

ICS 71.100

G10/14

备案号:

T/QHLM

青海省锂镁产业创新协会团体标准

T/QHLM 01—2018

代替 T/

盐湖碳酸锂

Salt lake lithium carbonate

(本稿完成日期: 2019.01)

2019 - 12 - 30 发布

2020 - 1 - 1 实施

青海省锂镁产业创新协会 发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
3.1 盐湖碳酸锂	1
3.2 盐湖工业级碳酸锂	1
3.3 盐湖电池级碳酸锂	1
4 技术要求	2
4.1 化学成分	2
4.2 理化指标	2
5 试验方法	3
5.1 外观	3
5.2 微量元素含量的测定	3
5.3 碳酸锂含量的测定	3
5.4 烧失量的测定	3
5.5 堆积密度的测定	3
5.6 水分的测定	3
5.7 粒径的测定	3
5.8 磁性物质的测定	3
5.9 白度的测定	3
5.10 氯量的测定	3
5.11 酸不溶物的测定	3
5.12 硫酸根的测定	3
6 检验要求	3
6.1 检查和验收	3
6.2 组批	4
6.3 取样	4
6.4 检验规则	4
6.5 检验项目	5
6.6 检验结果的判定	5
7 标志、包装、运输和贮存	5
7.1 标志	5
7.2 包装	6
7.3 运输	6
7.4 贮存	6

8 订单内容	6
附 录 A (规范性附录) 微量元素含量的测定	7
A.1 试样制备	7
A.2 标准溶液的配制	7
A.3 试样测定	8
A.4 结果计算	9
A.5 允许差	9
附 录 B (规范性附录) 碳酸锂含量的测定	10
B.1 方法提要	10
B.2 试剂	10
B.3 分析步骤	10
B.4 结果计算	10
B.5 允许差	11
附 录 C (规范性附录) 烧失量的测定	12
C.1 方法原理	12
C.2 仪器	12
C.3 测试步骤	12
C.4 计算	12
C.5 允许差	12
附 录 D (规范性附录) 堆积密度的测定	13
D.1 方法原理	13
D.2 仪器	13
D.3 测试步骤	13
D.4 计算	13
D.5 允许差	13
附 录 E (资料性附录) 推荐测定波长	14

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由青海省锂镁产业创新协会提出并归口。

本标准起草单位：中国科学院青海盐湖研究所、青海盐湖工业股份有限公司、青海省盐化工产品质量监督检验中心、青海东台吉乃尔锂资源股份有限公司、青海中信国安锂业发展有限公司、青海柴达木兴华锂盐有限公司、青海锂业有限公司、青海盐湖佛照蓝科锂业股份有限公司、青海盐湖比亚迪资源开发有限公司、青海恒信融锂业科技有限公司。

本标准主要起草人：吴志坚、谢康民、刘宏、王洪、孙洪波、庞全世、马军、何永平、黎宪宽、刘炳生、王石军、周园、王兴权、屈小荣、李健、吴蝉、孟庆芬、刘国旺、邢红、杨发平、郭敏、李翔、胡发霞、周晓军、韩辉。

盐湖碳酸锂

1 范围

本标准规定了盐湖碳酸锂的产品分类、技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存等要求。

本标准适用于以含锂盐湖卤水为原料采用各种工艺生产的碳酸锂。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6284 化工产品中水分测定的通用方法

GB/T 6388 运输包装收发货标志

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定。

GB/T 11064.9 碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 第9部分：硫酸根量的测定 硫酸钡浊度法

GB/T 11064.10 碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 第10部分：氯量的测定 氯化银浊度法

GB/T 11064.11 碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 第11部分：酸不溶物量的测定 重量法

GB/T 11064.12 碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 第12部分：碳酸根量的测定 酸碱滴定法

