



中华人民共和国国家标准

GB/T 23853—2022

代替 GB/T 23853—2009

卤水碳酸锂

Lithium carbonate made of brine

2022-07-11 发布

2023-02-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

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。

本文件代替 GB/T 23853—2009《卤水碳酸锂》，与 GB/T 23853—2009 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了产品分类，将要求中的等级划分修改为按产品用途进行分型（见第 5 章）；
- b) 更改了要求（见 6.2，2009 年版的 4.2）；
- c) 增加了锰、铜、硅、磁性物质、粒径分布的要求（见 6.2）；
- d) 更改了氯化物含量的测定方法（见 7.6，2009 年版的 5.13）；
- e) 更改了金属离子及硼、硅含量的测定，更改了钠（Na）、钾（K）、钙（Ca）、镁（Mg）、铁（Fe）、硼（B）含量的测定方法，增加了锰（Mn）、铜（Cu）、硅（Si）含量的测定方法（见 7.9，2009 年版的 5.6～5.11）。

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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC 63/SC 1）归口。

本文件起草单位：中国科学院青海盐湖研究所、青海盐湖工业股份有限公司、西安金藏膜环保科技有限公司、格尔木藏格锂业有限公司、青海盐湖蓝科锂业股份有限公司、五矿盐湖有限公司、青海柴达木兴华锂盐有限公司、青海中天硼锂科技有限公司、青海启迪清源新材料有限公司、中蓝连海设计研究院有限公司、陕西省膜分离技术研究院有限公司、青海中锂鑫膜科技有限公司、国投新疆罗布泊钾盐有限责任公司、广东邦普循环科技有限公司、欣旺达电子股份有限公司、青海民族大学、临沂大学、四川雅化实业集团股份有限公司、成都开飞高能化学工业有限公司、中蓝长化工程科技有限公司、浙江绿野净水剂科技股份有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、中国无机盐工业协会。

本文件主要起草人：魏明、王敏、负红卫、王磊、张生顺、邢红、咎超、孟庆芬、严骏、夏循峰、吴志刚、孟晓荣、黄丹曦、姚莫白、李长东、王威、曹建勇、李海朝、李法强、周坚琦、蔡荣富、俞明华、陆思伟、王彦、牛仁杰、马珍、戴镒、何永平、朱红卫、郑昌盛、姜雪、张瑞钢、杨荣、赵海平、梁锐、谢超、王莹、冉广芬、唐发满、杨小波。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——本文件于 2009 年首次发布，本次为第一次修订。

卤 水 碳 酸 锂

1 范围

本文件规定了卤水碳酸锂的分类、要求、试验方法、检验规则及标志、标签及随行文件、包装、运输、贮存。

本文件适用于卤水碳酸锂。

注：该产品主要用于锂离子电池材料生产、玻璃制造、陶瓷生产及制冷、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 3050—2000 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法

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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19077 粒度分布 激光衍射法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第1部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第3部分：试剂及制品的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子质量

