



中华人民共和国国家标准

GB/T 11064.1—202×

代替GB/T11064.1-2013

碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂 化学分析方法

第1部分：碳酸锂含量的测定 滴定法

Methods for chemical analysis of lithium carbonate, lithium hydroxide
monohydrate and lithium chloride—

Part1: Determination of lithium carbonate content—
titrimetric method

(送审稿)

202×-××-××发布

202×-××-××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。

本文件是GB/T 11064《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法》的第1部分。GB/T 11064已经发布了以下部分：

- 第1部分：碳酸锂含量的测定 滴定法；
- 第2部分：氢氧化锂含量的测定 酸碱滴定法；
- 第3部分：氯化锂量的测定 电位滴定法；
- 第4部分：钾量和钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第5部分：钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第6部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第7部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第8部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第9部分：硫酸根含量的测定 硫酸钡浊度法；
- 第10部分：氯量的测定 氯化银浊度法；
- 第11部分：酸不溶物量的测定 重量法；
- 第12部分：碳酸根量的测定 酸碱滴定法；
- 第13部分：铝量的测定 铬天青 S-溴化十六烷基吡啶分光光度法；
- 第14部分：砷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第15部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第16部分：钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝、铁、硫酸根含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件代替GB/T 11064.1-2013《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 第1部分：碳酸锂量的测定 酸碱滴定法》，与GB/T 11064.1-2013相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了电位滴定法（见4）；
- b) 修改了“称取质量”的相关内容（见8.1，2013年版的5.3）；
- c) 修改了“试验数据处理”的相关内容（见9，2013年版的6）；

- d) 删除了“允许差”的相关内容（见2013年版的7.2）；
- e) 增加“空白试验”的相关内容；
- f) 增加了再现性条款（见10.2）。

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。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：江西赣锋锂业集团股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、瑞士万通中国有限公司、宜春银锂新能源有限责任公司、天齐锂业新能源材料（苏州）有限公司、江西永兴特钢新能源科技有限公司、宜春天卓新材料有限公司、格林美（无锡）能源材料有限公司、山东瑞福锂业有限公司、广东邦普循环科技有限公司、雅化锂业（雅安）有限公司、新疆有色金属研究所、江西东鹏新材料有限责任公司、盛新锂能集团股份有限公司、唐山鑫丰锂业有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、成都开飞高能化学工业有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、江苏容汇通用锂业股份有限公司、乌鲁木齐市亚欧稀有金属有限责任公司、宜春市锂电产业研究院（江西省锂电产品质量监督检验中心）、江西九岭锂业股份有限公司、宁都县赣锋锂业有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司。

本文件主要起草人：李强、赵文涛、周家红、熊晓燕、刘斌华、黄艳军、刘珊珊、吴进方、张俊、王永生、赵江、朱小琴、谢堂锋、伍学锋、彭文休、韦娜、杨磊、蔡荣富、康如金、谢柏华、闻广学、戴泽桦、吴玲、邓红云、杨慧琳、姚丽、戴小勇、谢辉、徐华。

本文件所代替文件的历次版本发布情况：

——1989年首次发布为GB/T 11064.1-1989《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 酸碱滴定法测定碳酸锂量》；

——本次为第二次修订。

引 言

碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂广泛应用于 3C 产品、电动汽车、电动自行车、电动工具、基站储能电源等行业，也是核工业、特种玻璃等产品的基础原料。

GB/T 11064旨在确立碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学成分分析方法标准，由16部分组成。

——第1部分：碳酸锂含量的测定 滴定法；

——第2部分：氢氧化锂含量的测定 酸碱滴定法；

——第3部分：氯化锂量的测定 电位滴定法；

——第4部分：钾量和钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第5部分：钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第6部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第7部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；

——第8部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；

——第9部分：硫酸根含量的测定 硫酸钡浊度法；

——第10部分：氯量的测定 氯化银浊度法；

——第11部分：酸不溶物量的测定 重量法；

——第12部分：碳酸根量的测定 酸碱滴定法；

——第13部分：铝量的测定 铬天青 S-溴化十六烷基吡啶分光光度法；

——第14部分：砷量的测定 钼蓝分光光度法；

——第15部分：氟量的测定 离子选择电极法；

——第16部分：钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝、铁、硫酸根含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