GB/T 19077 粒度分析 激光衍射法

GB/T 23853 卤水碳酸锂

TS/T 582 电池级碳酸锂

3 术语和定义

3.1 盐湖碳酸锂

是以盐湖卤水为原料生产的一种无机化合物，化学式为 Li_2CO_3 ，为无色单斜晶系结晶体或白色粉末。

3.2 盐湖工业级碳酸锂

制取各种高纯锂盐、铈酸锂、碳酸锂单晶的原料，用于光学特种玻璃、铝电解及炼钢保护、搪瓷工业、医药、催化剂、水泥添加剂。

3.3 盐湖电池级碳酸锂

制备锂离子电池正极材料的原料。

4 技术要求

4.1 化学成分

盐湖碳酸锂化学成分应符合表1的规定。

表1 化学成分

项目	指标 (ω /%)		
	电池级碳酸锂	工业级碳酸锂	
		优等品	合格品
碳酸锂 (Li ₂ CO ₃) 干基计 ≥	99.5	99.3	99.0
硫酸根 (SO ₄ ²⁻) ≤	0.02	0.03	0.05
氯离子 (Cl ⁻) ≤	0.01	0.03	0.05
钙 (Ca) ≤	0.003	0.01	0.02
镁 (Mg) ≤	0.005	0.015	0.02
硼 (B) ≤	0.01	0.04	0.05
钠 (Na) ≤	0.025	0.05	0.08
钾 (K) ≤	0.001	0.002	0.004
铁 (Fe) ≤	0.0005	0.001	0.003
硅 (Si) ≤	0.001	0.005	0.008
铜 (Cu) ≤	0.0001	0.002	0.003
铅 (Pb) ≤	0.0002	0.002	0.005
镍 (Ni) ≤	0.0005	0.002	0.005
锰 (Mn) ≤	0.0003	0.002	0.005
锌 (Zn) ≤	0.0003	0.002	0.005
铝 (Al) ≤	0.0005	0.002	0.005
铬 (Cr) ≤	0.0005	0.002	0.005

4.2 理化指标

盐湖碳酸锂的理化指标见表2规定。

表2 理化指标

外观	白色粉末，具有流动性，无肉眼可视夹杂物，无团聚，色泽一致。				
理化参数指标	项目	单位	电池级碳酸锂	工业级碳酸锂	
				优等品	合格品
	粒径	μm	d10≥1μm, 3μm≤d50≤8μm, 9μm≤d90≤15μm,	/	/
	水分	% ≤	0.2	0.2	0.2
	白度	% ≤	95	/	/
	堆积密度	g/cm ³	0.3-0.8	/	/
	烧失量	% ≤	0.5	0.5	0.5
酸不溶物	% ≤	0.01	0.01	0.02	

	磁性物含量	%	≤	0.0003	0.0005	0.001
--	-------	---	---	--------	--------	-------

5 试验方法

5.1 外观

产品外观质量包括颜色、流动性和是否含有肉眼可视杂物，采用目测法检查。

5.2 微量元素含量的测定

按附录A规定的方法进行测定。

5.3 碳酸锂含量的测定

按附录B规定的方法进行测定。

5.4 烧失量的测定

按附录C规定的方法进行测定。

5.5 堆积密度的测定

按附录D规定的方法进行测定。

5.6 水分的测定

按GB/T 6284 化工产品中水分测定的通用方法规定进行测定。

5.7 粒径的测定

按 GB/T 19077 粒度分析 激光衍射法规定的方法进行测定。

5.8 磁性物质的测定

按GB/T 37167标准中规定方法进行测定。

5.9 白度的测定

按GB/T23853标准中的规定方法进行测定。

5.10 氯量的测定

按GB/T11064.10标准中规定方法进行测定。

5.11 酸不溶物的测定

按GB/T11064.11标准中规定方法进行测定。

5.12 硫酸根的测定

按GB/T11064.9和GB/T11064.12标准中规定方法进行测定。

6 检验要求

6.1 检查和验收

- a) 产品应由质量监督管理部门进行检验，保证产品质量符合本标准（或订货合同）的规定，并填写质量说明书。
- b) 需方应对收到的产品按本标准的规定进行检验，如检验与本标准（或订货合同）的规定不符时，应在收到产品之日起3个月内向供方提出。如需仲裁，供需双方应在需方共同进行仲裁取样。

6.2 组批

生产企业用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的同一级别的电池级碳酸锂为一批，每批产品不超过15t。每批同一产品应提交公司质量管理部门验收，每批产品的净重为1~15吨。

