

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6部分：酸不溶物含量的测定
重量法

Methods for chemical analysis of crude lithium carbonate—
Part 6: Determination of acid-insolubles contents —
Gravimetric 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6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、浙江华友钴业股份有限公司、广东佳纳能源科技有限公司、江西赣锋锂业股份有限公司、深圳海关工业品检测技术中心、国标（北京）检验认证有限公司、金驰能源材料有限公司、江西省锂电产品质量监督检验中心、湖南邦普循环科技有限公司、盛新锂能集团股份有限公司。

本文件主要起草人：李长东、欧彦楠、吴奔奔、汪乾、谢柏华、范娟惠、苏成、吴凡、周家红、黄丽丽、吴景武、冯均利、侯川、张林娜、王晚林、曾冬冬、戴泽桦、高鹏、巩勤学、王英男、伍学锋。

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酸不溶物含量的测试方法及其精密度。重量法是测定酸不溶物含量最常用的方法。本文件的制定为科学、准确的测定粗碳酸锂的酸不溶物含量提供了依据，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6部分：酸不溶物含量的测定

重量法

1 范围

本文件规定了粗碳酸锂中酸不溶物含量的测定方法。

本文件适用于粗碳酸锂中的酸不溶物含量的测定。测定范围：0.010 %~1.20 %。

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

试料用王水溶解，加热煮沸，使用玻璃砂芯坩埚抽滤，沉淀经水洗后置于105℃~110℃的电热恒温干燥箱内，烘干至恒重，计算酸不溶物的含量。

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 王水（1+1）：由1体积硝酸、3体积盐酸、4体积水混匀。使用时配制。

5.3 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（1+1），定容至100 mL。如有浑浊则过滤使用，储存于棕色瓶中。

5.4 玻璃砂芯坩埚（30 mL或40 mL）：滤板孔径5 μm~15 μm。

6 仪器设备

- 6.1 电热恒温干燥箱，温度能控制在 105 °C ~ 110 °C 范围内。
6.2 电子天平，精度不小于 0.000 1g。

7 样品

- 7.1 按 YS/T 1552 的要求进行取样与制样。
7.2 样品分析前应于 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

- 8.1.1 按表 1 称取样品（7），精确至 0.000 1 g。

表 1 试料量、烧杯规格

酸不溶物含量 %	试料量 g	烧杯 mL
≥0.050~1.20	5.0	250
0.010~0.050	20.0	500

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 测定

- 8.3.1 将试料（8.1）置于表 1 规定的烧杯中，用 20 mL 水润湿试料，盖上表面皿，用吸管缓慢加入王水（5.2）至无气泡产生，再加入 5 mL 王水（5.2），低温加热煮沸 5 min。取下，冲洗表面皿，稍冷。
8.3.2 用已恒重（ m_1 ）的玻璃砂芯坩埚（5.4）抽滤，用热水洗涤烧杯，洗涤滤渣至滤出液用硝酸银溶液（5.3）检查无氯离子为止。将盛有酸不溶物的玻璃砂芯坩埚置于 105 °C ~ 110 °C 的电热恒温干燥箱（6.1）中干燥 1 h，取出置于干燥器中冷却至室温，称重，反复操作至恒重，记为 m_2 。

9 试验数据处理

酸不溶物的含量以其质量分数 w 计，按公式（1）计算：

$$w = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

式中：

m_2 ——恒重后酸不溶物和玻璃砂芯坩埚的质量，单位为克（g）；

m_1 ——恒重后玻璃砂芯坩埚的质量，单位为克（g）；

m ——样品的质量的数值，单位为克（g）。

当 $w \geq 0.10\%$ 时表示到小数点后两位，当计算结果 $< 0.10\%$ 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

