

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX—XXXX

粗碳酸锂化学分析方法
第5部分：氯离子含量的测定
氯化银比浊法

Methods for chemical analysis of crude lithium carbonate—
Part 5: Determination of chloride content—
Silver chloride nephelometry method

(报批稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

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。

本文件为YS/T XXXX《粗碳酸锂化学分析方法》的第5部分。YS/T XXXX已经发布了以下部分：

- 第1部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第2部分：镍、钴、锰、铜、铝、铁、钙、镁、钠、钾、铅、镉、铬、砷、磷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第3部分：氟离子含量的测定 离子选择性电极法；
- 第4部分：阴离子含量的测定 离子色谱法；
- 第5部分：氯离子含量的测定 氯化银比浊法；
- 第6部分：酸不溶物含量的测定 重量法。

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：广东邦普循环科技有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、广东佳纳能源科技有限公司、北矿检测技术有限公司、衢州华友钴新材料有限公司、深圳海关工业品检测技术中心、江西赣锋锂业股份有限公司、湖南邦普循环科技有限公司、金驰能源材料有限公司、浙江华友钴业股份有限公司。

本文件主要起草人：余海军、唐红辉、蔡罗蓉、陈希文、张力久、李甜、陈珍华、冯焕村、周航、阮桂色、惠升、徐建青、吴景武、冯均利、黄爱红、陈丽青、王皓、韩忠彬、张帆、徐金玲、谢柏华、高娟亚。

引 言

粗碳酸锂是由含锂矿物、锂离子电池废料及其他含锂物料加工回收得到的湿法冶炼中间产品，主要用于生产电池级碳酸锂、氢氧化锂等锂盐。粗碳酸锂中碳酸锂、镍、钴、锰、铜、铝、铁、钙、镁、钠、钾、铅、镉、铬、砷、磷、氟离子、氯离子、硫酸根等含量直接影响粗碳酸锂产品的品质，也对下游锂盐加工企业的生产工艺具有影响。准确测定粗碳酸锂产品的化学成分是开展产品贸易的基础，也可为下游加工企业提供数据支撑。因此，建立一套针对粗碳酸锂化学成分的分析方法标准是十分必要的。

YS/T XXXX《粗碳酸锂化学分析方法》由六个部分构成。

- 第1部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于确立锂含量的测定方法。
- 第2部分：镍、钴、锰、铜、铝、铁、钙、镁、钠、钾、铅、镉、铬、砷、磷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立杂质元素含量的测定方法。
- 第3部分：氟离子含量的测定 离子选择性电极法。目的在于确立氟离子含量的测定方法。
- 第4部分：阴离子含量的测定 离子色谱法。目的在于确立阴离子含量的测定方法。
- 第5部分：氯离子含量的测定 氯化银比浊法。目的在于确立氯离子含量的测定方法。
- 第6部分：酸不溶物含量的测定 重量法。目的在于确立酸不溶物含量的测定方法。

本文件的目的在于规范粗碳酸锂中氯离子含量的测试方法及其精密度。氯化银比浊法具有检测成本低、操作简便、测量范围宽、灵敏度高等优点，被广泛应用于氯离子含量的测定。本文件的制定为科学、准确的测定粗碳酸锂的氯离子含量提供了依据，对于提高粗碳酸锂产品质量、促进粗碳酸锂产业化发展及减少供需双方之间因检测误差造成的商业纠纷具有重要作用。

粗碳酸锂化学分析方法

第5部分：氯离子含量的测定

氯化银比浊法

1 范围

本文件规定了粗碳酸锂中氯离子含量的测定方法。

本文件适用于粗碳酸锂中氯离子含量的测定。测定范围：0.050 %~1.00 %。

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

GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

YS/T 1552 粗碳酸锂

3 术语和定义

GB/T 17433界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

试料用硝酸、过氧化氢溶解，加入硝酸银形成悬浊液，于420 nm处测量吸光度，扣除试剂空白，从工作曲线查得氯离子的质量浓度，计算氯离子含量。

5 试剂和材料

除非另有说明，本文件所用试剂均为分析纯及以上纯度的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，三级。

5.2 过氧化氢（质量分数为30%）。

5.3 硝酸（1+1）。

5.4 硝酸银溶液（20 g/L）：称取2 g硝酸银溶解于80 mL水中，加入1 mL硝酸（5.3），定容至100 mL。如有浑浊则过滤使用，储存于棕色瓶中。

5.5 氯离子标准贮存溶液：称取 1.648 5 g 氯化钠 [$w(\text{NaCl}) \geq 99.99\%$ ，预先在 500 °C ~ 600 °C 灼烧至恒重并置于干燥器中冷却至室温] 于 250 mL 烧杯中，以水溶解，移入 1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1mg 氯离子。

5.6 氯离子标准溶液 A：移取 10.00 mL 氯离子标准贮存溶液（5.5）于 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 氯离子。