分子式： Li_2CO_3

相对分子质量：73.89（按2018年国际相对原子质量）

5 分类

卤水碳酸锂分为Ⅰ型、Ⅱ型和Ⅲ型。

注：Ⅰ型产品主要用于锂离子电池材料生产；Ⅱ型产品主要用于玻璃、陶瓷制造等；Ⅲ型产品主要用于制冷、焊接、锂合金和冶金连铸等领域。

6 要求

6.1 外观：白色粉末，具有流动性，无可见杂质。

6.2 卤水碳酸锂的各项技术指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目			指 标		
			Ⅰ 型	Ⅱ 型	Ⅲ 型
碳酸锂(Li_2CO_3)(干基), $w/\%$	$\geq$		99.6	99.2	99.0
硫酸根(SO_4), $w/\%$	$\leq$		0.01	0.05	0.10
氯化物(以 Cl 计), $w/\%$	$\leq$		0.02	0.05	0.10
盐酸不溶物, $w/\%$	$\leq$		0.005	0.01	0.01
干燥减量, $w/\%$	$\leq$		0.4	0.5	0.6
金属离子	钠(Na), $w/\%$	$\leq$	0.03	0.05	0.05
	钾(K), $w/\%$	$\leq$	0.002	0.005	0.005
	钙(Ca), $w/\%$	$\leq$	0.005	0.01	0.02
	镁(Mg), $w/\%$	$\leq$	0.005	0.01	0.02
	铁(Fe), $w/\%$	$\leq$	0.001	0.002	0.005
	锰(Mn), $w/\%$	$\leq$	0.001	—	—
	铜(Cu), $w/\%$	$\leq$	0.005	—	—
硼(B), $w/\%$	$\leq$		0.005	0.01	0.03
硅(Si), $w/\%$	$\leq$		0.002	—	—
磁性物质, $w/\%$	$\leq$		0.000 01	—	—
粒径分布 $D_{50}/\mu\text{m}$			3~8	—	—

7 试验方法

警示——本试验方法中所使用的部分试剂具有腐蚀性，操作时应小心谨慎！必要时需在通风橱中操作。如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

7.1 试验用试剂和制品

试验用试剂和水，当未注明其他要求时，应为分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，当未注明其他要求时，均应按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

7.2 外观判别

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

7.3 锂离子的鉴别试验

7.3.1 原理

高碘酸铁钾(K_2FeIO_6)与锂(Li)离子反应,生成黄白色沉淀,可用于锂离子鉴别。

7.3.2 试剂

7.3.2.1 盐酸溶液:1+4。

7.3.2.2 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(80 g/L)中,用水稀释至 50 mL,加入 3 mL 氯化铁溶液(100 g/L),搅拌均匀后,用氢氧化钾溶液(80 g/L)稀释至 100 mL。

7.3.2.3 氯化钠饱和溶液。

7.3.3 试验步骤

7.3.3.1 试验溶液的制备

称取约 2 g 样品,精确至 0.1 g。置于 100 mL 高型烧杯中,加水润湿。滴加盐酸溶液至样品刚好溶解,用水稀释至约 50 mL,混合均匀。

7.3.3.2 鉴别

在表面皿上加 1 滴试验溶液,然后在其上滴加 1 滴氯化钠饱和溶液、2 滴碱金属高碘酸铁溶液,用酒精灯或其他安全热源加热至 45 °C~50 °C 保持 15 s~20 s,与空白试验对比,溶液应呈黄白色浑浊状。

空白试验是除不加试验溶液外,其他加入的试剂量与试验溶液处理完全相同。

7.4 碳酸锂含量的测定

7.4.1 原理

样品加水后,以溴甲酚绿-甲基红为指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定,根据消耗盐酸标准滴定溶液的量,计算碳酸锂含量。

7.4.2 试剂或材料

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

7.4.2.2 溴甲酚绿-甲基红指示液。

7.4.2.3 无二氧化碳的水。

7.4.3 试验步骤

称取约 0.6 g 已于 250 °C~260 °C 条件干燥至质量恒定的样品,精确至 0.000 2 g。置于锥形瓶中,加 50 mL 无二氧化碳的水、10 滴溴甲酚绿-甲基红指示液,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。冷却后继续用盐酸标准滴定溶液滴定至暗红色为终点。同时做空白试验。

7.4.4 试验数据处理

碳酸锂以碳酸锂(Li_2CO_3)的质量分数 w_1 计,按式(1)计算:

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

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 ——滴定样品溶液所消耗的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 ——样品的质量的数值,单位为克(g);

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

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应大于 0.2%。

7.5 硫酸根含量的测定

7.5.1 原理

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。采用目视法比较样品溶液与标准比浊溶液的浊度。

7.5.2 试剂或材料

7.5.2.1 盐酸溶液:1+1。

7.5.2.2 氯化钠-盐酸-丙三醇混合溶液。称取 12 g 氯化钠溶于 40 mL 水中,加 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,应预先用活性炭进行去色处理。

7.5.2.3 氯化钡溶液:250 g/L。

7.5.2.4 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸盐(SO_4)0.10 mg。用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 制备的硫酸盐标准贮备溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.5.3 试验步骤