6.3 取样

6.3.1 小包装（25kg）取样规则

在保证样品均匀下，采用不锈钢取样器，按照表3规定选取取样袋数，随机取样。将取样器自包装袋的上方斜插至料层深度的2/3处取样，在检查外观质量合格的前提下，将取出的样品混合均匀，用四分法缩分至约500g，分装于两个洁净、干燥的自封袋中，袋上粘贴标签并注明：生产厂名、产品名称、型号、批号、取样日期和取样者姓名。一袋用于检验，另一袋保存三个月备查。

表3 选取取样袋数的规定

同批电池级碳酸锂包装的总装袋数	同批电池级碳酸锂应取样拣选的袋装数量	同批电池级碳酸锂包装的总装袋数	同批电池级碳酸锂应取样拣选的袋装数量
1~5	全部	61~99	9
6~11	5	100~149	10
12~20	6	150~199	11
21~35	7	200~299	12
36~60	8	300~399	13

^a 每批盐湖碳酸锂产品包装的总装袋数超过399个以后，每增加100个或不到100个包装袋时，取样拣选的袋装数量应增加一个。

6.3.2 大包装（250kg、300kg、500kg）取样规则

在包装输送管路上安装线自动取样器，每包的自动取样次数不低于6次，每次取样量不少于500g，在检查外观质量合格的前提下，将取出的样品混合均匀，用四分法缩分至约500g，分装于两个洁净、干燥的自封袋中，袋上粘贴标签并注明：生产厂名、产品名称、型号、批号、取样日期和取样者姓名。一袋用于检验，另一袋保存三个月备查。

6.4 检验规则

6.4.1 出厂检验

盐湖碳酸锂产品出厂前必须做出厂试验，所做的检测项目分析包括：产品外观、Li₂CO₃主含量、水分、盐酸不溶物、烧失量、硫酸根、氯根、硼、硅、铁、镁、钠、钙、钾、白度、磁性杂质、松装密度等项目的检验为出厂检测，其它项目的检验为型式检验。将发往的产品批次上附《电池级碳酸锂产品》出厂时的质量检测报告。

6.4.2 型式检验

盐湖碳酸锂产品在批量生产前，依据该电池级碳酸锂产品标准，让第三方有资质的专业检测机构对该产品的各项指标进行全面检测分析（即CMA检测报告），是为了验证该产品能否满足技术规范的全部要求所进行的试验。通过型式试验验证后，该产品才能正式投入生产。在型式试验过程中所必须做的检测项目分析包括：产品外观、颗粒粒度（包括D10、D50、D90）、 Li_2CO_3 主含量、水分、盐酸不溶物、烧失量、硫酸根、氯根、硼、硅、钙、镁、钠、钾、铁、铜、铅、镍、锰、锌、铝、白度、磁性杂质、松装密度，委托具有资质的第三方出具的检测报告进行规整、存档。若客户投诉后发现产品质量问题，方便于作为予以追溯的依据。当出现下列几种情况时进行型式检验。

- 1) 当用户提出要求时，对提出要求的项目进行检验；
- 2) 当生产工序或流程、原料发生变化时进行型式检验；
- 3) 国家质量监督机构提出型式检验的要求时。

6.5 检验项目

每批产品检验项目包括外观质量、表1和表2规定的所有检验项目。当用户提出对产品其它项目进行检验的要求时，按合同约定进行。

6.6 检验结果的判定

6.6.1 产品外观质量不合格时，判该袋不合格。

6.6.2 产品化学成分分析结果不合格时，从备份样品中重新取样复测不合格项目，如仍有一个结果不合格时，判该批产品不合格。

6.6.3 每批产品应附有质量证明书，其上注明：

- a) 供方名称、地址、电话及传真；
- b) 产品名称；
- c) 产品级别号；
- d) 产品批号；
- e) 净重和件数
- f) 各项分析结果或各成份的保证值及检验部门印记；
- g) 本标准编号；
- h) 出厂日期。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

产品包装袋上应标明：

- 产品名称；
- 批号；
- 净重；
- 毛重；
- 主含量；
- 产地；
- 本标准名称；
- GB/T 191 中图 6 “怕湿”标志；

7.2 包装

7.2.1 盐湖级碳酸锂包装袋分 25kg、250Kg、300kg、500kg 等几种规格，或根据用户要求采用其它符合国家标准重量包装。产品净重为 25kg±0.1Kg，其余规格净重±0.5Kg。

7.2.2 内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，外包装采用塑料编织袋，其性能和检验方法应符合有关规定。