5.7 氯离子标准溶液 B：移取 20.00 mL 氯离子标准溶液 A（5.6）于 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 氯离子。

6 仪器设备

分光光度计，附相应量程比色皿。

7 样品

7.1 按 YS/T 1552 的要求进行取样与制样。

7.2 样品分析前应在 250 °C ~ 260 °C 烘干 2 h，取出，稍冷后研磨，于 250 °C ~ 260 °C 再烘干 1 h，置于干燥器中冷却至室温后称取。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.50 g (m) 样品（7），精确至 0.000 1 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 100 mL 烧杯中，用少量水润湿，缓慢加入 5 mL 硝酸（5.3）、4~5 滴过氧化氢（5.2），待试料（8.1）溶解完全，按表 1 移入容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。干过滤。按表 1 分取试液 2 份分别置于两个 50 mL (V_3) 容量瓶中。

表 1 定容体积、分取体积表

w_{Cl^-} %	定容体积 (V_1) mL	分取试液体积 (V_2) mL
0.050~0.20	100	10.00
>0.20~1.00	250	5.00

8.4.2 一份溶液加入 5 mL 硝酸（5.3），以水稀释至刻度，混匀后作为空白溶液。于暗处放置 10 min。

8.4.3 另一份溶液加入 5 mL 硝酸 (5.3)、1 mL 硝酸银溶液 (5.4)，以水稀释至刻度，混匀。于暗处放置 10 min。

8.4.4 移取部分溶液 (8.3、8.4.2 和 8.4.3) 于比色皿中，以水为参比，随同标准系列溶液于分光光度计波长 420 nm 处测量吸光度。待测样品溶液 (8.4.3) 吸光度减去空白溶液 (8.4.2) 吸光度即为实际样品吸光度，从工作曲线上查得待测试液中氯离子的质量浓度 (ρ) 和空白试液中氯离子的质量浓度 (ρ_0)。溶液保证 50 min 内完成测定。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 氯离子标准溶液 B (5.7)，分别置于 6 个 50 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸 (5.3)、1 mL 硝酸银溶液 (5.4)，以水稀释至刻度，混匀。于暗处放置 10 min。

8.5.2 移取部分溶液于比色皿中，以水为参比，于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度。以氯离子质量浓度为横坐标，对应的吸光度 (减去“零”溶液的吸光度) 为纵坐标，绘制工作曲线。

9 试验数据处理

氯离子含量以氯离子的质量分数 w_{Cl^-} 计，按公式 (1) 计算：

$$w_{\text{Cl}^-} = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V_1 \cdot V_3 \times 10^{-6}}{m \cdot V_2} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

ρ ——自工作曲线上查得试液中氯离子的质量浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

ρ_0 ——自工作曲线上查得空白试液中氯离子的质量浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

V_1 ——试液定容的体积，单位为毫升 (mL)；

V_3 ——分取试液后定容的体积，单位为毫升 (mL)；

m ——样品的质量的数值，单位为克 (g)；

V_2 ——分取试液体积，单位为毫升 (mL)。

当 $w_{\text{Cl}^-} \geq 0.10\%$ 时表示到小数点后两位，当 $w_{\text{Cl}^-} < 0.10\%$ 时表示到小数点后三位，按 GB/T 8170 的规定进行修约。

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 2 给出的平均值范围内，这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 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 重复性限

$w_{\text{Cl}^-} / \%$	0.053	0.11	0.25	0.54	0.93
$r / \%$	0.007	0.02	0.03	0.04	0.05

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 3 给出的平均值范围内，这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 3 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3 再现性限

