



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23853—2009

---

## 卤水碳酸锂

Lithium carbonate made of brine

2009-05-18 发布

2010-02-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准起草单位:中海油天津化工研究设计院、青海中信国安科技发展有限公司。

本标准主要起草人:杨建元、王彦、李宏灿、李勇、谭丽岭、董锐。

本标准为首次发布。

# 卤 水 碳 酸 锂

## 1 范围

本标准规定了卤水碳酸锂的要求、试验方法、检验规则及标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于卤水碳酸锂。该产品主要用于玻璃制造、陶瓷生产、锂电池生产,及制冷、焊接、锂合金和冶金连铸等领域。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款,凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版本均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志(ISO 780:1997,MOD)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法(ISO 6685:1982,IDT)

GB/T 3051—2000 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法(neq ISO 5790:1979)

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用试剂及制品的制备

## 3 分子式和相对分子质量

分子式: $\text{Li}_2\text{CO}_3$

相对分子质量:73.89(按2007年国际相对原子质量)

## 4 要求

4.1 外观:白色粉末,具有流动性,无可见夹杂物。

4.2 卤水碳酸锂应符合表1要求:

表 1 要求

| 项 目                                         |        | 指 标     |         |         |
|---------------------------------------------|--------|---------|---------|---------|
|                                             |        | 优等品     | 一等品     | 合格品     |
| 碳酸锂( $\text{Li}_2\text{CO}_3$ )(干基计) $w/\%$ | $\geq$ | 99.2    | 99.0    | 98.5    |
| 钠(Na) $w/\%$                                | $\leq$ | 0.10    | 0.15    | 0.20    |
| 钾(K) $w/\%$                                 | $\leq$ | 0.003 0 | 0.004 0 | 0.008 0 |
| 铁(Fe) $w/\%$                                | $\leq$ | 0.001 5 | 0.003 5 | 0.007 0 |
| 钙(Ca) $w/\%$                                | $\leq$ | 0.025   | 0.035   | 0.070   |
| 镁(Mg) $w/\%$                                | $\leq$ | 0.015   | 0.035   | 0.050   |

表 1 (续)

| 项 目                              | 指 标          |       |       |
|----------------------------------|--------------|-------|-------|
|                                  | 优等品          | 一等品   | 合格品   |
| 硼(B) $w/\%$                      | $\leq 0.006$ | 0.012 | 0.018 |
| 硫酸根( $\text{SO}_4^{2-}$ ) $w/\%$ | $\leq 0.20$  | 0.35  | 0.50  |
| 氯化物(以 Cl 计) $w/\%$               | $\leq 0.05$  | 0.08  | 0.10  |
| 盐酸不溶物 $w/\%$                     | $\leq 0.005$ | 0.015 | 0.050 |
| 干燥减量 $w/\%$                      | $\leq 0.5$   | 0.6   | 0.8   |

5 试验方法

5.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒害性和腐蚀性,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

5.2 一般规定

本标准所用试剂和水,除 5.6、5.7、5.8、5.9 和 5.10 所用试剂和水均指优级纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的二级水外,其他章节在没有另注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

5.3 锂离子的鉴别试验

5.3.1 试剂

- 5.3.1.1 盐酸溶液:1+4。
- 5.3.1.2 氢氧化钾溶液:5.7 g 氢氧化钾溶于 100 mL 不含二氧化碳的水中。此溶液现配现用。
- 5.3.1.3 氯化铁溶液:10%。
- 5.3.1.4 碱金属高碘酸铁溶液:将 2 g 高碘酸钾溶于 10 mL 氢氧化钾溶液中,用水稀释至 50 mL,加入 3 mL 氯化铁溶液,搅拌均匀后用氢氧化钾稀释至 100 mL。
- 5.3.1.5 氯化钠饱和溶液。

5.3.2 鉴别步骤

5.3.2.1 试验溶液的制备

称取 2 g 试样置于 200 mL 烧杯中,加水润湿,滴加盐酸溶液至试样刚好溶解,稀释至约 50 mL。

5.3.2.2 鉴别

于表面皿上滴一滴试验溶液,然后在其上滴加一滴氯化钠饱和溶液、2 滴碱金属高碘酸铁溶液,将其在酒精灯或其他安全热源上加热至 45℃~50℃保持 15 s~20 s,与空白试验对比,溶液应呈黄白色浑浊状。同时做空白试验:除不加试样溶液外,其他加入的试剂量与试验处理完全相同。