7.2.3 内袋采用尼龙绳两次扎紧，或用与其相当的其他方式封口；小包装外袋在距袋边不小于 30mm 处折边，在距袋边不小于 15mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线封口。缝线整齐，针距均匀。无漏缝和跳线现象；大包装外袋采用尼龙绳两次扎紧。

7.3 运输

产品搬运时应防止包装袋破损，并注意防潮，并在运输过程中应有遮盖物。

7.4 贮存

产品应贮存在干燥、无酸腐蚀气氛处。保质期3年。

8 订单内容

订购本标准所列产品的订货单（或合同）应包括下列内容：

- a) 产品名称；
- b) 产品级别号；
- c) 净重和件数；
- d) 物理状态；
- e) 包装要求；
- f) 交货日期；
- g) 本标准编号；
- h) 增加本标准以外内容的协商结果。

附 录 A
(规范性附录)
微量元素含量的测定

A.1 试样制备

采用四分法，样品经多次缩分后剩约20g，分别称取约 0.50g均匀试样各两份，其中一份用于酸碱滴定法测定碳酸锂中的总碳酸根量法，一份用于电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP）测定碳酸锂中的余量，精确至0.0001g。其中一份约 0.50g均匀试样置于100mL聚四氟乙烯烧杯中，先用适量水润湿，并加盖表面皿后缓慢加入10mL硝酸溶液(1+1)，滴加至试样完全溶解后再过量1mL，于低温处溶至清亮，冷却。然后完全转移至100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，采用电感耦合等离子体发射光谱仪进行测定待测。

A.2 标准溶液的配制

- a) Al、Cd、Cu、Mn、Ni、Pb、Zn 标准贮存溶液均按 GB/T 11064.13-2013 中第 3.16 条进行配置。
- b) Na、K、Fe、Ca、Mg 标准贮存溶液均按 DB63/T 1297-2014 中第 3.16 条进行配置。
- c) B 标准贮存溶液按 GSB 04-1716-2004 进行配置。
- d) Si 标准贮存溶液按 GSB 04-1752-2004 进行配置。在电感耦合等离子体原子发射光谱上，以水调零，将澄清或干过滤的分析试液、空白试液与标准系列溶液按表 A.1 规定，将各元素标准溶液分别移入 100mL 的容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀。

表A.1 标准曲线

元素名称	标准溶液	工作曲线	1#	2#	3#	4#	5#
钠 (Na)	0.5mg/mL	工作曲线浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)	0	5	10	20	25
		标准溶液体积 /mL	0.00	1.00	2.00	4.00	5.00
钾 (K)	0.01mg/mL	工作曲线浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)	0	0.2	0.4	0.8	1
		标准溶液体积 /mL	0.00	2.00	4.00	8.00	10.00
钙 (Ca)	0.1mg/mL	工作曲线浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)	0	1	2	4	5
		标准溶液体积 /mL	0.00	1.00	2.00	4.00	5.00
镁 (Mg)	0.1mg/mL	工作曲线浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)	0	0.5	1	2	5
		标准溶液体积 /mL	0.00	0.50	1.00	2.00	5.00
铁 (Fe)	0.1mg/mL	工作曲线浓度/	0	0.5	1	2	5

		($\mu\text{g/mL}$)					
		标准溶液体积 /mL	0.00	0.50	1.00	2.00	5.00
铝 (Al)	1mg/mL	工作曲线浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)	0.00	0.125	0.250	0.500	1.250
		标准溶液体积 /mL	0.00	0.50	1.00	2.00	5.00
铬 (Cr)	1mg/mL	工作曲线浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)	0.00	0.125	0.250	0.500	1.250
		标准溶液体积 /mL	0.00	0.50	1.00	2.00	5.00
铜 (Cu)	1mg/mL	工作曲线浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)	0.00	0.125	0.250	0.500	1.250
		标准溶液体积 /mL	0.00	0.50	1.00	2.00	5.00
锰 (Mn)	1mg/mL	工作曲线浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)	0.00	0.125	0.250	0.500	1.250
		标准溶液体积 /mL	0.00	0.50	1.00	2.00	5.00
镍 (Ni)	1mg/mL	工作曲线浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)	0.000	0.125	0.250	0.500	1.250
		标准溶液体积 /mL	0.00	0.50	1.00	2.00	5.00
铅 (Pb)	1mg/mL	工作曲线浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)	0.000	0.125	0.250	0.500	1.250
		标准溶液体积 /mL	0.00	0.50	1.00	2.00	5.00
锌 (Zn)	1mg/mL	工作曲线浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)	0.000	0.125	0.250	0.500	1.250
		标准溶液体积 /mL	0.00	0.50	1.00	2.00	5.00
硼 (B)	0.02mg/mL	工作曲线浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)	0	0.4	0.8	1.2	2.0
		标准溶液体积 /mL	0	2	4	6	10
硅 (Si)	0.02mg/mL	工作曲线浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)	0	0.4	0.8	1.2	2.0
		标准溶液体积 /mL	0	2	4	6	10

