匀。该溶液含铝为0.5 g/L。

乙酸锌标准溶液的配制:称取22 g 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 于烧杯中,加入200 mL纯水,冰醋酸调整pH≈6.0,纯水稀释至10 L,摇匀。

乙酸锌标准溶液的标定:准确移取20.00 mL铝标准溶液4份,加入25 mL纯水、2滴酚酞溶液,用200 g/L氢氧化钠溶液中和至红色,之后用盐酸调至无色,并过量2滴;加入10 mL 0.05 mol/L EDTA溶液,加热煮沸2~3 min,冷却;加入10 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液、2滴二甲酚橙,用乙酸锌标准溶液滴定至紫红色(不计体积),再加入10 mL氟化钠饱和溶液,加热煮沸2~3 min,冷却,补加2滴二甲酚橙,用乙酸锌标准溶液滴定至紫红色为终点。

按式(1)计算乙酸锌标准溶液的浓度:

$$C = \frac{\rho V_1}{V_2 M} \quad (1)$$

式中: C 为乙酸锌标准溶液的浓度(mol/L); ρ 为铝标准溶液的质量浓度(mg/mL); V_1 为移取铝标准溶液的体积(mL); V_2 为标定时消耗乙酸锌标准溶液的体积(mL); M 为铝的摩尔质量,为26.982 g/mol。

当4份乙酸锌标准溶液的浓度测定值相差不大于0.000 05 mol/L时,取其平均值作为乙酸锌标准溶液的浓度。

二氧化硅、氟元素标准贮存溶液:质量浓度均为1 000 mg/L,购于国家标准物质中心。

二氧化硅标准溶液(100 mg/L):由1 000 mg/L二氧化硅标准贮存溶液稀释所得。

氟标准溶液(10 mg/L):由1 000 mg/L氟标准贮存溶液稀释所得。

1.2 标准工作曲线绘制

二氧化硅标准工作曲线:准确移取0,1.00,2.00,3.00,5.00和8.00 mL二氧化硅标准溶液于6个100 mL容量瓶中,加入3 mL盐酸(1+5)、15 mL纯水、5 mL 50 g/L钼酸铵溶液,摇匀。将容量瓶放入沸水中摇动30 s后取出,用流水冷却至室温,加入15 mL草

硫混酸后摇匀,立即加入5 mL 60 g/L硫酸亚铁铵溶液,用纯水定容至刻度。以二氧化硅质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

氟标准工作曲线:移取0.50,1.00,2.00,5.00和10.00 mL氟标准溶液于1组50 mL塑料容量瓶中,加入5 mL三乙醇胺溶液、1~2滴二甲酚橙,用2.5 mol/L氢氧化钠溶液调节至溶液变红,再用盐酸(1+1)调节至红色消失,加入15 mL柠檬酸钠溶液,用纯水定容至刻度,摇匀,转移至100 mL干塑料烧杯中,插入氟电极和甘汞电极,搅拌至电压稳定,于氟离子计上测定其平衡电位,按氟质量浓度由低到高的顺序进行测定。以氟质量浓度为横坐标,电位为纵坐标,绘制工作曲线。

1.3 试样

锂精矿试样粒度不大于0.098 mm,并于100℃~105℃烘干1 h,置于干燥器中冷却至室温。

1.4 实验方法

1.4.1 样品前处理

称取0.10 g(精确至0.000 1 g)试样于30 mL镍坩埚中,加入6 g氢氧化钠混匀,再覆盖一层氢氧化钠及0.1 g过氧化钠,在电炉上加热熔化脱水后,转入预先升温至700℃的马弗炉中熔融15 min,熔融物呈透明流体,取出稍冷,将坩埚和熔融物转移至250 mL聚四氟乙烯烧杯中,盖上表面皿,加入100 mL沸水,于电热板上煮沸约1 min,取下,用纯水洗净表面皿、坩埚,在不断搅拌下一次性加入20 mL盐酸使溶液澄清,冷却,转移至200 mL容量瓶中,定容至刻度,摇匀。