5.4 外观检验

在自然光下用目视法判别。

5.5 碳酸锂含量的测定

5.5.1 方法提要

试样溶于一定量水中,以甲基红-溴甲酚绿为指示剂,用盐酸标准滴定溶液滴定试料的总碱度,以消耗盐酸标准滴定溶液的体积计算碳酸锂的含量,再扣除试样中钙换算为碳酸锂的含量。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})$ 约为 0.5 mol/L。

5.5.2.2 溴甲酚绿-甲基红混合指示液。

5.5.2.3 无二氧化碳的水。

### 5.5.3 仪器、设备

电热恒温干燥箱:温度能控制在 250 ℃~260 ℃。

### 5.5.4 分析步骤

称取约 0.6 g 已于 250 ℃~260 ℃下在电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定的试样,精确到 0.000 2 g,置于锥形瓶中,加入 50 mL 无二氧化碳的水,加 10 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色,煮沸 2 min,冷却后继续滴定至暗红色为终点。同时做空白试验。

空白试验除不加试样外,其他操作及加入试剂的量(标准滴定溶液除外)与测定试验相同。

### 5.5.5 结果计算

碳酸锂以碳酸锂( $\text{Li}_2\text{CO}_3$ )的质量分数  $w_1$  计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c[(V_1 - V_0)/1\,000]M}{m} \times 100 - w_5 \times 1.844 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$c$ ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_1$ ——滴定试样溶液所消耗盐酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——空白试验滴定所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g);

$M$ ——碳酸锂( $\frac{1}{2}\text{Li}_2\text{CO}_3$ )的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=36.94$ );

$w_5$ ——按 5.9 测得的钙的质量分数,数值以%表示;

1.844——钙换算为碳酸锂的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

## 5.6 钠含量的测定

### 5.6.1 火焰原子发射光谱法(仲裁法)

#### 5.6.1.1 方法提要

在酸性条件下,用氯化铯作为电离缓冲剂,于火焰发射光谱仪波长 589.0 nm 处,用空气-乙炔火焰,进行钠的测定。

#### 5.6.1.2 试剂

5.6.1.2.1 硝酸溶液:1+1。

5.6.1.2.2 钠标准溶液:1 mL 溶液含钠(Na)1 mg。

5.6.1.2.3 氯化铯溶液:10 g/L。

称取 1 g 氯化铯(光谱纯),置于 100 mL 烧杯中,加适量的水使其溶解完全,用水稀释至 100 mL,摇匀。贮存于塑料瓶中。

5.6.1.2.4 乙炔:高纯。

#### 5.6.1.3 仪器、设备

火焰分光光度计。

#### 5.6.1.4 分析步骤

##### 5.6.1.4.1 工作曲线溶液的配制

于 5 个 100 mL 容量瓶中,按表 2 分别移取钠标准溶液,再分别加入 1 mL 硝酸溶液、3 mL 氯化铯溶液,稀释至刻度,摇匀。

表 2 工作曲线溶液

| 编 号                 | 1 | 2     | 3     | 4     | 5     |
|---------------------|---|-------|-------|-------|-------|
| 钠标准溶液体积/mL          | 0 | 1.00  | 2.00  | 3.00  | 5.00  |
| 工作曲线溶液中钠的浓度/(mg/mL) | 0 | 0.010 | 0.020 | 0.030 | 0.050 |

5.6.1.4.2 试样溶液 A 的制备

称取约 2 g 试样,精确至 0.01 g,置于烧杯中,用适量水润湿,加盖表面皿后缓慢滴加硝酸溶液,滴至试样完全溶解后再过量 1 mL,完全转移至 100 mL 容量瓶中,加入 3 mL 氯化铯溶液,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,用于火焰原子发射光谱法钠含量和钾含量的测定。同时制备空白试验溶液,空白试验溶液除不加试样外,其他操作及加入试剂的量与试验溶液相同。

5.6.1.4.3 工作曲线的绘制

用火焰分光光度计,于波长 589.0 nm,用空气-乙炔氧化性火焰,空白试验溶液调零,然后测定试样溶液和工作曲线系列溶液的发射强度,以工作曲线溶液中钠的浓度(mg/mL)为横坐标,对应的发射强度为纵坐标绘制工作曲线。

