



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXX—20XX

粗硫酸锂

Crude lithium sulphate

20XX-XX-XX发布

20XX-XX-XX

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》给出的规则起草。

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/TC243）提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

粗硫酸锂

1 范围

本文件规定了粗硫酸锂的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存、随行文件及订货单内容。

本文件适用于以锂矿石或卤水为原料生产的粗硫酸锂产品，主要用于制备电池级碳酸锂、氢氧化锂产品。

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 包装储运图示标志

GB/T 5314 粉末冶金用粉末 取样方法

GB/T 6284 化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 化学成分

粗硫酸锂的化学成分应符合表 1 的规定。

表1 粗硫酸锂的主要化学成分

项目		指标		
品级		一级品	二级品	三级品
主元素，质量分数%	Li ₂ SO ₄	≥90	≥60	≥45
杂质元素，质量分数%	Na	≤2.0	≤7.5	≤9.0
	K	≤1.0	≤9.0	≤15.0
	Mg	≤0.10	≤1.00	≤1.50
	Ca	≤0.05	≤0.10	≤0.20

	Fe	≤0.01	≤0.05	≤0.10
	Cl ⁻	≤0.10	≤0.30	≤0.50
	F	≤0.01	≤0.10	≤0.50
	Pb	≤0.001		
	As	≤0.001		
	Cr	≤0.001		
	Cd	≤0.001		

4.2 水分

无水粗硫酸锂产品中水含量应不大于 2.0%，一水粗硫酸锂产品中水含量应不大于 14%。

4.3 外观质量

产品呈白色粉末或颗粒，目视无结块无可见夹杂物。

4.4 其他

如需方如对产品有其他要求，由供需双方协商确定，并在订货单中注明。

5 试验方法

5.1 化学成分

5.1.1 产品中硫酸锂含量的测定按照附录 A 的规定执行。

5.1.2 产品中钾、钠、钙、镁、铁、铅、铬、镉、砷含量的测定按照附录 B 的规定执行。。

5.1.3 产品中氟离子、氯离子含量的测定按照 YS/T 1593.4《粗碳酸锂化学分析方法 第 4 部分：阴离子含量的测定 离子色谱法》的规定进行。

5.2 水分

产品中水分含量的测定按照 GB/T 6284 的规定进行。

5.3 外观质量

产品的外观质量用目视法进行检查。

6 检验规则

6.1 检查和验收

6.1.1 产品由供方进行检验，保证产品质量符合本文件及订货单的规定。

6.1.2 需方可对收到的产品按本文件的规定进行检验。如检验结果与本文件及订货单的规定不符时，应在收到产品之日起 30 d 内向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，应由供需双方在需方共同取样或协商解决。

6.2 组批

产品应成批提交检验，每批应由同一混合料组成。每批产品净重不超过 50 t。

6.3 检测项目和取样

每批产品出厂前应进行检验，产品的取样项目和取样方法应符合表2的规定。

表2 检验项目

检验项目	出厂检验	抽样检验	要求章节号	试验方法章节号
化学成分	按照 GB/T 5314 的规定取样。每批取样不少于 5kg。		4.1	5.1
水分			4.2	5.2
外观质量	逐袋（桶）		4.3	5.3

6.4 检验结果的判定

6.4.1 检验结果的数值采用GB/T 8170规定进行修约，并采用修约值比较法判定。

6.4.2 化学成分、水分不符合本文件的规定时，应从该批产品中另取双倍数量的试样进行重复试验。重复检验全部合格，判该批产品合格；若重复试验结果仍有不合格项目，判该批产品不合格。

6.4.3 外观质量不符合本文件规定时，判该袋产品不合格。

7 标志、包装、运输、贮存及随行文件

7.1 标志

产品外包装袋上应有牢固清晰的标志。内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净质量、批号或生产日期、保质期、本文件编号及GB/T 191中规定的“怕雨”标志。