7.5.3.1 试验溶液的制备

称取约 $2.5\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 样品。置于 100 mL 高型烧杯中。用少量水润湿,加盖表面皿后缓慢滴加盐酸溶液至样品完全溶解,加 10 mL 水,加热至沸。冷却后将溶液全部转移至 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,弃去前 10 mL 滤液。

7.5.3.2 试验

用移液管移取 10 mL 试验溶液,置于 50 mL 比色管中。加水至约 30 mL,加 1 mL 盐酸溶液、10 mL 氯化钠-盐酸-丙三醇混合溶液,摇匀。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,所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是取 0.10 mL(I 型)、0.50 mL(II 型)、1.00 mL(III 型)硫酸盐标准溶液,与样品溶液同时同样处理。

7.6 氯化物含量的测定

7.6.1 电位滴定法(仲裁法)

7.6.1.1 原理

见 GB/T 3050—2000 中第 3 章的规定。

7.6.1.2 试剂或材料

按 GB/T 3050—2000 中第 4 章的规定准备。

7.6.1.3 仪器设备

按 GB/T 3050—2000 中第 5 章的规定准备。

7.6.1.4 试验步骤

称取约 3 g 样品,精确至 0.01 g。置于 100 mL 高型烧杯中,用少量水润湿,加盖表面皿后缓慢滴加硝酸溶液至样品完全溶解,加热至沸。冷却后加 1 滴溴酚蓝指示液,用氢氧化钠溶液或硝酸溶液调节溶液的颜色恰呈黄色,以下按 GB/T 3050—2000 中 6.2 的规定,从“加乙醇,使乙醇与所取溶液的体积之比为 3 : 1,总体积不应大于 40 mL……”开始进行操作。同时进行空白试验。

7.6.1.5 试验数据处理

氯化物含量以氯(Cl)的质量分数 w_2 计,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氯的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{Cl}) = 35.45$];

m ——样品的质量的数值,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应大于 0.002%。

7.6.2 目视比浊法

7.6.2.1 原理

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。采用目视法比较样品溶液与标准比浊溶液的浊度。

7.6.2.2 试剂和材料

7.6.2.2.1 硝酸溶液:1+4。

7.6.2.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

7.6.2.2.3 氯化物标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.10 mg。用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 制备的氯化物标准贮备溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液用前配制。

7.6.2.3 试验步骤

7.6.2.3.1 试验溶液的制备

称取约 $2.5 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 样品。置于 100 mL 高型烧杯中,用少量水润湿,加盖表面皿后缓慢滴加硝酸溶液至样品完全溶解,加热至沸。冷却后全部转移至 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,弃去前 10 mL 滤液。

7.6.2.3.2 试验

用移液管移取 10 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,所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是取 0.20 mL(Ⅰ型)、0.50 mL(Ⅱ型)、1.00 mL(Ⅲ型)氯化物标准溶液,与样品溶液同时同样处理。

7.7 盐酸不溶物含量的测定

7.7.1 原理

称取一定量样品溶于盐酸溶液,过滤后的残渣在一定温度下干燥至质量恒定,确定盐酸不溶物含量。

7.7.2 试剂或材料

7.7.2.1 盐酸溶液:1+1。

7.7.2.2 硝酸溶液:1+4。

7.7.2.3 硝酸银溶液:17 g/L。

7.7.2.4 甲基橙指示液:1 g/L。

7.7.3 仪器设备

7.7.3.1 玻璃砂坩埚:5 μm~15 μm。

7.7.3.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105 °C~110 °C。

7.7.4 试验步骤

称取约 25 g 样品,精确至 0.02 g。置于 500 mL 烧杯中,加少量水润湿。加盖表面皿后加 1 滴甲基橙指示液,滴加盐酸溶液至样品全部溶解,并使溶液呈红色,再过量 2 mL,加水至溶液体积约为 200 mL。加热至沸腾 5 min,冷却。用预先在 105 °C~110 °C 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(取 1 mL~2 mL 滤液,加 1 滴硝酸溶液和 1 滴硝酸银溶液进行检验)。将玻璃砂坩埚置于电热恒温干燥箱中,在 105 °C~110 °C 条件下干燥至质量恒定。