5.6.1.5 结果计算

钠含量以钠(Na)的质量分数  $w_2$  计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{c \times 100 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$c$ ——从工作曲线上查得试验溶液 A 中钠的浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

5.6.2 原子吸收光谱法

5.6.2.1 方法提要

在酸性条件下,用氯化铯作电离缓冲剂,用原子吸收分光光度计于 589.0 nm 波长处,用空气-乙炔火焰,工作曲线法,测定溶液中的钠含量。

5.6.2.2 试剂

同本标准的 5.6.1.2。

钠标准溶液:1 mL 溶液含钠(Na)0.10 mg;

配制:用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钠标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.6.2.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计。

5.6.2.4 分析步骤

5.6.2.4.1 试验溶液的制备

称取约 0.8 g 试样,精确至 0.01 g,置于烧杯中,用适量水润湿,加盖表面皿后缓慢滴加硝酸溶液,滴至试样完全溶解后再过量 2 mL,完全转移至 100 mL 容量瓶中,加入 3 mL 氯化铯溶液,用水稀释至刻度,摇匀。同时制备空白试验溶液,空白试验溶液除不加试样外,其他操作及加入试剂的量与试验溶液相同。

5.6.2.4.2 测定

用原子吸收分光光度计,于波长 589.0 nm 处,用空气-乙炔氧化性火焰,用水调零,测定试验溶液和空白试验溶液的吸光度。

## 5.6.2.4.3 工作曲线的绘制

于5个100 mL容量瓶中,按表3分别移取钠标准溶液,再分别加入1 mL硝酸溶液、3 mL氯化铯溶液,稀释至刻度,摇匀。用原子吸收分光光度计,于波长589.0 nm处,用空气-乙炔氧化性火焰,用水调零,测定工作曲线各溶液的吸光度,从各溶液的吸光度中减去编号:1溶液的吸光度,以各溶液的钠的浓度(mg/mL)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

表3 工作曲线溶液

| 编 号                | 1 | 2     | 3     | 4     | 5     |
|--------------------|---|-------|-------|-------|-------|
| 钠标准溶液体积/mL         | 0 | 2.00  | 6.00  | 12.00 | 20.00 |
| 工作曲线溶液钠的浓度/(mg/mL) | 0 | 0.002 | 0.006 | 0.012 | 0.020 |

## 5.6.2.5 结果计算

钠含量以钠(Na)的质量分数 $w_2$ 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{(c_1 - c_0) \times 100 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$c_1$ ——从工作曲线上查得试验溶液中钠的浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$c_0$ ——从工作曲线上查得空白试验溶液中钠的浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.02%。

## 5.7 钾含量的测定

## 5.7.1 火焰原子发射光谱法(仲裁法)

## 5.7.1.1 方法提要

在酸性条件下,用氯化铯作为电离缓冲剂,用火焰发射光谱仪于波长766.5 nm处,用空气-乙炔火焰,进行钾的测定。

## 5.7.1.2 试剂

## 5.7.1.2.1 硝酸溶液:1+1。

## 5.7.1.2.2 钾标准溶液:1 mL溶液含钾(K)0.010 mg。

配制:用移液管移取1 mL按HG/T 3696.2配制的钾标准溶液置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

## 5.7.1.2.3 氯化铯溶液:10 g/L。

称取1 g氯化铯(光谱纯),置于100 mL烧杯中,加适量的水使其溶解完全,用水稀释至100 mL,摇匀。贮存于塑料瓶中。

## 5.7.1.2.4 乙炔:高纯。

## 5.7.1.3 仪器、设备

火焰分光光度计。

## 5.7.1.4 分析步骤

## 5.7.1.4.1 工作曲线溶液的配制

于5个100 mL容量瓶中,按表4分别移取钾标准溶液,再分别加入1 mL硝酸溶液、3 mL氯化铯溶液,稀释至刻度,摇匀。

表4 工作曲线溶液

| 编 号                 | 1 | 2                  | 3                  | 4                  | 5                    |
|---------------------|---|--------------------|--------------------|--------------------|----------------------|
| 钾标准溶液体积/mL          | 0 | 2.00               | 4.00               | 8.00               | 16.00                |
| 工作曲线溶液的钾的浓度/(mg/mL) | 0 | $2 \times 10^{-4}$ | $4 \times 10^{-4}$ | $8 \times 10^{-4}$ | $1.6 \times 10^{-3}$ |