1.4.2 二氧化硅的测定

准确移取2.00 mL前处理后的试液于100 mL容量瓶中,加入3 mL盐酸(1+5)、15 mL纯水、5 mL 50 g/L钼酸铵溶液,摇匀。将容量瓶放入沸水中摇动30 s后取出,用流水冷却至室温,加入15 mL草硫混酸后摇匀,立即加入5 mL 60 g/L硫酸亚铁铵溶液,用纯水定容至刻度,静置15 min。随同试样做空白。用1 cm比色皿于810 nm波长处,以空白溶液为参比,于分光光度计测定其吸光度,从工作曲线上查得二氧化硅含量。

1.4.3 三氧化二铝的测定

准确移取50.00 mL前处理后的试液于500 mL三角烧杯中,加入50 mL纯水、1滴1 g/L酚酞乙醇溶液,用2.5 mol/L氢氧化钠溶液中和至红色刚生成,再用盐酸(1+1)调节至红色刚消失,然后加入10 mL 0.05 mol/L EDTA溶液和20 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液,煮沸2~3 min,取下冷却至室温,加入2~3滴5 g/L二甲酚橙指示剂,用乙酸锌标准溶液滴定至紫红色(不计体积),加入10 mL饱和氟化钠溶液,煮沸5 min,

取下冷却,补加1滴5 g/L二甲酚橙指示剂,用乙酸锌标准溶液滴定至紫红色,记录体积。随同试样做空白。

按式(2)计算试样中三氧化铝:

$$w(\text{Al}_2\text{O}_3) = \frac{C(V - V_0) \times 50.98}{1000mr} \times 100\% \quad (2)$$

式中: $w(\text{Al}_2\text{O}_3)$ 为三氧化二铝的质量分数(%); V 为试样消耗乙酸锌标准溶液的体积(mL); V_0 为空白消耗乙酸锌标准溶液的体积(mL); m 为称取的试样量(g); r 为试液的分取比;50.98为三氧化二铝的摩尔质量(g/mol)。

1.4.4 氟的测定

移取1.00 mL前处理后的试液于50 mL塑料容量瓶中,加入5 mL三乙醇胺溶液、1~2滴二甲酚橙,用2.5 mol/L氢氧化钠溶液调节至溶液变红,再用盐酸(1+1)调节至红色消失,加入15 mL柠檬酸钠溶液,用纯水定容,摇匀,转移至100 mL干塑料烧杯中,插入氟电极和甘汞电极,搅拌至电压稳定,于氟离子计上测其平衡电位,由工作曲线查出溶液中氟含量。

2 结果与分析

2.1 条件实验优化

2.1.1 熔剂的选择

锂精矿为硅酸盐矿,成分相对简单,采用碱熔法可以使样品中待测二氧化硅、三氧化二铝和氟转移至检测体系。合适的熔剂可实现样品完全分解,确保试样中的二氧化硅、三氧化二铝和氟全部转移至检测体系。实验考察了NaOH、 Na_2CO_3 、NaOH- Na_2O_2 熔剂对待测元素的影响。称取9份0.10 g(精确至0.000 1 g)1#锂精矿于30 mL镍坩锅中,分别与6 g NaOH、6 g Na_2CO_3 混匀,再分别覆盖一层NaOH、 Na_2CO_3 、NaOH- Na_2O_2 ,在电炉上加热熔化脱水后,按实验方法测定样品中二氧化硅、三氧化二铝和氟。根据实验现象,采用NaOH熔融可实现样品分解完全,但镍坩锅腐蚀严重;采用 Na_2CO_3 熔融不能有效将样品分解完全;采用NaOH- Na_2O_2 熔融能有效分解样品,且二氧化硅、三氧化二铝和氟测定稳定。因此,实验选用NaOH- Na_2O_2 混合熔剂。

2.1.2 熔融时间和时间的选择

熔融温度和时间对样品分解效果有很大影响,在保证其他条件相同的情况下,控制熔融温度为600 °C、650 °C、700 °C、750 °C,熔融时间分别为5 min、10 min、15 min、20 min,探究不同熔融温度和时间对测定结果的影响,结果如表1所示。根据实验现象和实验数据:随着熔融温度的升高和熔融时间的延长,样品逐渐完全熔融,二氧化硅、三氧化二铝和氟的测