酸碱滴定分析方法测定碳酸锂含量操作简便，本次修订增加了电位滴定法测定碳酸锂含量方法，体现了行业发展的最新水平，为上下游产业链中的各类生产研发企业、使用企业及检测机构提供了科学可行的分析检测方法。

碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法

第1部分：碳酸锂含量的测定 滴定法

1 范围

本文件规定了碳酸锂中碳酸锂含量的测定方法。包含常规滴定法（方法一）和电位滴定法（方法二）。

本文件适用于碳酸锂中碳酸锂含量的测定。测定范围：大于 95.00%。如有其它形式碳酸盐存在时，应该折算成碳酸锂进行扣减。

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，仅该注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 12805 实验室玻璃仪器 滴定管

GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

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

方法一：试料在一定量水中溶解，以甲基红-溴甲酚绿为指示剂，用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿色变为酒红色，根据消耗盐酸标准滴定溶液的体积来计算碳酸锂的含量。

方法二：试料在一定量水中溶解，采用电位滴定仪滴定，以 pH 玻璃复合电极为工作电极，用盐酸标准滴定溶液为滴定液。通过 pH 突跃确定其反应终点，根据消耗盐酸标准滴定溶液的体积计算碳酸锂的含量。

5 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，二级，煮沸后密封冷却至室温。

5.2 甲基红—溴甲酚绿指示剂：

溶液 I：称取 0.1 g 溴甲酚绿，溶于乙醇（95%），用乙醇（95%）稀释至 100 mL。

溶液 II：称取 0.2 g 甲基红，溶于乙醇（95%），用乙醇（95%）稀释至 100 mL。

取 30 mL 溶液 I、10 mL 溶液 II，混匀。

5.3 盐酸标准滴定溶液（约 0.50 mol/L）。

5.3.1 配制：移取 45 mL 盐酸（ $\rho=1.19$ g/mL），置于 1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

5.3.2 标定：

5.3.2.1 方法一：称取三份 0.65 g（精确到 0.000 1 g）预先在 270 °C~300 °C 干燥至恒量的无水碳酸钠（基准试剂），分别置于 250 mL 三角瓶中，加入 50 mL 水溶解，加入 10 滴甲基红—溴甲酚绿指示剂（5.2），用盐酸标准滴定溶液（5.3）滴定至溶液由绿色变为酒红色，煮沸 2 min，继续滴定至溶液再呈酒红色且 30 s 不褪色即到达终点。平行标定所消耗的盐酸标准滴定溶液体积的极差值不应超过 0.05 mL，取其平均值。计算结果保留四位有效数字。随同标定做空白试验。

5.3.2.2 方法二：称取三份 0.65 g（精确至 0.0001 g）预先在 270 °C~300 °C 干燥至恒量的无水碳酸钠（基准试剂），分别置于 150 mL 三角瓶中，加入 50 mL 水溶解，以 pH 电极为测量电极，在 DET 动态滴定模式下按照样品分析步骤（8.4.2）用盐酸标准滴定溶液（5.3）滴定至终点。平行标定所消耗的盐酸标准滴定溶液体积的极差值不应超过 0.05 mL，取其平均值。计算结果保留四位有效数字。随同标定做空白试验。

5.3.2.3 盐酸标准滴定溶液（5.3）的实际浓度按公式（1）计算：

$$c(\text{HCl}) = \frac{m}{(V - V_0) \times \frac{52.994}{1000}} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中： c ——盐酸标准滴定溶液（5.3）的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

m ——碳酸钠的质量，单位为克（g）；

V ——滴定碳酸钠消耗盐酸标准滴定溶液（5.3）的体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——滴定空白溶液消耗盐酸标准滴定溶液（5.3）的体积，单位为毫升（mL）；

