



中华人民共和国国家标准

GB/T 11064.3—2013
代替 GB/T 11064.3—1989

碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂 化学分析方法

第3部分：氯化锂量的测定 电位滴定法

Methods for chemical analysis of lithium carbonate,
lithium hydroxide monohydrate and lithium chloride—
Part 3: Determination of lithium chloride content—
Potentiometric method

2013-09-06 发布

2014-05-01 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 3 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 11064.3—1989《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》。本部分与 GB/T 11064.3—1989 相比主要变化如下：

- 增加了重复性条款；
- 对文本进行了重新编辑，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：四川天齐锂业股份有限公司、江西赣峰锂业股份有限公司、新疆有色金属研究所、北京矿冶研究总院。

本部分主要起草人：涂明江、罗玉萍、勾海霞、易青云、曾宪勤、张绍辉、姜求韬。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 11064.3—1989。

碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂 化学分析方法

第 3 部分：氯化锂量的测定 电位滴定法

1 范围

GB/T 11064 的本部分规定了氯化锂中氯化锂量的测定方法。

本部分适用于氯化锂中氯化锂量的测定。测定范围：大于 95.00%。

2 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，以硝酸银标准溶液滴定氯化物。用二级微商确定其反应终点，以消耗硝酸银标准滴定溶液的量计算氯化锂的含量。

3 试剂

除非另有说明，本部分所用试剂均为分析纯试剂，所用水均为去离子水。

3.1 硝酸(1+1)，优级纯。

3.2 溴酚蓝乙醇溶液(1 g/L)。

3.3 氯化钠标准溶液 $[c(\text{NaCl})=0.1000 \text{ mol/L}]$ ：称取 5.844 3 g 预先在 450 °C~500 °C 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，摇匀。

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

3.4.1 配制：称取 17.0 硝酸银，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，摇匀。

3.4.2 标定：标定与试料的测定平行进行。

移取三份 25.00 mL 氯化钠标准溶液(3.3)，分别置于 250 mL 烧杯中，加水至 150 mL，加入 1 滴溴酚蓝乙醇溶液(3.2)，加入 1 滴~2 滴硝酸(3.1)，至溶液恰呈黄色，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(4.2)和参比电极(4.3)插入溶液中，连接电位计(4.1)，调整电位器零点，记录起始电位值。

用硝酸银标准滴定溶液(3.4)进行电位滴定，缓慢均匀的加入硝酸银标准滴定溶液，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的电位值 E ，计算出连续增加的电位值 ΔE_1 和 ΔE_1 之间的差值 ΔE_2 ， ΔE_1 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(3.4)的体积 V_1 按式(1)计算：

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