



中华人民共和国国家标准

GB/T 11064.10—2013
代替 GB/T 11064.10—1989

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

Methods for chemical analysis of lithium carbonate, lithium hydroxide monohydrate and lithium chloride—
Part 10: Determination of chloride content—
Silver chloride nephelometry 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 10 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 11064.10—1989《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 械量法测定氯化物量》。本部分与 GB/T 11064.10—1989 相比，主要变化如下：

- 分析方法由“械量法”改为“氯化银浊度法”；
- 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。

本部分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：新疆有色金属研究所、赣州有色冶金研究所、四川天齐锂业股份有限公司。

本部分主要起草人：关玉珍、康泽彦、叶春生、杨峰、刘鸿、勾海霞、罗玉萍、张向红。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 11064.10—1989。

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

1 范围

GB/T 11064 的本部分规定了碳酸锂、单水氢氧化锂中氯量测定方法。

本部分适用于碳酸锂、单水氢氧化锂中氯量的测定方法。测定范围为 0.001 0%~0.10%。

2 方法提要

在硝酸介质中,氯离子与银离子生成难溶的氯化银。在一定时间内氯化银呈悬浮体,于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度,求得氯的含量。

3 试剂

除非另有说明,本部分所用试剂均为优级纯试剂,所用水均为二次去离子水。

3.1 硝酸(1+1)。

3.2 硝酸(9+16)。

3.3 硝酸银溶液(0.1 mol/L):称取 17.0 g 硝酸银置于烧杯中,加水溶解,移入 1 000 mL 棕色容量瓶中,滴加硝酸(3.1)使溶液透明,以水稀释至刻度,摇匀,存于暗处。

3.4 氢氧化钠溶液(100 g/L):称取 10 g 氢氧化钠置于 250 mL 塑料烧杯中,加 100 mL 去二氧化碳水溶解,保存于塑料瓶中。

3.5 对硝基酚指示剂(1 g/L),分析纯,用乙醇配制。

3.6 氯标准贮存溶液:称取 1.648 4 g 预先在 500 °C 灼烧至恒重的氯化钠(基准物质),置于 100 mL 烧杯中,以水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,摇匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氯。

3.7 氯标准溶液 A:移取 25.00 mL 氯标准贮存溶液(3.6),置于 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 氯。

3.8 氯标准溶液 B:移取 25.00 mL 氯标准溶液(3.7)置于 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 10 μg 氯。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

5.1 碳酸锂试样预先在 250 °C~260 °C 烘 2 h,置于干燥器中冷至室温。

5.2 单水氢氧化锂试样应装满于塑料器皿中,密封贮存。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样, 精确至 0.000 1 g。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验,加入与分解试料等量的酸,在低温下蒸发至近干。

6.3 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 200 mL 烧杯中,加少量水和 1 滴对硝基酚指示剂(3.5),滴加硝酸(3.1)至完全分解(黄色消失),加热煮沸,驱除二氧化碳,冷却,按表 1 移入容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。按表 1 分取试液置于 25 mL 比色管中。

表 1

氯化物的质量分数/%	试料/g	容量瓶/mL	分取试液量/mL
0.001~0.005	5.00	50	10.00
>0.005~0.01	5.00	100	10.00
>0.01~0.05	2.00	100	5.00
>0.05~0.10	1.00	100	2.00

6.4.2 用氢氧化钠溶液(3.4)调至溶液呈黄色,再用硝酸(3.2)滴至无色并过量 2 mL,加入 1 mL 硝酸银溶液(3.3),以水稀释至刻度,摇匀。放置 15 min。

6.4.3 将部分溶液(6.4.2)移入3 cm 比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长420 nm处测量其吸光度。

6.4.4 减去空白溶液吸光度,从工作曲线上查出相应的氯量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 氯标准溶液 B(3.8)，分别置于一组 25 mL 比色管中，以水稀释至 10 mL，加 1 滴对硝基酚指示剂(3.5)，以下按 6.4.2 进行。

6.5.2 将部分溶液(6.5.1)移入3 cm 比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长420 nm处测量其吸光度,以氯量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

氯的含量以质量分数 $w(\text{Cl}^-)$ 计, 数值以%表示, 按式(1)计算:

式中：

m_1 ——测定试液中测得的氯量, 单位为微克(μg);

m_0 ——测定空白溶液的氯量,单位为微克(μg);

m ——试料的质量,单位为克(g);

V ——试液的总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

所得结果应表示至二位小数,小于0.1%时表示至三位小数,小于0.01%时表示至四位小数。

8 精密度

8.1 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,这两次结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)情况不超过5%。重复性限(r)按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2

$w(\text{Cl}^-) / \%$	0.001 0	0.025	0.080
$r / \%$	0.000 2	0.006	0.006

8.2 允许差

实验室之间分析结果差值应不大于表3所列允许差。

表 3

氯的质量分数/%	允许差/%
0.001 0~0.005 0	0.000 5
>0.005 0~0.010	0.002
>0.010~0.050	0.006
>0.050~0.10	0.010

9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 试样;
- 本标准编号;
- 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。

中华人民共和国
国家标准

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 11064.10—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2014 年 2 月第一版 2014 年 2 月第一次印刷

*
书号: 155066·1-48127 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 11064.10-2013