52.994——以（ $1/2 \text{Na}_2\text{CO}_3$ ）为基本单元的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

6 仪器设备

6.1 具塞滴定管(A级)，规格 50 mL，GB/T 12805。

6.2 电位滴定仪。

6.3 电子分析天平，精确至 0.0001g。

7 样品

样品预先在 250℃~260℃烘 2 小时，置于干燥器中，冷却至室温。

8 分析步骤

8.1 试料

称取 0.5g 样品（7），精确至 0.0001g。

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 方法一：将试料（8.1）置于 250mL 三角瓶中，加入 20mL 水溶解试料，加入 10 滴甲基红—溴甲酚绿指示剂（3.1），用盐酸标准滴定溶液（5.3）滴定至溶液由绿色变为酒红色，煮沸 2min，驱除二氧化碳，冷却，继续滴定溶液呈酒红色即为终点。

8.4.2 方法二：将试料（8.1）置于 150mL 烧杯中，加入 50mL 水，将 pH 电极和滴定管的滴定头完全没入溶液中，开启搅拌，在 DET（动态滴定）滴定模式下，预加 20mL 盐酸标准滴定溶液（5.3），

搅拌 30s 后,开始用盐酸标准滴定溶液(5.3)滴定至明显的突跃点即终点,记录盐酸标准滴定溶液(5.3)消耗的体积。

9 试验数据处理

碳酸锂的含量以碳酸锂的质量分数 $w_{Li_2CO_3}$ 计,按公式(2)计算:

$$w_{Li_2CO_3} = \frac{c(V_1 - V_2) \times 36.94}{m_0 \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: c ——盐酸标准滴定溶液(5.3)的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定试液消耗盐酸标准滴定溶液(5.3)的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定空白消耗盐酸标准滴定溶液(5.3)的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

36.94——以(1/2 Li_2CO_3)为基本单元的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

所得结果应表示到小数点后二位,数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

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,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),如表 1 所示,超过重复性限(r)情况不超过 5%。精密度试验原始数据参见附录 A。

表 1 重复性限

常规滴定法	$w_{Li_2CO_3}/\%$	>95.00
	$r/\%$	0.20
电位滴定法	$w_{Li_2CO_3}/\%$	>95.00
	$r/\%$	0.15

10.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差值。

表 2 允许差

手动滴定法	$w_{Li_2CO_3}/\%$	>95.00
	$r/\%$	0.41

电位滴定法	WZ _{LiCO₂} /%	>95.00
	r/%	0.37

11 试验报告

试验报告至少应给出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)

从实验室间结果结果得到的统计数据

酸碱滴定的精密度数据是在 2023 年由 19 家实验室对碳酸锂的 4 种不同水平的样品，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。测定结果的统计数据见表 A. 1-1。

表 A. 1-1 酸碱滴定精密度数据统计结果表

水平	结果可接受的实验室个数	可接受的数据个数	平均值 %	重复性标准差(s_r)	再现性标准差(s_R)	重复性限(r) %	再现性限(R) %
1	19	206	94.39	0.06917606	0.11868297	0.194	0.332
2	18	195	95.92	0.06174074	0.13334496	0.173	0.373
3	19	206	98.06	0.07222219	0.14476274	0.202	0.405
4	19	206	99.64	0.06130826	0.12309497	0.172	0.345

电位滴定的精密度数据是在 2023 年由 16 家实验室对碳酸锂的 4 种不同水平的样品，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。测定结果的统计数据见表 A. 1-2。

表 A. 1-2 电位滴定精密度数据统计结果表

水平	结果可接受的实验室个数	可接受的数据个数	平均值 %	重复性标准差(s_r)	再现性标准差(s_R)	重复性限(r) %	再现性限(R) %
1	15	165	94.39	0.04981880	0.11132265	0.139	0.312
2	15	165	95.97	0.05255284	0.13189037	0.147	0.369
3	15	165	98.10	0.05100502	0.10237596	0.143	0.287
4	15	165	99.72	0.04362348	0.07719026	0.122	0.216