$w/\%$	0.066	0.20	0.68	1.17
$r/\%$	0.017	0.03	0.07	0.09

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

$w/\%$	0.066	0.20	0.68	1.17
$R/\%$	0.027	0.06	0.10	0.14

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 4 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。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	0.065	0.076	0.070	0.064	0.062	0.068	0.080	0.070	0.064	0.067	0.062
	2	0.194	0.206	0.202	0.198	0.200	0.190	0.192	0.178	0.190	0.195	0.182
	3	0.679	0.694	0.690	0.692	0.694	0.691	0.688	0.685	0.679	0.686	0.671
	4	1.179	1.185	1.187	1.151	1.164	1.179	1.178	1.175	1.181	1.117	1.173
2	1	0.076	0.075	0.090	0.089	0.075	0.081	0.090	0.080	0.082	0.074	0.077
	2	0.240	0.230	0.260	0.240	0.240	0.260	0.290	0.250	0.240	0.260	0.250
	3	0.630	0.640	0.670	0.630	0.640	0.670	0.610	0.620	0.680	0.630	0.610
	4	1.050	1.140	1.130	1.100	1.030	1.070	1.180	1.020	1.080	1.020	1.040
3	1	0.056	0.061	0.062	0.057	0.060	0.069	0.056	0.064	0.061	0.055	0.070
	2	0.208	0.211	0.214	0.199	0.204	0.197	0.202	0.193	0.204	0.209	0.198
	3	0.661	0.671	0.684	0.673	0.662	0.664	0.689	0.649	0.687	0.669	0.674
	4	1.152	1.165	1.136	1.174	1.169	1.143	1.164	1.141	1.159	1.162	1.148
4	1	0.062	0.067	0.073	0.078	0.054	0.061	0.069	0.074	0.076	0.082	0.069
	2	0.185	0.194	0.187	0.189	0.193	0.201	0.204	0.210	0.192	0.189	0.196
	3	0.674	0.678	0.673	0.679	0.689	0.692	0.694	0.685	0.687	0.688	0.693
	4	1.177	1.169	1.196	1.185	1.164	1.171	1.179	1.187	1.154	1.167	1.177
5	1	0.056	0.067	0.055	0.067	0.054	0.051	0.055	0.051	0.059	0.066	0.064
	2	0.175	0.175	0.179	0.182	0.182	0.175	0.176	0.185	0.177	0.179	0.178
	3	0.669	0.656	0.665	0.669	0.677	0.676	0.681	0.679	0.672	0.673	0.672
	4	1.169	1.177	1.175	1.178	1.169	1.175	1.178	1.177	1.168	1.171	1.172

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
6	1	0.054	0.054	0.054	0.054	0.054	0.050	0.056	0.053	0.056	0.055	0.054
	2	0.190	0.180	0.202	0.182	0.186	0.190	0.186	0.188	0.186	0.194	0.192
	3	0.678	0.691	0.687	0.675	0.677	0.682	0.694	0.679	0.662	0.687	0.690
	4	1.176	1.170	1.196	1.193	1.188	1.187	1.184	1.195	1.182	1.187	1.188
7	1	0.064	0.064	0.072	0.080	0.080	0.078	0.072	0.069	0.072	0.065	0.075
	2	0.196	0.200	0.194	0.200	0.193	0.196	0.198	0.191	0.199	0.200	0.193
	3	0.673	0.682	0.690	0.691	0.685	0.685	0.687	0.675	0.689	0.690	0.689
	4	1.170	1.169	1.180	1.160	1.170	1.172	1.171	1.162	1.179	1.176	1.165
8	1	0.065	0.075	0.067	0.068	0.069	0.072	0.070	0.069	0.064	0.073	0.072
	2	0.201	0.198	0.202	0.196	0.199	0.204	0.192	0.187	0.203	0.193	0.192
	3	0.696	0.683	0.689	0.702	0.698	0.686	0.698	0.689	0.687	0.705	0.678
	4	1.172	1.178	1.183	1.151	1.189	1.174	1.186	1.181	1.169	1.152	1.158
9	1	0.070	0.060	0.050	0.060	0.070	0.080	0.060	0.080	0.070	0.060	0.070
	2	0.180	0.190	0.170	0.200	0.190	0.180	0.180	0.190	0.200	0.170	0.190
	3	0.680	0.670	0.670	0.690	0.680	0.700	0.690	0.670	0.680	0.690	0.670
	4	1.140	1.110	1.130	1.140	1.160	1.150	1.140	1.120	1.130	1.140	1.150
10	1	0.068	0.061	0.058	0.056	0.056	0.070	0.062	0.066	0.057	0.056	0.066
	2	0.190	0.188	0.204	0.220	0.220	0.212	0.194	0.202	0.203	0.199	0.215
	3	0.698	0.697	0.679	0.690	0.685	0.689	0.672	0.682	0.685	0.683	0.692
	4	1.278	1.250	1.263	1.236	1.247	1.241	1.254	1.230	1.258	1.261	1.265

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示