7.7.5 试验数据处理

盐酸不溶物含量以质量分数 w_3 计,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——盐酸不溶物的质量的数值,单位为克(g);

m ——样品的质量的数值,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应大于 0.001%。

7.8 干燥减量的测定

7.8.1 原理

样品在 250 °C~260 °C 的条件下干燥至质量恒定,比较样品干燥前后的质量变化。

7.8.2 仪器设备

电热恒温干燥箱或高温炉:温度能控制在 250 °C~260 °C。

7.8.3 试验步骤

称取约 5 g 样品,精确至 0.000 2 g。置于已于 250 °C~260 °C 条件下干燥至质量恒定的瓷坩埚中,

在 250 ℃~260 ℃ 的电热恒温干燥箱或高温炉中干燥至质量恒定。

7.8.4 试验数据处理

干燥减量以质量分数 w_4 计,按公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m ——干燥前样品的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——干燥后样品的质量的数值,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应大于 0.01%。

7.9 金属离子及硼、硅含量的测定

7.9.1 原理

样品溶解后,由载气带入电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)雾化系统进行雾化后,以气溶胶形式进入等离子体的轴向通道,在高温和惰性气体中被蒸发、原子化、电离和激发,发射出的所含离子的特征谱线经分光系统进入光谱检测器,光谱检测器依据特征光谱进行定量检测,确定各金属离子的含量。

7.9.2 试剂或材料

7.9.2.1 盐酸溶液:1+1。使用优级纯盐酸配制。

7.9.2.2 硝酸溶液:1+4。使用优级纯硝酸配制。

7.9.2.3 金属离子及硼、硅标准溶液:1 mL 溶液含钠(Na)、钾(K)、钙(Ca)、镁(Mg)、铁(Fe)、锰(Mn)、铜(Cu)、硼(B)、硅(Si)各 0.1 mg。用移液管各移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 制备的钠(Na)、钾(K)、钙(Ca)、镁(Mg)、铁(Fe)、锰(Mn)、铜(Cu)、硼(B)、硅(Si)标准贮备溶液,分别置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.9.2.4 金属离子及硼、硅标准混合溶液:1 mL 溶液含钠(Na)、钾(K)、钙(Ca)、镁(Mg)、铁(Fe)、锰(Mn)、铜(Cu)、硼(B)、硅(Si)各 10 μg。用移液管各移取 10 mL 金属离子及硼、硅标准溶液中每种离子的标准溶液,置于同一个 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.9.2.5 水:GB/T 6682—2008 规定的二级水。

7.9.3 仪器设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP-OES):测定 1 mg/L 或 10 mg/L 多元素混合标准溶液,重复测定 10 次的 RSD≤0.5%。各被测定离子 ICP-OES 常用谱线及检出限见附录 A。

7.9.4 试验步骤

7.9.4.1 试验溶液 A 的制备

称取约 5 g 样品,精确至 0.01 g。置于 400 mL 烧杯中,加少量水润湿,加盖表面皿后缓慢滴加盐酸溶液至样品完全溶解,加热至微沸,冷却至室温。全部移入 250 mL(V_1)容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,用于金属离子及硼、硅含量的测定。

7.9.4.2 试验

用移液管分别移取 20 mL(V_2)试验溶液 A(见 7.9.4.1),置于 6 个 100 mL 容量瓶中,各入加 5 mL

硝酸溶液,再分别加入 0.0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 金属离子及硼、硅标准混合溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

开启电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP-OES),待运转稳定后,在所选优化条件下,分别测得各离子不同质量的发射光谱强度。以被测离子质量(A)为横坐标,对应的发射光谱强度(I)为纵坐标,绘制工作曲线,将曲线的反向延长线与横坐标相交,交点与原点之间距离即为被测离子质量,示意图见图 1,经计算得各离子含量。