定结果先随之增加后趋于平稳。当熔融温度低于650 °C、熔融时间不足15 min时,观察到样品未完全熔融,且二氧化硅、三氧化二铝和氟测定结果明显偏低;当熔融温度为700 °C~750 °C、熔融时间为15~20 min时,样品完全熔融,同时二氧化硅、三氧化二铝和氟测定结果趋于平稳。综合考虑,实验选择熔融温度700 °C、熔融时间15 min。

表1 不同熔融温度和时间对待测元素的影响($n=3$)

Table 1 Effect of different melting temperatures and time on target elements ($n=3$) %

熔融温度/°C	元素	熔融时间/min			
		5	10	15	20
600	SiO ₂	43.29	45.99	47.25	48.77
	Al ₂ O ₃	13.34	14.52	16.93	17.63
	F	3.01	3.25	3.68	3.92
650	SiO ₂	43.17	47.87	48.91	49.01
	Al ₂ O ₃	15.02	16.08	17.94	18.05
	F	3.17	3.58	3.87	4.06
700	SiO ₂	45.38	48.74	49.45	49.51
	Al ₂ O ₃	16.00	17.70	18.51	18.52
	F	3.50	3.71	4.35	4.30
750	SiO ₂	48.59	49.23	49.50	49.47
	Al ₂ O ₃	17.92	18.19	18.49	18.53
	F	3.80	3.98	4.38	4.33

2.1.3 酸度的选择

样品经过碱熔后,需采用热水和盐酸进行熔融物中待测元素的浸取洗脱。为确保待测元素全部被浸取洗脱至溶液中,实验探究了不同酸度洗脱效果对测定结果的影响。在保证其他条件相同的情况下,使用盐酸调节酸度,考察酸度对待测元素的影响,结果如表2所示。根据实验现象和实验数据:随着盐酸加入量的增加,二氧化硅、三氧化二铝和氟测定结果先随之增加后趋于平稳。当盐酸加入量为10~15 mL时,会产生絮状物,且二氧化硅、三氧化二铝和氟测定结果明显偏低;这是因为酸度过低,导致硅酸聚合形成絮状物,该絮状物可能吸附其他待测元素。当盐酸加入量为20~25 mL时,溶液澄清且二氧化硅、三氧化二铝和氟测定结果趋于平稳。综合考虑,最佳盐酸加入量为20 mL。

表2 酸度对待测元素的影响($n=3$)

Table 2 Effect of acidity on target elements ($n=3$) %

盐酸加入量/mL	SiO ₂	Al ₂ O ₃	F	实验现象
10	31.37	10.25	1.40	溶液含有较多絮状物
15	41.71	17.80	3.89	溶液含有少量絮状物
20	49.49	18.55	4.40	溶液澄清
25	49.47	18.52	4.35	溶液澄清

2.2 线性方程和检出限

2.2.1 二氧化硅校准曲线和检出限

二氧化硅校准曲线的线性方程为 $y=0.368x+0.0241$, 相关系数 R^2 为 0.999 6。检出限计算公式为:

$$MDL=t_{(n-1,0.99)}S \quad (3)$$

式中: MDL 为检出限; n 为平行测定的次数, 为 7; t 为自由度为 $n-1$, 置信度为 99% 时 t 分布值, 为 3.143; S 为 n 次平行测定结果的标准偏差。

经计算, 标准偏差为 0.26%, 检出限为 0.83%。

2.2.2 氟校准曲线和检出限

氟校准曲线的线性方程为 $y=-34.517x+136.11$, 相关系数 R^2 为 0.999 8。氟质量浓度为 0.10~2.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 时, 其与平衡电位具有良好的线性关系, 适用于定量分析。本方法氟的检出限为 0.22%。

2.3 方法的精密度

选用 1#、2# 锂精矿样品, 按实验方法重复测定 7 次, 结果如表 3 所示。从表 3 可以看出: 样品中二氧化硅测定结果的 RSD 为 0.53%~0.57%; 三氧化二铝测定结果的 RSD 为 0.37%~0.64%; 氟测定结果的 RSD 为 0.31%~1.18%。GB/T 32465—2015《化学分析方法验证确认和内部资料控制要求》^[18] 对精密度的要求为: 质量分数大于 0.01% 时, 相对标准偏差小于 3.7%; 质量分数大于 1% 时, 相对标准偏差小于 2.7%。本方法的精密度符合 GB/T 32465—2015《化学分析方法验证确认和内部资料控制要求》规定。

