



中华人民共和国国家标准

GB/T 11064.9—2013
代替 GB/T 11064.9—1989

GB/T 11064.9—2013

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

Methods for chemical analysis of lithium carbonate, lithium hydroxide
monohydrate and lithium chloride—
Part 9: Determination of sulfate content—
Barium sulfate nephelometry method

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 9 部分：硫酸根量的测定
硫酸钡浊度法
GB/T 11064.9—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: 155066·1-48128 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 11064.9—2013

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

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

随同试样做空白试验,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 将试料置于 200 mL 烧杯中,加入少量水,加入 1 滴对硝基酚指示剂(3.6),滴加盐酸(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。

6.4.2 按表 1 分取试液置于 25 mL 比色管中,以氨水(3.3)调至溶液呈黄色,再以盐酸(3.2)调至溶液黄色刚好消失,过量 2 mL,加入 2 mL 丙三醇溶液(3.4),加入 7 mL 氯化钡溶液(3.5),以水稀释至刻度,静置 10 min 后,摇匀。

注:静置温度为 25 ℃~30 ℃。硫酸根含量低于 0.015% 时,静止时间为 30 min~60 min。

表 1

硫酸根的质量分数/%	试料/g	容量瓶/mL	锂基体溶液/mL	分取试液/mL	比色皿/cm
0.005 0~0.030	5.00	50	10.0	10.00	5
>0.030~0.30	2.00	100	0.0~2.0	5.00~10.00	3
>0.30~0.80	1.00	100	0.0	2.00~5.00	3

6.4.3 将部分溶液(6.4.2)按表 1 移入比色皿中,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硫酸根的含量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 硫酸根标准溶液(3.8),分别置于一组 25 mL 比色管中,按表 1 加入锂基体溶液(3.9),管内试液不足 10 mL 用水稀释至约 10 mL,加 1 滴对硝基酚指示剂(3.6),以下按分析步骤(6.4.2)进行测定。

6.5.2 将部分溶液(6.5.1)按表 1 移入比色皿中,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,以硫酸根的量作为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

硫酸根的含量以质量分数计 $w(\text{SO}_4^{2-})$,按式(1)计算:

$$w(\text{SO}_4^{2-}) = \frac{(m_1 - m_0)V \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

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 9 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 11064.9—1989《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 还原滴定法测定硫化物量》。本部分与 GB/T 11064.9—1989 相比主要变化如下:

- 改变了测定方法;
- 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:四川天齐锂业股份有限公司、中核建中核燃料元件有限公司锂钙公司、海门容汇通用锂业有限公司、新疆有色金属研究所。

本部分主要起草人:金鹏、涂明江、勾海霞、罗玉萍、关玉珍、陈燕、张敬东、赵兵、邓红云、刘妍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 11064.9—1989。