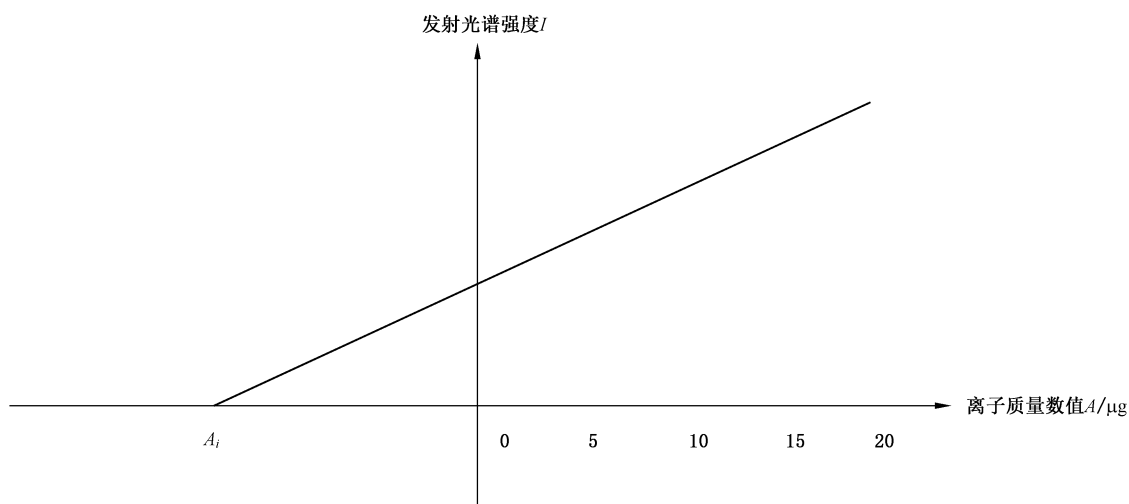


图 1 工作曲线示意图

7.9.5 试验数据处理

金属离子及硼、硅含量以钠(Na)、钾(K)、钙(Ca)、镁(Mg)、铁(Fe)、锰(Mn)、铜(Cu)、硼(B)、硅(Si)的质量分数 w_{Ai} 计,按公式(5)计算:

$$w_{Ai} = \frac{A_i \times 10^{-6}}{m \times (V_2/V_1)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

A_i ——从工作曲线上分别查出的钠(Na)、钾(K)、钙(Ca)、镁(Mg)、铁(Fe)、锰(Mn)、铜(Cu)、硼(B)、硅(Si)的质量的数值,单位为微克(μg);

m ——试验溶液 A(见 7.9.4.1)中所含样品的质量的数值,单位为克(g);

V_1 ——试验溶液 A(见 7.9.4.1)的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——所移取试验溶液 A(见 7.9.4.1)的体积的数值,单位为毫升(mL)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的相对偏差不应大于平均值的 10%。

7.10 磁性物质的测定

7.10.1 原理

样品加适量水,通过磁棒吸附富集样品中的磁性物质后,用王水分解。用电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP-OES)采用标准工作曲线法测定磁性物质的含量。

7.10.2 试剂或材料

7.10.2.1 硝酸溶液:1+19。使用优级纯硝酸配制。

7.10.2.2 王水:用 1 体积的硝酸和 3 体积的盐酸混合,用前现配。使用优级纯硝酸和优级纯盐酸配制。

7.10.2.3 磁性物质标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)、锌(Zn)、铬(Cr)、镍(Ni)各 0.1 mg。用移液管各移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 制备的铁(Fe)、锌(Zn)、铬(Cr)、镍(Ni)标准贮备溶液,分别置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.10.2.4 磁性物质标准混合溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)、锌(Zn)、铬(Cr)、镍(Ni)各 10 μg 。用移液管各移取 10 mL 磁性物质标准溶液中每种离子的标准溶液,置于同一个 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.10.2.5 水:GB/T 6682—2008 规定的二级水。