## 5.7.1.4.2 工作曲线的绘制及试验溶液的测定

用火焰分光光度计,于波长 766.5 nm 处,用空气-乙炔氧化性火焰,空白试验溶液(5.6.1.4.2)调零,然后平行测定试样溶液 A(5.6.1.4.2)和工作曲线系列溶液的发射强度,以工作曲线溶液中钾的浓度(mg/mL)为横坐标,对应的发射强度为纵坐标绘制工作曲线。

## 5.7.1.5 结果计算

钾含量以钾(K)的质量分数  $w_3$  计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{c \times 100 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$c$ ——从工作曲线上查得试验溶液中钾的浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 5%。

## 5.7.2 原子吸收光谱法

## 5.7.2.1 方法提要

在酸性条件下,用氯化铯作电离缓冲剂,用原子吸收分光光度计于 766.5 nm 波长处,用空气-乙炔火焰,工作曲线法,测定溶液中的钾含量。

## 5.7.2.2 试剂

同本标准的第 5.7.1.2 条。

## 5.7.2.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计。

## 5.7.2.4 分析步骤

## 5.7.2.4.1 测定

用原子吸收分光光度计,于波长 766.5 nm 处,用空气-乙炔氧化性火焰,用水调零,测定试样溶液 A(5.6.1.4.2)和空白试验溶液(5.6.1.4.2)的吸光度。

## 5.7.2.4.2 工作曲线的绘制

于 5 个 100 mL 容量瓶中,按表 4 分别移取钾标准溶液,再分别加入 1 mL 硝酸溶液、3 mL 氯化铯溶液,稀释至刻度,摇匀。用原子吸收分光光度计,于波长 766.5 nm 处,用空气-乙炔氧化性火焰,用水调零,测定工作曲线各溶液的吸光度,从各溶液的吸光度中减去编号:1 溶液的吸光度,以各溶液的钾的浓度(mg/mL)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

## 5.7.2.5 结果计算

同本标准的 5.7.1.5。

## 5.8 铁含量的测定

## 5.8.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

## 5.8.2 试剂

同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

## 5.8.3 仪器、设备

同 GB/T 3049—2006 第 5 章。

## 5.8.4 分析步骤

## 5.8.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 的 6.3 操作,选用 4 cm 或 5 cm 吸收池及对应的铁标准溶液用量,绘制工作曲线。

#### 5.8.4.2 试验溶液 B 的制备

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于烧杯中,用适量水润湿,加盖表面皿后缓慢滴加盐酸溶液 (1+1)使试样溶解后再过量 5 mL,加热至沸,保持微沸 1 min。待试验溶液冷却至室温,完全转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液为试验溶液 B,用于铁含量、钙含量、镁含量的测定。

#### 5.8.4.3 测定

移取 25 mL 试验溶液 B 于 100 mL 容量瓶中,然后按照 GB/T 3049—2006 的 6.4 操作。

#### 5.8.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数  $w_4$  计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times 25/250} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的被测试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m_0$ ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——试样质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 2%。

### 5.9 钙含量的测定

#### 5.9.1 方法提要

在酸性条件下,采用原子吸收分光光度法在 422.7 nm 波长下测定溶液中的钙含量。

#### 5.9.2 试剂

5.9.2.1 镧盐溶液:称取 15.9 g 氯化镧( $\text{LaCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ),置于 100 mL 烧杯中,滴加盐酸溶液使其溶解(必要时加热),完全移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.9.2.2 柠檬酸溶液:10%。

5.9.2.3 钙标准溶液:1 mL 溶液含钙(Ca)0.10 mg。

配制:用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钙标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.9.2.4 乙炔:高纯。

#### 5.9.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计。

#### 5.9.4 分析步骤

于 5 个 100 mL 容量瓶中,按表 5 分别移取试样溶液 B(5.8.4.2)和钙标准溶液,再分别加入 2 mL 镧盐溶液、10 mL 柠檬酸溶液,稀释至刻度,摇匀。用原子吸收分光光度计测定各溶液的吸光度,以各工作曲线溶液中钙的浓度(mg/mL)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线,将曲线延长至与横坐标轴相交,该交点的坐标为被测试验溶液中的钙浓度。