$w_{ci}/\%$	0.053	0.11	0.25	0.54	0.93
$R/\%$	0.014	0.03	0.05	0.08	0.10

11 试验报告

试验报告应包含以下几个方面的内容：

- 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 2021 年由 10 家实验室对 5 个不同水平的样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的样品在重复性条件下独立测定 11 次或 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	水平	w/% (n=11)										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	0.054	0.053	0.049	0.049	0.051	0.053	0.049	0.054	0.055	0.054	0.054
	2	0.104	0.109	0.106	0.107	0.106	0.103	0.099	0.102	0.104	0.106	0.104
	3	0.255	0.256	0.245	0.244	0.233	0.244	0.244	0.255	0.245	0.243	0.255
	4	0.534	0.523	0.519	0.515	0.518	0.531	0.505	0.526	0.506	0.506	0.524
	5	0.950	0.946	0.935	0.930	0.943	0.949	0.953	0.959	0.946	0.942	0.938
2	1	0.048	0.049	0.048	0.049	0.049	0.047	0.046	0.046	0.049	0.047	0.048
	2	0.119	0.118	0.122	0.122	0.120	0.120	0.121	0.117	0.119	0.118	0.121
	3	0.297	0.293	0.295	0.297	0.287	0.289	0.292	0.292	0.289	0.291	0.288
	4	0.604	0.597	0.605	0.607	0.606	0.599	0.604	0.608	0.595	0.606	0.605
	5	0.949	0.959	0.958	0.949	0.946	0.941	0.943	0.947	0.951	0.944	0.947
3	1	0.050	0.051	0.053	0.050	0.054	0.049	0.055	0.052	0.055	0.055	0.057
	2	0.107	0.108	0.106	0.108	0.113	0.111	0.099	0.102	0.099	0.102	0.106
	3	0.248	0.247	0.247	0.248	0.252	0.250	0.247	0.247	0.246	0.247	0.255
	4	0.487	0.501	0.490	0.509	0.500	0.509	0.504	0.502	0.505	0.489	0.491
	5	0.857	0.847	0.867	0.868	0.845	0.850	0.847	0.844	0.847	0.849	0.846
4	1	0.051	0.048	0.054	0.053	0.043	0.049	0.054	0.052	0.047	0.049	0.055
	2	0.111	0.120	0.101	0.108	0.123	0.117	0.104	0.107	0.108	0.111	0.113
	3	0.253	0.244	0.241	0.250	0.251	0.246	0.239	0.246	0.251	0.242	0.235
	4	0.507	0.501	0.512	0.509	0.514	0.517	0.519	0.502	0.511	0.519	0.503
	5	0.961	0.947	0.943	0.955	0.938	0.948	0.952	0.963	0.935	0.931	0.954
5	1	0.062	0.060	0.062	0.061	0.062	0.063	0.062	0.060	0.061	0.061	0.062
	2	0.121	0.115	0.112	0.109	0.126	0.124	0.119	0.122	0.121	0.122	0.125

表 A.1 精密度试验原始数据 (续)

实验室	水平	w/% (n=11)										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
5	3	0.261	0.268	0.279	0.242	0.259	0.277	0.255	0.267	0.258	0.271	0.260
	4	0.590	0.591	0.587	0.591	0.591	0.590	0.588	0.589	0.591	0.589	0.588
	5	0.975	0.980	0.961	0.989	0.969	0.985	0.990	0.978	0.982	0.988	0.983
6	1	0.059	0.062	0.060	0.060	0.061	0.063	0.060	0.062	0.063	0.059	0.061
	2	0.117	0.115	0.121	0.120	0.119	0.117	0.115	0.116	0.120	0.118	0.118
	3	0.321	0.322	0.315	0.310	0.316	0.317	0.320	0.323	0.319	0.321	0.315
	4	0.520	0.518	0.530	0.519	0.521	0.518	0.521	0.519	0.520	0.517	0.517
	5	0.904	0.920	0.924	0.924	0.919	0.899	0.900	0.911	0.918	0.905	0.920
7	1	0.056	0.057	0.052	0.053	0.050	0.055	0.053	0.052	0.051	0.056	0.049
	2	0.115	0.112	0.118	0.099	0.112	0.111	0.113	0.115	0.106	0.111	0.109
	3	0.247	0.243	0.236	0.254	0.246	0.262	0.255	0.252	0.237	0.258	0.252
	4	0.498	0.532	0.523	0.531	0.529	0.535	0.527	0.538	0.531	0.549	0.534
	5	0.942	0.941	0.954	0.948	0.929	0.943	0.932	0.942	0.927	0.915	0.959
8	1	0.055	0.053	0.055	0.056	0.052	0.051	0.054	0.055	0.056	0.051	0.054
	2	0.108	0.104	0.109	0.103	0.103	0.104	0.109	0.103	0.102	0.108	0.101
	3	0.248	0.243	0.246	0.239	0.241	0.242	0.246	0.238	0.251	0.246	0.251
	4	0.524	0.532	0.528	0.533	0.535	0.522	0.520	0.512	0.528	0.528	0.531
	5	0.969	0.968	0.936	0.931	0.954	0.948	0.938	0.952	0.955	0.941	0.961
9	1	0.054	0.053	0.049	0.049	0.051	0.053	0.049	0.054	0.055	0.054	0.054
	2	0.117	0.126	0.115	0.129	0.118	0.117	0.109	0.113	0.115	0.117	0.111
	3	0.268	0.251	0.264	0.253	0.253	0.267	0.263	0.254	0.260	0.257	0.262
	4	0.539	0.552	0.548	0.554	0.558	0.541	0.554	0.556	0.546	0.535	0.555
	5	0.942	0.956	0.940	0.953	0.943	0.942	0.943	0.957	0.926	0.936	0.939
10	1	0.048	0.050	0.051	0.050	0.047	0.049	0.047	—	—	—	—
	2	0.107	0.109	0.104	0.111	0.108	0.102	0.107	—	—	—	—
	3	0.232	0.227	0.238	0.222	0.237	0.236	0.228	—	—	—	—
	4	0.523	0.531	0.525	0.537	0.524	0.541	0.527	—	—	—	—
	5	0.940	0.926	0.911	0.935	0.923	0.913	0.927	—	—	—	—