表 3 方法的精密度实验结果 ($n=7$)

Table 3 Precision test results of the method ($n=7$) %

元素	样品编号	测定结果	RSD
SiO ₂	1#	49.88 49.70 50.11 49.65 50.33 49.59 49.93	0.53
	2#	68.40 68.01 68.83 68.13 68.77 68.74 67.90	0.57
Al ₂ O ₃	1#	18.52 18.41 18.46 18.55 18.61 18.50 18.57	0.37
	2#	20.32 20.25 20.44 20.51 20.37 20.15 20.20	0.64
F	1#	4.26 4.24 4.27 4.26 4.28 4.27 4.25	0.31
	2#	2.27 2.23 2.30 2.31 2.28 2.26 2.26	1.18

2.4 方法比对实验

选取 2 个不同含量的样品, 分别采用本方法和 YS/T 509.3—2008《锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 二氧化硅量的测定 重量-钼蓝分光光度法》^[19]、YS/T 509.4—2008《锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 三氧化二铝量的测定 EDTA 络合滴定法》^[20]、YS/T 509.9—2008《锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 氟量的测定 离子选择电极法》^[21] 3 种方法进行比对, 验证本方法是否合理, 结果如表 4 所示。从表 4 可以看出: 本方法与行业标准方法测定结果一致, 允许差均符合规定。

表 4 不同方法比对结果 ($n=7$)

Table 4 Comparison results of different methods ($n=7$) %

样品编号	元素	本方法测定结果	行业标准测定结果	差值	允许差
1#	SiO ₂	49.90	49.48	0.42	±0.50
	Al ₂ O ₃	18.51	18.52	-0.01	±0.30
	F	4.35	4.22	0.13	±0.40
2#	SiO ₂	68.42	68.77	-0.35	±0.50
	Al ₂ O ₃	20.30	20.32	-0.02	±0.30
	F	2.01	2.27	-0.26	±0.40

3 结 语

研究采用氢氧化钠-过氧化钠对锂精矿样品进行熔融前处理, 分别采用硅钼蓝分光光度法、络合滴定法、离子选择性电极法同时快速测定样品中的二氧化硅、三氧化二铝和氟含量, 并对实验条件进行了优化。在氢氧化钠-过氧化钠作为混合熔剂, 熔融温度为 700 °C, 熔融时间为 15 min, 盐酸加入量为 20 mL 条件下, 二氧化硅、三氧化二铝和氟测定结果的相对标准偏差分别为 0.53%~0.57%、0.37%~0.64%、0.31%~1.18%, 符合 GB/T 32465—2015《化学分析方法验证确认和内部资料控制要求》规定, 且与行业标准方法测定结果吻合一致。该方法快速简单, 适用于锂精矿中二氧化硅、三氧化二铝和氟的同时快速检测分析。

[参 考 文 献]

- [1] 王爱云, 张振维, 赵元艺. 西藏扎布耶盐湖锂矿开发的环境影响研究[J]. 地球学报, 2024, 45(5): 830-840.
- [2] 张书超, 代定, 盛涛. 刚果(金)某锂辉石选矿试验研究[J]. 黄金, 2024, 45(9): 52-56.
- [3] 牛禾, 伍赠玲, 刘强. 锂渣用作充填胶凝材料试验研究[J]. 黄金, 2024, 45(5): 88-91, 98.
- [4] 罗小兵, 刘芳美, 刘娜, 等. 四酸溶样—原子吸收光谱法测定锂精矿中锂铷铯[J]. 黄金, 2024, 45(6): 105-108.
- [5] 蒿紫阳, 袁波, 李芯, 等. 锂精矿中可溶性杂质的脱除机理研究[J]. 无机盐工业, 2019, 51(3): 49-52.
- [6] KANG D J, YOON M H, AN J W. Method for producing high-purity lithium carbonate: US9169125[P]. 2015-10-27.
- [7] AMOUZEGAR K, AMANT G S, HARRISON S. Process for the purification of lithium carbonate: US6048507[P]. 2000-04-11.
- [8] 王丽娟, 于亚辉, 赵拓, 等. 高氯酸脱水重量法结合钼蓝分光光度法测定富钾板岩中二氧化硅[J]. 冶金分析, 2021, 41(2): 72-77.
- [9] 王鹏辉, 金留安. 钼蓝分光光度法联合测定铁矿石中磷和二氧化硅[J]. 冶金分析, 2019, 39(3): 58-64.
- [10] 张丽伟, 高立红, 权龙海, 等. 碱熔-氟硅酸钾滴定法测定复合脱氧剂中硅[J]. 冶金分析, 2024, 44(4): 73-78.
- [11] 肖芳, 倪文山, 毛香菊, 等. 混合碱熔融-离子选择性电极法测定矿石中氟[J]. 冶金分析, 2015, 35(9): 77-82.
- [12] 谢堂锋, 陈若葵, 王明, 等. 氟离子选择电极法测定废旧锂电池回收浸出液中氟含量[J]. 矿冶工程, 2020, 40(6): 126-129.
- [13] 段文, 石友昌. 土壤和岩石矿物中氟元素分析测试技术研究进