表 5 工作曲线溶液

| 编 号                | 1  | 2                  | 3                  | 4                  |
|--------------------|----|--------------------|--------------------|--------------------|
| 试样溶液 B 的体积/mL      | 10 | 10                 | 10                 | 10                 |
| 钙标准溶液体积/mL         | 0  | 1.00               | 2.00               | 3.00               |
| 工作曲线溶液钙的浓度/(mg/mL) | 0  | $1 \times 10^{-3}$ | $2 \times 10^{-3}$ | $3 \times 10^{-3}$ |

#### 5.9.5 结果计算

钙含量以钙(Ca)的质量分数  $w_5$  计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_5 = \frac{c \times 100 \times 10^{-3}}{m \times 10/250} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

$c$ ——从工作曲线上查得被测试验溶液中钙的浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m$ ——5.8.4.2条中称取的试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.005%。

5.10 镁含量的测定

5.10.1 方法提要

在酸性条件下,采用原子吸收分光光度法在285.2 nm波长下测定溶液中的镁含量。

5.10.2 试剂

5.10.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.10.2.2 镧盐溶液:同本标准的5.9.2.2。

5.10.2.3 锶盐溶液:称取60.4 g硝酸锶[ $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ ],置于250 mL烧杯中,用水溶解,移入500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.10.2.4 镁标准溶液贮备液:1 mL溶液含镁(Mg)0.10 mg。

配制:用移液管移取10 mL按HG/T 3696.2配制的镁标准溶液置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.10.2.5 镁标准使用溶液:1 mL溶液含镁(Mg)0.010 mg;

配制:用移液管移取10.00 mL镁标准溶液贮备液置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.10.2.6 乙炔:高纯。

5.10.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计。

5.10.4 分析步骤

5.10.4.1 测定

移取5 mL试验溶液B(5.8.4.2)于100 mL容量瓶中,加入1 mL盐酸溶液,2 mL镧盐溶液,2 mL锶盐溶液,用水稀释至刻度,摇匀。同时制备空白试验溶液,空白试验溶液除不加试样外,其他操作及加入试剂的量与试验溶液相同。用原子吸收分光光度计,波长285.2 nm,用空气-乙炔氧化性火焰,用水调零,测定试样溶液和空白试验溶液的吸光度。

5.10.4.2 工作曲线的绘制

于5个50 mL容量瓶中,按表6移取镁标准溶液,再分别加入1 mL盐酸溶液、2 mL镧盐溶液,2 mL锶盐溶液,用水稀释至刻度,摇匀。用原子吸收分光光度计,波长285.2 nm,用空气-乙炔氧化性火焰,用水调零,测定各工作曲线溶液的吸光度,从各溶液的吸光度中减去编号:1溶液的吸光度,以各溶液的镁的浓度(mg/mL)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

表6 工作曲线溶液

| 编 号                | 1 | 2                  | 3                  | 4                  | 5                    |
|--------------------|---|--------------------|--------------------|--------------------|----------------------|
| 镁标准溶液体积/mL         | 0 | 1.00               | 2.00               | 3.00               | 6.00                 |
| 工作曲线溶液镁的浓度/(mg/mL) | 0 | $2 \times 10^{-4}$ | $4 \times 10^{-4}$ | $6 \times 10^{-4}$ | $1.2 \times 10^{-3}$ |

5.10.5 结果计算

镁含量以镁(Mg)的质量分数 $w_6$ 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_6 = \frac{(c_1 - c_0) \times 100 \times 10^{-3}}{m \times 5/250} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

$c_1$ ——从工作曲线上查得被测试验溶液中镁的浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$c_0$ ——从工作曲线上查得空白试验溶液中镁的浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m$ ——5.8.4.2 中称取试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.005%。

## 5.11 硼含量的测定

### 5.11.1 方法提要

利用氟硼酸根离子选择性电极,以工作曲线法测定试样中的硼含量。

### 5.11.2 试剂

5.11.2.1 硫酸溶液:1+2。

5.11.2.2 溴甲酚绿指示液:1 g/L。

5.11.2.3 氟硼酸钠溶液:0.01 mol/L。

配制:称取 1.1 g 氟硼酸钠,溶于水,转移至 1 000 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