^b 各元素推荐测定波长见附录 E. 1。

A. 3 试样测定

测定前，根据待测元素性能和仪器性能，进行氩气流量、射频发生器功率等测量条件优化并确定，然后用等离子发射光谱法在测定波长处测定各种标准溶液的辐射强度，以各标准质量浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）为横坐标，相应的辐射强度为纵坐标，绘制工作曲线。试验溶液在与测定标准溶液相同的条件下测定，测得的辐射强度，在工作曲线上查出相应元素的质量浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）。

A.4 结果计算

元素含量以各元素的质量分数 $\omega(\chi)$ 计，数值以%表示，按式(A.1)计算：

$$\omega(\chi) = \frac{(C_1 - C_2) \times V_1 \times K}{m_0 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots \text{(A.1)}$$

式中：

C_1 —从工作曲线上查的试液中各元素的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

C_2 —从工作曲线上查的空白溶液中各元素的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V_1 —测定试液的体积，单位为毫升（ml）；

K —测定试液稀释倍数；

m_0 —试料量，单位为克（g）。

计算结果按GB/T 8170进行修约并表示。

A.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次测定结果的绝对值不大于表A.2中的数值。

表A.2 各元素的允许差

元素	绝对差值/%
钠 (Na)	0.02
钾 (K)	0.0005
镁 (Mg)	0.005
钙 (Ca)	0.005
铁 (Fe)	0.0002
铝 (Al)	0.0001
铬 (Cr)	0.0002
铜 (Cu)	0.00015
锰 (Mn)	0.0001
镍 (Ni)	0.0005
铅 (Pb)	0.00015
锌 (Zn)	0.00015
硼 (B)	0.0005
硅 (Si)	0.0005

附 录 B
(规范性附录)
碳酸锂含量的测定

B.1 方法提要

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试料的总碱度，以消耗盐酸标准滴定溶液的量计算碳酸锂的含量。其中试料中钙含量应换算为碳酸锂含量从计算结果中减去；其中试料中钠的含量应根据离子守恒原理先从总钠中将氯化钠形式的钠扣除后，再将换算为碳酸锂含量后从计算结果中扣除。

B.2 试剂

- a) 甲基红-溴甲酚绿指示剂：移取 30mL 溴甲酚绿溶液 (b) 和 10mL 甲基红溶液 (c)，混匀。
- b) 溴甲酚绿溶液：称取 0.1g 溴甲酚绿，溶于 100mL 乙醇 (95%) 溶液中。
- c) 甲基红溶液：称取 0.2g 甲基红，溶于 100mL 乙醇 (95%) 溶液中。
- d) 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=0.30\text{mol/L}$]。
- e) 配制：移取 25mL 盐酸 ($\rho=1.19\text{g/mL}$)，置于 1000mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。
- f) 标定：标定与试料的测定平行进行

B.3 分析步骤

称取三份 0.7200g 预先在 $270^{\circ}\text{C}\sim 300^{\circ}\text{C}$ 高温炉灼烧 2h，并置于干燥器中冷却至室温的碳酸钠 (基准试剂)，分别置于 250mL 三角瓶中，加入 50mL 水溶解，加入 10 滴甲基红-溴甲酚绿指示剂，用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿色变为酒红色，煮沸 2min，驱除二氧化碳，冷却，继续滴定至溶液再呈酒红色即为终点。平行标定所消耗盐酸标准滴定溶液体积的极差值不应超过 0.10mL，取其平均值。随同标定做空白试验。