- 展[J].岩矿测试,2023,42(1):72-88.
- [14] 白小叶,迟爱玲.EDTA络合滴定法测定硫酸铜废液中的铝[J].黄金,2014,35(12):74-76.
- [15] 夏珍珠.碱熔融沉淀分离-EDTA滴定法测定铜精矿中三氧化二铝[J].冶金分析,2012,32(7):63-66.
- [16] 薄凤英.铬天青S光度法测定锰矿石中三氧化二铝[J].理化检验(化学分册),2014,50(8):1 043-1 044.
- [17] 李静,张春花,杨忠梅,等.电感耦合等离子体原子发射光谱法测定高铝高钙改质剂中金属铝、三氧化二铝和氧化钙[J].冶金分析,2022,42(3):72-77.
- [18] 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.化学分析方法验证确认和内部质量控制要求:GB/T 32465—2015[S].北京:中国标准出版社,2015.
- [19] 国家发展和改革委员会.锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 二氧化硅量的测定 重量-钼蓝分光光度法:YS/T 509.3—2008[S].北京:中国标准出版社,2008.
- [20] 国家发展和改革委员会.锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 三氧化二铝量的测定 EDTA络合滴定法:YS/T 509.4—2008[S].北京:中国标准出版社,2008.
- [21] 国家发展和改革委员会.锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 氟量的测定 离子选择电极法:YS/T 509.9—2008[S].北京:中国标准出版社,2008.

Simultaneous and rapid analysis of SiO₂, Al₂O₃, and F contents in lithium concentrate

Liu Fangmei^{1,2}, Li Wenyong^{1,2}, Gan Cong^{1,2}, Zhong Jianhai³

(1. Zijin Copper Co., Ltd.;

2. Fujian Key Laboratory for Green Production of Copper and Comprehensive Utilization of Associated Resources;

3. Technology Center, Xiamen Customs)

Abstract: Impurities such as silicon, aluminum, and fluorine in lithium concentrate significantly affect the subsequent refining process, potentially reducing lithium recovery rates and impacting product quality. This study proposes a rapid method for the simultaneous determination of SiO₂, Al₂O₃, and F contents in lithium concentrate. Lithium concentrate samples were pretreated before fusion with sodium hydroxide-sodium peroxide mixture, followed by analysis using the silicomolybdenum blue spectrophotometric method, complexometric titration, and ion-selective electrode method. The effects of flux selection, fusion temperature and duration, and acidity on the determination results were investigated. The test shows that when using the sodium hydroxide-sodium peroxide mixed flux, with a fusion temperature of 700 °C, fusion time of 15 min, and adding 20 mL of hydrochloric acid, the sample is completely dissolved. The relative standard deviations (*RSD*, *n*=7) of SiO₂, Al₂O₃, and F using the method were 0.53 %-0.57 %, 0.37 %-0.64 %, and 0.31 %-1.18 %, respectively, meeting the requirements of the GB/T 32465—2015 Requirement for Verification & Validation of Detection Methods and Internal Quality Control on Chemical Analysis for *RSD*, and the results are consistent with 3 industrial standard methods. The method can be applied to the simultaneous and rapid analysis of SiO₂, Al₂O₃, and F contents in lithium concentrate.

Keywords: lithium concentrate; silicomolybdenum blue spectrophotometric method; complexometric titration; ion-selective electrode method; simultaneous determination; rapid determination