5.11.2.4 硫酸钠溶液:0.4 mol/L。

配制:称取 56.82 g 已于 100 ℃干燥 2 h 的硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ),溶于水,转移至 1 000 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

5.11.2.5 氟化钠溶液:1 mol/L。

配制:称取于 42 g 氟化钠( $\text{NaF}$ ),溶于水,转移至 1 000 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

5.11.2.6 氢氧化钠溶液:20%。

5.11.2.7 硼标准溶液:1 mL 溶液含硼(B)0.10 mg。

配制:用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硼标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

5.11.2.8 水:去离子水。

### 5.11.3 仪器、设备

5.11.3.1 氟硼酸根离子选择性电极:使用前用氟硼酸钠溶液活化 12 h 后,用去离子水清洗至电位达 300 mV 左右。

5.11.3.2 饱和甘汞电极。

5.11.3.3 电位计:精度为 2 mV。

### 5.11.4 分析步骤

#### 5.11.4.1 测定

称取约 2 g 试样,精确至 0.01 g,置于聚乙烯烧杯中,用适量水润湿。加盖表面皿后缓慢滴加 5 mL 硫酸溶液,1 mL 氟化钠溶液,置于沸水浴中浸泡加热 5 min,取下冷却。加 1 滴溴甲酚绿指示液,用氢氧化钠溶液调至溶液的颜色黄中带绿( $\text{pH} \approx 4$ ),将溶液完全转移至 50 mL 容量瓶中,加入 25 mL 硫酸钠溶液,用水稀释至刻度,摇匀,再转移至聚乙烯烧杯中测定溶液的电位值  $E_{\text{样}}$  (mV)。

#### 5.11.4.2 工作曲线的绘制

于 4 个 50 mL 聚乙烯烧杯中,按表 7 分别移取硼标准溶液,再分别加入 3 mL 硫酸溶液,1 mL 氟化钠溶液,置于沸水浴中浸泡加热 5 min,取下冷却。加 1 滴溴甲酚绿指示液,用氢氧化钠溶液调至溶液的颜色黄中带绿( $\text{pH} \approx 4$ ),将溶液完全转移至 50 mL 容量瓶中,加入 25 mL 硫酸钠溶液,用水稀释至刻度,摇匀,再转移至聚乙烯烧杯中测定各溶液的电位值  $E$  (mV)。以各工作曲线溶液中硼的浓度 (mg/mL) 为横坐标,对应的电位值 (mV) 为纵坐标,用对数坐标纸值绘制工作曲线。

表 7 工作曲线溶液

| 容量瓶编号              | 1                  | 2                  | 3                   | 4                   |
|--------------------|--------------------|--------------------|---------------------|---------------------|
| 硼标准溶液体积/mL         | 0.50               | 1.00               | 5.00                | 10.00               |
| 工作曲线溶液硼的浓度/(mg/mL) | $1 \times 10^{-3}$ | $2 \times 10^{-3}$ | $10 \times 10^{-3}$ | $20 \times 10^{-3}$ |

## 5.11.5 结果计算

硼含量以硼(B)的质量分数  $w_7$  计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_7 = \frac{c \times 50 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

$c$ ——从工作曲线上查得试验溶液中硼的浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.002%。

## 5.12 硫酸盐含量的测定

## 5.12.1 方法提要

在酸性介质中,硫酸根离子与钡离子生成难溶的硫酸钡。当硫酸根离子含量较低时,在一定时间内硫酸钡呈悬浮体,使溶液混浊,采用目视比浊法判定试样溶液与标准比浊溶液的浊度,获得测定结果。

## 5.12.2 试剂和材料

5.12.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.12.2.2 丙三醇-氯化钠-盐酸混合试剂:

配制:12 g 氯化钠溶于 40 mL 水中,加入 1 mL 盐酸用丙三醇稀释至 100 mL,混合均匀。若丙三醇带有黄色,应预先用活性炭处理去色。

5.12.2.3 氯化钡溶液:250 g/L。

5.12.2.4 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸盐( $\text{SO}_4$ )0.10 mg;