7.2 包装

产品采用内衬聚乙烯(PE)袋，外套聚丙烯(PP)。内袋扎口或热合，外袋扎口牢固。每袋净重根据需方要求执行。当用户对包装材料有特殊要求时，供需双方另行协商确定。

7.3 运输

产品运输过程中，防止雨淋、受热、受潮，运输车辆应清洁。在搬运过程中应轻拿轻放，不得滚动、倒置，防止产品的包装破裂。

7.4 贮存

产品应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内，防止雨淋、受潮。严禁与酸类物品混贮。

7.5 随行文件

每批产品应附有随行文件，其上注明：

- 供方名称、地址、电话；
- 产品名称；
- 产品批号；
- 净重；
- 各项分析检验结果和技术监督部门的印记；
- 本文件编号；

- g) 生产日期；
- h) 其他。

8 订货单内容

需方可根据自身的需要，在订购本文件所列产品的订货单内，列出如下内容：

- a) 产品名称；
- b) 化学成分；
- c) 数量；
- d) 本文件编号；
- e) 其他。

附录A
(规范性)
锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法

本文件并未指出所有可能出现的安全问题。使用本文件的人员应有正规实验室工作的经验。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合有关国家法规规定的条件。

A.1 范围

本文件规定了粗制硫酸锂中锂含量的测定方法。

本文件适用于粗制硫酸锂产品，测定范围为锂含量（以 Li_2SO_4 质量分数计）45.00%~93.00%。

A.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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

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

A.3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

A.4 原理

试样用王水溶解，以空气-乙炔贫燃性火焰，采用工作曲线法，于火焰原子吸收光谱仪波长 670.8 nm 处，测定锂的吸光度，计算硫酸锂的含量。

A.5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

A.5.1 水，GB/T6682，二级及以上。

A.5.2 盐酸（ $\rho=1.19 \text{ g/mL}$ ）。

A.5.3 硝酸（ $\rho=1.42 \text{ g/mL}$ ）。

A.5.4 (1+1) 王水：量取 300 mL 盐酸（5.2），搅拌下缓慢加入 100 mL 硝酸（5.3），搅拌均匀，冷却至室温，搅拌下将王水缓慢加入到预先盛有等体积的水中。

A.5.5 (1+1) 硝酸：量取 500 mL 硝酸（5.3），搅拌下缓慢加入到预先盛有等体积的水中。

A.5.6 锂标准贮存溶液：称取 5.3228 g 碳酸锂 [$w(\text{Li}_2\text{CO}_3) \geq 99.99\%$] 于 250 mL 烧杯中，盖上表面皿，缓慢加入 25 mL 硝酸（5.5），加热至完全溶解，煮沸 2~3 min，驱除二氧化碳，冷却至室温，移入 1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锂。

A.5.7 锂标准溶液：移取 10.00 mL 锂标准贮存溶液（5.6）置于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸（5.5），以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 锂。

A.5.8 标准贮存溶液也可以采用市售有证标准溶液。

A.6 仪器设备

火焰原子吸收光谱仪，附锂空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

- 特征浓度：在与测量溶液基体相一致的溶液中，锂的特征浓度值应分别不大于 $0.05 \mu\text{g/mL}$ 。
- 精密度：用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%；用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度标准溶液）测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度平均吸光度的 0.5%。
- 工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.7。

A.7 样品

A.7.1 试样粒度应不大于 0.097 mm。

A.7.2 样品应在 $100^{\circ}\text{C} \sim 105^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘干 2h，置于干燥器中冷却至室温备用。

A.8 试验步骤

A.8.1 试料

称取 0.10g 试样，精确至 0.0001g。

A.8.2 平行试验

平行做两份试验。

A.8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

A.8.4 测定

A.8.4.1 将试料（8.1）置于 150mL 烧杯中，缓慢加入 5mL 王水（5.4），低温加热至微沸，冷却至室温，移入 250mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

A.8.4.2 移取 5.00mL 试液（8.4.1），置于 100mL 容量瓶中，加入 4mL 硝酸（5.5），以水稀释至刻度，混匀。

A.8.4.3 于火焰原子吸收光谱仪上，在波长 670.8nm 处，使用空气-乙炔贫燃性火焰，以水调零，测定试液（8.4.2）及随空试料空白溶液的吸光度。从工作曲线上查出相应锂的质量浓度。

A.8.5 工作曲线的绘制

A.8.5.1 移取 0.00mL、1.00mL、3.00mL、5.00mL、10.00mL、15.00mL 锂标准溶液（5.7）分别置于一组 500mL 容量瓶中，各加入 20mL 硝酸（5.5），用水稀释至刻度，混匀。于火焰原子吸收光谱仪上，在波长 670.8nm 处，使用空气-乙炔贫燃性火焰，以水调零，在与试液测定相同条件下，测量系列标准溶液的吸光度。以锂质量浓度为横坐标，对应的吸光度（减去“零”浓度的吸光度）为纵坐标，绘制工作曲线。