7.10.3 仪器设备

7.10.3.1 电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES):测定 1 mg/L 或 10 mg/L 多元素混合标准溶液,重复测定 10 次的 $\text{RSD} \leq 0.5\%$ 。各被测定离子 ICP-OES 常用谱线及检出限见附录 A。

7.10.3.2 磁棒:外观尺寸约为 $\phi 17 \text{ mm} \times 58 \text{ mm}$,磁感应强度为 0.6 T~0.8 T,外层包覆聚四氟乙烯。使用前,置于 250 mL 高型烧杯中,加 12 mL 王水和适量水,没过磁棒。在 $90^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中,加热 30 min 后取出,用水清洗干净。

7.10.3.3 超声波清洗(振荡)器:频率可设定为 100 Hz。

7.10.3.4 恒温水浴:温度能控制在 $90^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$ 。

7.10.3.5 样品瓶:500 mL 广口塑料瓶,配有密封盖。使用前,用硝酸溶液浸泡 2 h 以上,用水清洗干净。

7.10.3.6 比色管:50 mL,配有盖。

7.10.4 试验步骤

7.10.4.1 试验溶液 B 的制备

称取 200 g~300 g 样品,精确至 0.1 g。置于样品瓶中,加少量水润湿,加入磁棒和 400 mL 水。盖上密封盖,并确保密封严密。手动摇晃样品瓶 2 min~3 min 至样品混合均匀。将样品瓶置于超声波清洗(振荡)器上,在频率为 100 Hz 条件下,吸附富集 30 min(或采用同等富集效果的方法进行吸附富集)。

取下样品瓶,用另一磁棒在瓶外吸住瓶内磁棒,开启密封盖,小心弃去样品瓶内浆料。移去瓶外的磁棒,用清洁的非金属材质的镊子,将样品瓶中的磁棒取出并移至 250 mL 高型烧杯中。

沿烧杯壁向烧杯中加入适量水,没过磁棒。用另一磁棒在烧杯外的底部吸住杯内磁棒,往复滚动 10 次后,弃去洗水。以上步骤至少重复 3 次,每次尽可能将洗水倒尽。用干净的非金属材质的镊子将漂洗后的磁棒移至比色管中,加入 12 mL 王水和适量水,没过磁棒,盖上比色管盖子(勿盖严密)。置于温度为 $90^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中,加热 30 min,取出比色管,冷却至室温。

用另一磁棒在比色管外吸住比色管内磁棒,开启比色管盖子,用水冲洗盖子后,小心将比色管中的溶液全部移入 100 mL 容量瓶中。用少量水冲洗比色管及磁棒,重复 3 次,洗水合并于容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 B,用于磁性异物的测定。

7.10.4.2 工作曲线溶液的制备

在 6 个 100 mL 容量瓶中,分别加入 0.0 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL 磁性物质标准混合溶液及 12 mL 王水,用水稀释至刻度,摇匀。

7.10.4.3 试验

开启电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP-OES),待运转稳定后,在所选优化条件下,分别测得

各离子不同质量的发射光谱强度。以被测离子质量(B)为横坐标,对应的发射光谱强度(I)为纵坐标,绘制工作曲线。

当工作曲线线性不小于 0.999 时,测定试验溶液和空白试验溶液。

7.10.5 试验数据处理

7.10.5.1 磁性物质中各离子的质量分数 w_{Bi} 计,按公式(6)计算:

$$w_{Bi} = \frac{B_i \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

B_i ——从工作曲线上分别查出的铁(Fe)、锌(Zn)、铬(Cr)、镍(Ni)的质量的数值,单位为微克(μg);

m ——样品的质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的相对偏差应不大于平均值的 10%。

7.10.5.2 磁性物质中各离子的质量分数的和 $w_{\text{总}}$,按公式(7)计算:

$$w_{\text{总}} = w_{\text{Fe}} + w_{\text{Zn}} + w_{\text{Cr}} + w_{\text{Ni}} \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

w_{Fe} ——磁性物质中铁(Fe)的质量分数;

w_{Zn} ——磁性物质中锌(Zn)的质量分数;