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.12.2.5 定性滤纸:中速。

## 5.12.3 分析步骤

称取约  $2.5 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$  试样,置于烧杯中,用适量水润湿,加盖表面皿后缓慢滴加盐酸溶液,滴至试样完全溶解后,加入约 10 mL 水后加热至沸,冷却,完全转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。溶液静止后用中速定性滤纸干过滤,弃去 10 mL 的前滤液,用移液管移取 10 mL 滤液,置于 50 mL 比色管中,加水至约 40 mL,加 1 mL 盐酸溶液,10 mL 丙三醇-氯化钠-盐酸混合试剂,摇匀后边摇动边滴加 3 mL 氯化钡溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 5 min,所呈浊度不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的配制:用移液管移取 2 mL(优等品)、3.5 mL(一等品)、5 mL(合格品)硫酸盐标准溶液,与试样溶液同时同样处理。

## 5.13 氯化物含量的测定

## 5.13.1 汞量法(仲裁法)

## 5.13.1.1 方法提要

见 GB/T 3051—2000 第 3 章。

## 5.13.1.2 试剂和材料

5.13.1.2.1 硝酸溶液:1+1。

5.13.1.2.2 硝酸溶液:1+7。

5.13.1.2.3 氢氧化钠(优级纯)溶液:40 g/L。

5.13.1.2.4 硝酸汞标准滴定溶液: $c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}] \approx 0.005 \text{ mol/L}$ 。

5.13.1.2.5 溴酚蓝指示液:1 g/L。

5.13.1.2.6 二苯偶氮碳酰肼指示液:5 g/L。

## 5.13.1.3 仪器、设备

滴定管:分度值为 0.01 mL。

## 5.13.1.4 分析步骤

## 5.13.1.4.1 试样的测定

称取约 3 g 试样,精确到 0.01 g,置于 250 mL 锥形瓶中,用水润湿后缓慢滴加硝酸溶液(5.13.1.2.1)至试样完全溶解。加入 40 mL 水,加 2 滴溴酚蓝指示液,滴加硝酸溶液(5.13.1.2.2)中和至黄色后,再滴加氢氧化钠溶液至呈蓝色,再用硝酸溶液(5.13.1.2.2)调至恰呈黄色再过量 2 滴~3 滴,加入 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液,用硝酸汞标准滴定溶液滴定至由黄色变为与空白试验溶液相同的紫红色即为终点。

## 5.13.1.4.2 空白试验

在 250 mL 锥形瓶中加入 40 mL 水、加入与处理试样时相同体积的氢氧化钠溶液,2 滴溴酚蓝指示液,滴加硝酸溶液(5.12.1.2.2)至溶液由蓝色恰变黄色,再过量 2 滴~3 滴。加入 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液,用硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为紫红色,记录所用硝酸汞标准滴定溶液的体积。

将滴定后的含汞废液集中保存起来,按 GB/T 3051—2000 附录 D 规定进行处理。

## 5.13.1.5 结果计算

氯化物含量以氯(Cl)的质量分数  $w_8$  计,数值以 % 表示,按式(9)计算:

$$w_8 = \frac{c[(V - V_0)/1\,000]M}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

$c$ ——硝酸汞标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$V$ ——滴定所消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——参比溶液制备中所消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g);

$M$ ——氯(Cl)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=35.45$ )。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

## 5.13.2 目视比浊法

## 5.13.2.1 方法提要

在酸性介质中,氯离子与银离子生成难溶的氯化银,当氯离子含量较低时,在一定时间内氯化银呈悬浮体,使溶液混浊,采用目视比浊法判定试样溶液与标准比浊溶液的浊度,获得测定结果。

## 5.13.2.2 试剂和材料

5.13.2.2.1 硝酸溶液:1+4。

5.13.2.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

5.13.2.2.3 氯化物标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.010 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯化物标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

## 5.13.2.3 分析步骤

称取约  $2.5 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$  试样,置于烧杯中,用适量水润湿,加盖表面皿后缓慢滴加 10 mL 硝酸溶液,加热至沸,冷却,完全转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 5 mL 试验溶液,置于 50 mL 比色管中,加水至约 40 mL,加 1 mL 硝酸溶液,1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 2 min,所呈浊度不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的配制:用移液管移取 2.5 mL(优等品)、4.0 mL(一等品)、5.0 mL(合格品)氯化物标准溶液,与试样溶液同时同样处理。

