



中华人民共和国国家标准

GB/T 11064.12—2013
代替 GB/T 11064.12—1989

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

Methods for chemical analysis of lithium carbonate, lithium hydroxide
monohydrate and lithium chloride—
Part 12: Determination of carbonate content—
Acid-alkali titrimetric method

2013-11-27 发布

2014-08-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 11064《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法》分为 16 部分：

- 第 1 部分：碳酸锂量的测定 酸碱滴定法；
- 第 2 部分：氢氧化锂量的测定 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、铝量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 11064 的第 12 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 11064.12—1989《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 吸收滴定法测定二氧化碳量》。本部分与 GB/T 11064.12—1989 相比主要变化如下：

- 将测定“二氧化碳量”改为“碳酸根量”；
- 增加了重复性条款；
- 对文本格式进行了重新编辑，增加了试验报告。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：新疆昊鑫锂盐开发有限公司、四川天齐锂业股份有限公司、海门容汇通用锂业有限公司、江西赣锋锂业股份有限公司、新疆有色金属研究所。

本部分主要起草人：夏淑芬、勾海霞、罗玉萍、邓红云、谢绍忠、易清云、关玉珍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 11064.12—1989。

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

1 范围

GB/T 11064 的本部分规定了单水氢氧化锂中碳酸根量的测定方法。

本部分适用于单水氢氧化锂中碳酸根量的测定。测定范围为 0.15%~2.00%。

2 方法提要

试料以水溶解,以酚酞为指示剂,用盐酸标准溶液滴定至溶液红色消失,再以甲基橙为指示剂。继续用盐酸标准溶液滴定到稳定的橙红色为终点,计算碳酸根的量。

3 试剂

除非另有说明,本部分所用试剂均为分析纯试剂,所用水均为二次去离子水。

3.1 酚酞指示剂(10 g/L):称取 1 g 酚酞,溶于 100 mL 乙醇中(95%)。

3.2 甲基橙指示剂(1 g/L):称取 0.1 g 甲基橙,溶于 70 °C 的水中,冷却,稀释至 100 mL。

3.3 盐酸溶液(2 mol/L):移取 167 mL 盐酸($\rho=1.19$ g/mL),置于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。

3.4 甲基红-溴甲酚绿指示剂:移取 30 mL 溴甲酚绿溶液(3.4.1)和 10 mL 甲基红溶液(3.4.2),混匀。

3.4.1 溴甲酚绿溶液:称取 0.1 g 溴甲酚绿,溶于 100 mL 乙醇。

3.4.2 甲基红溶液:称取 0.2 g 甲基红,溶于 100 mL 乙醇(95%)中。

3.5 盐酸标准滴定溶液[$c(\text{HCl})=0.10$ mol/L]。

3.5.1 配制:移取 8.3 mL 盐酸($\rho=1.19$ g/mL),置于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。

3.5.2 标定:标定与试料的测定平行进行。

称取三份 0.132 5 g 预先在 270 °C~300 °C 高温炉灼烧 2 h,并置于干燥器中冷却至室温的碳酸钠(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(3.4),用盐酸标准滴定溶液(3.5)滴定至溶液由绿色变为暗红色,煮沸 2 min,驱除二氧化碳,冷却,继续滴定至溶液再呈暗红色即为终点。平行标定所消耗盐酸标准滴定溶液(3.5)体积的极差值不应超过 0.10 mL,取其平均值。

随同标定做空白试验。

盐酸标准滴定溶液(3.5)的实际浓度按式(1)计算:

$$c = \frac{m \times 1\,000}{(V - V_0) \times 52.99} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c —— 盐酸标准滴定溶液(3.5)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(3.5)的体积,单位为毫升(mL);