

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 电位滴定法测定氯化锂量

GB 11064.3—89

Lithium chloride —Determination
of lithium chloride content—
Potentiometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了氯化锂中氯化锂含量的测定方法。

本标准适用于工业级氯化锂中氯化锂含量的测定。测定范围：大于95.00%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法提要

试料以水溶解。在酸性溶液中，以银（或银-硫化银）电极为测量电极，甘汞电极为参比电极，以硝酸银标准滴定溶液滴定氯化物。用二级微商法确定其反应终点，以消耗硝酸银标准滴定溶液的体积计算氯化锂的含量。

4 试剂

4.1 硝酸(1+1)，优级纯。

4.2 氯化钠标准溶液[$c(\text{NaCl})=0.1000\text{ mol/L}$]：称取5.8443 g 预先在450~500℃灼烧1.5 h 并在干燥器中冷却至室温的氯化钠（基准试剂），置于250 mL 烧杯中，加水溶解后，移入1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

4.3 硝酸银标准滴定溶液[$c(\text{AgNO}_3)=0.1000\text{ mol/L}$]。

4.3.1 配制：称取16.9872 g 硝酸银（基准试剂），置于250 mL 烧杯中，加水溶解后，移入1 000 mL 棕色容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

4.3.2 标定：标定与试样的测定平行进行。

移取三份40.00 mL 氯化钠标准溶液(4.2)，分别置于250 mL 烧杯中，加水至150 mL，加入1滴溴酚蓝指示剂(4.4)，加入1~2滴硝酸(4.1)，至溶液恰呈蓝色，放入电磁搅拌子，将烧杯置于电磁搅拌器上，开动搅拌器，将测量电极(5.1.2)和参比电极(5.1.3)插入溶液中，连接电位计(5.1.1)，调整电位器零点，记录起始电位值。

用硝酸标准滴定溶液(4.3)进行电位滴定，其滴定方式为先加入10 mL，再逐次加入一定量，快到终点时每次加入0.05 mL，记录每次加入后硝酸银标准滴定溶液体积及相对应的电位值 E ，计算出连续增加的电位值 ΔE_1 和 ΔE_2 之间的差值 ΔE_3 ， ΔE_3 的最大值即为滴定终点，到达终点后再记录两次电位值 E 。记

录格式详见附录 A(参考件)。

滴定至终点所消耗的硝酸银标准滴定溶液(4.3)的体积 V_1 按式(1)计算:

$$V_1 = V_2 + V_3 \times \frac{b}{B} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_1 ——滴定氯化钠标准溶液(4.2)消耗硝酸银标准滴定溶液(4.3)的体积, mL;

V_2 ——电位增量值 ΔE_1 达最大值前加入硝酸银标准滴定溶液(4.3)的体积, mL;

V_3 ——电位增量值 ΔE_1 达最大值前最后一次加入硝酸银标准滴定溶液(4.3)的体积, mL;

b —— ΔE_2 最后一次正值;

B —— ΔE_2 最后一次正值和第一次负值的绝对值之和。

平行标定所消耗硝酸银标准滴定溶液(4.3)体积的极差值不应超过 0.10 mL, 取其平均值。

4.3.3 硝酸银标准滴定溶液的实际浓度按式(2)计算:

$$c = \frac{c_1 \times V_4}{V_1} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: c ——硝酸银标准滴定溶液(4.3)的实际浓度, mol/L;

c_1 ——氯化钠标准溶液(4.2)浓度, mol/L;

V_4 ——移取氯化钠标准溶液(4.2)的体积, mL;

V_1 ——滴定氯化钠标准溶液(4.2)消耗硝酸银标准滴定溶液(4.3)的体积, mL。

4.4 溴酚蓝指示剂(1 g/L): 用乙醇配制。

5 仪器

5.1 电位滴定装置

5.1.1 电位计: 精度 2 mV。

5.1.2 测量电极: 银电极或银-硫化银电极。

5.1.3 参比电极: 双液接型饱和甘汞电极, 滴定时外套管内装硝酸钾溶液(0.1 mol/L)。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 4~4.5 g 试样, 置于预先在 250~260℃ 烘 2 h 并称至恒重的称量瓶中, 再在 250~260℃ 烘 2 h, 于干燥器中冷至室温, 称重, 精确至 0.000 2 g。两次重量之差即为试料的质量。

独立地进行两次测定, 取其平均值。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中, 用水溶解, 移入 250 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

6.3.2 分取 10.00 mL 试液(6.3.1), 置于 250 mL 烧杯中, 加水至 50 mL, 加入 1 滴溴酚蓝指示剂(4.4), 加入 1~2 滴硝酸(4.1), 使溶液恰呈黄色, 用硝酸银标准滴定溶液(4.3)进行电位滴定。

注: 滴定试液的速度与标定时滴定的速度应保持一致。

7 分析结果的计算与表述

氯化锂的百分含量(%)按式(3)计算:

$$\text{LiCl} = \frac{c \times (V_5 - V_6) \times V_0 \times 0.042\,39}{m_0 \times V_7} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

- 式中： c——硝酸银标准滴定溶液(4.3)的实际浓度, mol/L;
V₅——滴定试液消耗硝酸银标准滴定溶液(4.3)的体积, mL;
V₆——滴定空白溶液消耗硝酸银标准滴定溶液(4.3)的体积, mL;
V₀——试液总体积, mL;
V₇——分取试液体积, mL;
m₀——试料的质量, g;

0.042 39——与1.00 mL 硝酸银标准滴定溶液[c(AgNO₃)=1.000 mol/L]相当的氯化锂的质量, g。
所得结果应表示至二位小数。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

		%
氯化锂含量	允 许 差	
>95.00	0.35	

附录 A
试验记录格式举例
(参考件)

表 A1

硝酸银标准滴定溶液(4.3)体积 mL	<i>E</i> mV	ΔE_1 mV	ΔE_2 mV
19.95	350		
20.00	374	24	+25
20.05	423	49	-28
20.10	444	21	-7
20.15	458	14	

$$V_1 = V_2 + V_3 \times \frac{b}{B}$$

$$V_1 = 20.00 + 0.05 \times \frac{25}{25 + 28} = 20.02(\text{mL})$$

附加说明：
本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所提出。
本标准由新疆有色金属研究所负责起草。
本标准由新疆有色金属研究所起草。
本标准主要起草人张绍辉。