## 5.14 盐酸不溶物含量的测定

## 5.14.1 方法提要

称取一定量的试样溶于盐酸溶液,过滤后,残渣在一定温度条件下干燥至质量恒定,称量后,确定盐酸不溶物含量。

## 5.14.2 试剂

5.14.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.14.2.2 硝酸溶液:1+4。

5.14.2.3 硝酸银溶液:17 g/L。

5.14.2.4 甲基橙指示液:1 g/L。

## 5.14.3 仪器、设备

5.14.3.1 玻璃砂坩埚:5 μm~15 μm。

5.14.3.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105 ℃~110 ℃。

## 5.14.4 分析步骤

称取约 25 g 试样,精确至 0.02 g,置于 500 mL 烧杯中,加少量水润湿试样,加盖表面皿后滴 1 滴甲基橙指示液,然后滴加盐酸溶液至试液呈红色并过量 2 mL,然后加水至试液体积约为 200 mL。加热至沸腾 5 min,冷却后用预先在 105 ℃~110 ℃条件下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用水洗涤至滤液不含氯离子(用硝酸-硝酸银溶液检验),置于电热恒温干燥箱中,在 105 ℃~110 ℃条件下干燥至质量恒定。

## 5.14.5 结果计算

盐酸不溶物含量以质量分数  $w_9$  计,数值以 % 表示,按式(10)计算:

$$w_9 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

$m_1$ ——盐酸不溶物质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.003%。

## 5.15 干燥减量的测定

## 5.15.1 方法提要

试料在 250 ℃~260 ℃的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

## 5.15.2 仪器、设备

5.15.2.1 瓷坩埚。

5.15.2.2 电热恒温干燥箱或高温炉:温度能控制在 250 ℃~260 ℃。

## 5.15.3 分析步骤

用已于 250 ℃~260 ℃条件下干燥至质量恒定的瓷坩埚,称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于电热恒温干燥箱或高温炉中,在 250 ℃~260 ℃条件下干燥至质量恒定。

## 5.15.4 结果计算

干燥减量以质量分数  $w_{10}$  计,数值以 % 表示,按式(11)计算:

$$w_{10} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中:

$m_1$ ——干燥前试料和瓷坩埚质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——干燥后试料和瓷坩埚质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

## 6 检验规则

6.1 本标准采用型式检验和出厂检验。

6.1.1 表 1 中的全部项目为型式检验项目,在正常生产情况下,每月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时,也应进行型式检验。

- a) 更换关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产后恢复生产;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异。

6.1.2 表 1 中碳酸锂含量、钠含量、钾含量、铁含量、钙含量、镁含量、硫酸根含量、氯化物含量、盐酸不溶物及干燥减量为出厂检验项目,应逐批进行检验。

6.2 生产企业用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的同一级别的卤水碳酸锂为一批,每批产品不超过 10 t。

6.3 按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。每一包装为一包装单元。采样时,将采样器自包装袋的上方斜插入至料层深度的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后,按四分法缩分至不少于 500 g,分装于两个清洁干燥的瓶(袋)中,密封。瓶(袋)上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶(袋)作为实验室样品,另一瓶(袋)保存备查,保存时间由生产厂根据实际情况确定。

6.4 卤水碳酸锂应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验,生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

6.5 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的采样单元数的包装中采样复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格品。

6.6 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

## 7 标志、标签

7.1 卤水碳酸锂包装上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号(或生产日期)、本标准编号,GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的卤水碳酸锂都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号(或生产日期)、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

## 8 包装、运输、贮存

8.1 卤水碳酸锂采用以下包装方式。

8.1.1 塑料编织袋包装:内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口,或用与其相当的其他方式封口;外包装采用塑料编织袋,外袋用维尼龙绳或其他质量相当的线牢固缝口。或内外袋袋口对齐,折边缝合,用维尼龙绳或其他质量相当的线牢固缝口。每袋净含量为 25 kg、50 kg。

8.1.2 根据用户要求协商确定包装容量和方式。

8.2 卤水碳酸锂在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮。

8.3 卤水碳酸锂应贮存于阴凉干燥处,防止日晒、雨淋、受潮。

8.4 卤水碳酸锂在符合本标准规定的包装、运输、贮存条件下,自生产之日起保质期不少于 12 个月。