w_{Cr} ——磁性物质中铬(Cr)的质量分数;

w_{Ni} ——磁性物质中镍(Ni)的质量分数。

7.11 粒径分布的测定

按 GB/T 19077 的规定进行测定。

8 检验规则

8.1 出厂检验项目应为第 6 章规定的所有指标项目,应逐批检验。

8.2 检验时,应选取材料相同、生产条件基本相同、连续生产或同一班组生产的同一规格的卤水碳酸锂为一批,且每批产品不应超过 20 t。

8.3 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 1 000 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中,密封,并粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、类型、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用,另一份保存备查,保存时间宜根据生产企业需求确定。

8.4 当检验结果存在不符合第 6 章规定的指标要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果有一项指标不符合,则整批产品为不合格。

8.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判断检验结果是否符合第 6 章规定的指标要求。

9 标志、标签及随行文件

9.1 卤水碳酸锂包装上应有牢固清晰的标志和标签,内容应至少包括:生产厂名、厂址、产品名称、类型、净含量、批号(或生产日期)、本文件编号、GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。

9.2 每批出厂的卤水碳酸锂都应附有质量证明书。内容应至少包括:生产厂名、厂址、产品名称、类型、

净含量、批号(或生产日期)、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

10 包装、运输、贮存

10.1 卤水碳酸锂应采用双层包装。内包装袋应为聚乙烯或聚丙烯薄膜袋,外包装应为复合塑料编织袋。每袋净含量为 25 kg。也可采用集装袋包装,每袋净含量为 500 kg。

10.2 卤水碳酸内袋包装时应将袋内空气排出,袋口用尼龙绳扎紧,或用与其相当的其他方式封口;外包装应采用尼龙线或其他质量相当的线牢固缝口。或内外袋袋口对齐、折边,用尼龙线或其他质量相当的线牢固缝口。

10.3 卤水碳酸锂在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮。

10.4 卤水碳酸锂应贮存于阴凉干燥处,防止日晒、雨淋、受潮。

10.5 卤水碳酸锂自生产之日起,保质期不应少于 12 个月。

附 录 A
(资料性)

ICP-OES 常用谱线及检出限

表 A.1 给出了各被测定离子 ICP-OES 常用谱线及检出限。

表 A.1 各被测定离子 ICP-OES 常用谱线及检出限

序号	名称	元素	波长 λ nm	检出限 DL $\mu\text{g/mL}$	主要光谱干扰
1	钠	Na	<u>589.00</u> 589.59	0.02 0.02	Ar
2	钾	K	<u>766.49</u> 769.90	0.06 0.15	Cu
3	钙	Ca	393.37 <u>317.93</u>	0.000 02 0.003	
4	镁	Mg	279.55 <u>279.08</u>	0.000 05 0.02	Ti
5	铁	Fe	238.20 239.56 <u>259.94</u>	0.002 0.002 0.002	
6	锰	Mn	<u>257.61</u> 259.37	0.000 5 0.000 8	Fe, Mo, Nb, Ta
7	铜	Cu	<u>324.75</u> 224.70 327.40	0.002 0.004 0.005	
8	锌	Zn	202.55 206.19 <u>213.86</u>	0.002 0.003 0.005	Mg, Cu Cr, Bi Ni, V
9	铬	Cr	<u>205.55</u> 206.15 <u>267.72</u> 283.56	0.003 0.004 0.004 0.004	Bi, Zn, Pt Pt Fe
10	镍	Ni	221.65 232.00 <u>231.60</u>	0.008 0.009 0.009	Co, W
11	硼	B	249.77 <u>249.68</u> 208.21	0.002 0.004 0.008	Fe Mo

表 A.1 各被测定离子 ICP-OES 常用谱线及检出限（续）

序号	名称	元素	波长 λ nm	检出限 DL $\mu\text{g/mL}$	主要光谱干扰
12	硅	Si	251.61	0.008	V,Mo
			212.41	0.010	
			<u>288.16</u>	0.015	Mo
注：波长下划横线的为最佳波长。					