将试料其中一份均匀试样置于 250mL 三角瓶中，加入 20mL 水，10 滴甲基红-溴甲酚绿指示剂，用盐酸标准滴定溶液滴定至试液由绿色变为酒红色，煮沸 2min，驱除二氧化碳，冷却，继续滴定至溶液呈酒红色即为终点。

B.4 结果计算

碳酸锂的含量以碳酸锂的质量分数计，数值以%表示，按式 (B.1) 计算：

$$w_{\text{Li}_2\text{CO}_3^{2-}} = \frac{c \cdot (V_1 - V_2) \times 36.94}{m_0 \times 1000} \times 100 - w_{\text{Ca}} \times 1.847 - (w_{\text{Na}} \times 1.606 - w_{\text{Cl}} \times 1.042) \dots \dots \dots \text{(B.1)}$$

式中：

c —盐酸标准滴定溶液 (d) 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 (d) 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 (d) 的体积，单位为毫升 (mL)；

T/QHLM 01—2018

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

m_0 —试料的质量，单位为克 (g)；

w_{Ca} —钙的质量分数，数值以%表示；

1.847—钙对碳酸锂的换算因数；

w_{Na} —钠的质量分数，数值以%表示；

1.606—钠对碳酸锂的换算因数；

w_{Cl} —氯的质量分数，数值以%表示；

1.042—氯对碳酸锂的换算因数；

所得结果应表示到小数点后二位

B.5 允许差

实验室之间分析结果的绝对差值不大于0.3%。

附 录 C
(规范性附录)
烧失量的测定

C.1 方法原理

称取一定量的试样，在 $500 \pm 5^\circ\text{C}$ 下干燥，求算热干燥减量，计算试样中的烧失量。

C.2 仪器

瓷坩埚30 mL、马弗炉、干燥器。

C.3 测试步骤

用 500°C 下烘至恒重的瓷坩埚称取试样10克~15克，准确至0.0001克。放入 $500^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 的瓷坩埚中烘干30分钟，取出在室温下冷却5分钟后放入干燥器中，冷却至室温后称重。

C.4 计算

按式(C.1)计算试样的烧失量，数值以%表示。

$$w_{H_2O} = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \dots\dots\dots (C.1)$$

式中：

- m_1 ——瓷坩埚的重量，单位为克（g）；
- m_2 ——烘前瓷坩埚和样品质量，单位为（g）；
- m_3 ——烘干后瓷坩埚和样品质量，单位为（g）。

C.5 允许差

两次平行测定结果之差不大于0.04%，取其算术平均值为测定的结果。

附 录 D
(规范性附录)
堆积密度的测定

D.1 方法原理

根据GB/T 16913.3-2008（自然堆积法松装密度的测定）。

D.2 仪器

多功能粉体综合测定仪、分析天平。

D.3 测试步骤

将自然堆积法松装密度出料漏斗安装到测试室顶部并固定；双手内压减震平台两侧的按钮，将减震平台提升到第一档位；将溢料盘、松装密度量杯定位台、自然堆积法100ml的不锈钢量杯依次放到减震平台上；打开振动筛开关，在振动筛上加料；使样品通过筛网、内置漏斗充满量杯密度容器；当粉体充满密度容器后即可停止加料，关闭振动筛，用刮板将多余的料刮出，并用毛刷将外面的粉扫除干净，用天平称量粉体的质量，连续试验3次。

D.4 计算

按式(D.1)计算试样的烧失量，数值以%表示。

$$\rho = \frac{m_1 + m_2 + m_3}{3v} \dots\dots\dots (D.1)$$

式中：

m ——容器内样品的质量，单位为克（g）；

v ——容器的体积，单位为（ cm^3 ）；

D.5 允许差

两次平行测定结果之差不大于0.05%，取其算术平均值为测定的结果。

附 录 E
(资料性附录)
推荐测定波长

各元素的推荐测定波长见表E.1

表E.1 推荐测定波长

元素	Al	Ca	B	Cu	Mg
波长/nm	257.51	396.847	249.773	324.754	280.27
元素	Mn	Ni	Pb	Zn	K
波长/nm	259.373	231.604	220.353	213.856	766.49
元素	Na	Si	Mg	Fe	-
波长/nm	589.592	212.412	285.213	238.204	-