A.9 结果计算

被测元素的含量以 Li_2SO_4 的质量分数 w_i 计，按式（A.1）计算：

$$\omega_{\text{Li}_2\text{SO}_4}/\% = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m} \times 10^{-6} \times 100 \times 7.920 \dots \dots \dots (\text{A.1})$$

式中：

- ρ ——自工作曲线上查得的试液中锂质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
 ρ_0 ——自工作曲线上查得的随同试料空白中锂的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
 m ——试料质量，单位为克（g）；
 V ——试液的体积，单位为毫升（mL）；

计算结果表示到小数点后两位。数字修约按 GB/8170 执行。

A.10 精密度

A.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，在以下给出的平均值范围，这两次测试结果的绝对差值不超过重复性（ r ），超过重复性（ r ）情况不超过 5%。重复性限（ r ）按表 4 数据采用线性内插法求得。

表 1 重复性限

A.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，在以下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 ）的情况下不超过 5%，再现性限（ R ）按表 8 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 再现性限

A.11 试样报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试样；
- 所使用的标准（包括发布和出版年号）；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。

附录B (规范性)

钠、钾、镁、钙、铅、砷、铬、镉、铁含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

B.1 原理

试样用硝酸溶解为溶液，稀释到规定体积，使用电感耦合等离子体发射光谱法测量溶液中待测元素的强度，根据标准溶液制作的校准曲线计算出元素最终含量。

B.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

B.2.1 水，GB/T 6682，二级。

B.2.2 硝酸 ($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。

B.2.3 硝酸 (1+1)。

B.2.4 钠、钾、镁、钙、铅、砷、铬、镉、铁标准贮存溶液：参照 GB/T 602 规定的方法分别制备钠、钾、镁、钙、铅、砷、铬、镉、铁的储备溶液，其质量浓度均为 $1000\text{ }\mu\text{g/mL}$ ；或直接购买有证标准溶液。

B.2.5 钠、钾、镁、钙、铅、砷、铬、镉、铁混合标准溶液：分别移取 20.00 mL 钠、钾、镁、钙、铅、砷、铬、镉、铁的标准贮存溶液 (B.2.4) 置于 200 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸 (B.2.3)，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 $100\text{ }\mu\text{g}$ 钠、钾、镁、钙、铅、砷、铬、镉、铁元素。

B.2.6 镁标准溶液：分别移取 20.00 mL 镁的标准贮存溶液 (B.2.4) 置于 200 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸 (B.2.3)，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 $100\text{ }\mu\text{g}$ 镁元素。

B.2.7 硫酸锂：纯度 $\geq 99.9\%$ 。

B.2.8 硫酸锂溶液 (20 g/L) 配制：称取 10 g 高纯硫酸锂 (B.2.7) 于 250 mL 烧杯中，加入少量的水和 10 mL 硝酸 (B.2.3)，煮沸，冷却，转移至 500 mL 的容量瓶。

B.2.9 氩气，体积分数 $\geq 99.996\%$ 。

B.3 仪器设备

B.3.1 电感耦合等离子体发射光谱仪。

B.3.2 烘箱：控温精度 $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

B.3.3 可控温电热板。

B.3.4 分析天平：感量为 0.1 mg 。

B.3.5 容量瓶：单标线容量瓶，符合 GB/T 12806 标准的规定。

B.4 样品

B.4.1 试样粒度应不大于 0.097 mm 。

B.4.2 试样应在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘 $2\text{--}4\text{ h}$ ，并至于干燥器中冷却至室温备用。

B.5 试验步骤

B.5.1 试料前处理

用分析天平(B.3.4)称取0.2 g试料(B.4),精确到0.0001 g。将试料(B.4)置于100mL烧杯中,缓慢加入5mL硝酸(B.2.3),低温加热至微沸,冷却至室温,移入100mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

B.5.2 平行试验

对同一试样,至少独立测定两次,结果取其平均值。

B.5.3 空白试验

随同试料进行空白试验。

B.5.4 标准曲线的绘制

标准曲线1(钠、钾元素工作曲线-硝酸介质):分别移取0mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、8.00mL、10.00mL、15.00mL钠、钾标准贮存溶液(B.2.4)于一组1000mL的容量瓶中,加入50mL硝酸(B.2.3)用水稀释至刻度,混匀。此标准溶液对应钠、钾的浓度分别为0 μ g/mL、1.00 μ g/mL、2.00 μ g/mL、5.00 μ g/mL、8.00 μ g/mL、10.0 μ g/mL、15.00 μ g/mL。

标准曲线2(镁元素工作曲线-硝酸介质):分别移取0mL、0.50mL、2.50mL、5.00mL、10.00mL、25.00mL镁标准溶液(B.2.6)于一组500 mL的容量瓶中,加入25 mL硝酸(B.2.3)用水稀释至刻度,混匀。此标准溶液镁的浓度分别为0 μ g/mL、0.10 μ g/mL、0.50 μ g/mL、1.00 μ g/mL、2.00 μ g/mL、5.00 μ g/mL。

标准曲线3(钠、钾、镁、钙、铅、砷、铬、镉、铁工作曲线-2.0g/L硫酸锂+硝酸介质):分别移取7份50mL硫酸锂溶液(B.2.8)于500mL容量瓶中,分别加入0mL、0.50mL、2.50mL、5.00mL、10.00mL、25.00mL、50.00mL钠、钾、镁、钙、铅、砷、铬、镉、铁混合标准溶液(B.2.5)和25 mL硝酸(B.2.3)用水稀释至刻度,混匀。此标准溶液对应镁的浓度分别为0 μ g/mL、0.10 μ g/mL、0.50 μ g/mL、1.00 μ g/mL、2.00 μ g/mL、5.00 μ g/mL、10.00 μ g/mL。

表1 标准曲线3各元素浓度的选择

元素	标准溶液/ μ g/mL						
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7
Na	0.00	-	0.50	1.00	2.0	5.0	10.0
K	0.00	-	0.50	1.00	2.0	5.0	10.0
Mg	0.00	0.10	0.50	1.00	2.0	5.0	-
Ca	0.00	0.10	0.50	1.00	2.0	5.0	-
Fe	0.00	0.10	0.50	1.00	2.0	5.0	-
Pb	0.00	0.10	0.50	1.00	2.0	-	-
As	0.00	0.10	0.50	1.00	2.0	-	-
Cr	0.00	0.10	0.50	1.00	2.0	-	-
Cd	0.00	0.10	0.50	1.00	2.0	-	-

备注:建议采用标准加入法建立工作曲线,消除硫酸锂基体中引入的杂质的影响。

B.5.5 测定

在与B.5.4相同仪器分析条件下,进行空白溶液(B.5.3)和试样溶液(B.5.1)的测定,通过校准曲线确定各被测元素的含量。根据待测样品中各元素含量,进行不同的稀释倍数及选择不同的曲线。

表2 不同浓度稀释比例及标准曲线选择

测试元素	含量范围%	分取mL	定容mL	硝酸(1+1)	标准曲线
钠、钾、镁、钙、铅、砷、铬、镉、铁	<0.25	-	-	-	标准曲线3
钠	0.25-0.5	-	-	-	标准曲线3
	0.5~5.0	10.00	100.00	5	标准曲线1
	5.0~10.0	5.00	100.00	5	标准曲线1
钾	0.25-0.5	-	-	-	标准曲线3
	0.5~5.0	10.00	100.00	5	标准曲线1
	5.0~10.0	5.00	100.00	5	标准曲线1
	10.0~15.0	2.00	100.00	5	标准曲线1
镁	0.25~1.5	10.00	100.00	5	标准曲线2

B.6 实验数据处理

按公式(B.1)计算各待测元素的含量,以质量分数表示:

$$\omega_x = \frac{(\rho_x - \rho_0) \times V \times D_f \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad (\text{B.1})$$

式中:

ω_x ——试样中各待测元素的质量分数(%) ;

ρ_x ——试液中各待测元素浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$) ;

ρ_0 ——空白溶液中各待测元素浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$) ;

V ——试液总体积,单位为毫升(mL) ;

D_f ——试样溶液稀释系数;

m ——试样的质量,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的平均值,所得结果表示至小数点后第二位。质量分数小于0.10%时,表示至小数点后第三位;质量分数小于0.010%时,表示至小数点后第四位。