

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 吸收滴定法测定二氧化碳量

GB 11064.12-89

Lithium hydroxide monohydrate
—Determination of carbon dioxide content
—Absorption titrimetric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了单水氢氧化锂中二氧化碳含量的测定方法。

本标准适用于工业级单水氢氧化锂中二氧化碳含量的测定。测定范围：0.050%~2.00%。

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

试料用水溶解，用盐酸酸化使其中的碳酸盐全部转化为碳酸，在氮气流下煮沸试液，释放出的二氧化碳用一定量的氢氧化钡溶液吸收，以百里酚酞为指示剂，用盐酸标准滴定溶液滴定过量部分的氢氧化钡溶液至试液由蓝色变为无色。以消耗盐酸标准滴定溶液的量计算二氧化碳的含量。

4 试剂

4.1 盐酸(1+1)。

4.2 乙酸铅纸条： $l \times b$, mm: 15×8的滤纸用乙酸铅溶液(20%)浸泡，晾干。

4.3 氮气：预先提纯。

4.4 氢氧化钡溶液($c[1/2\text{Ba}(\text{OH})_2]=0.1 \text{ mol/L}$)：称取15.0 g 氢氧化钡 $[\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}]$ ，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。静置24 h后取其上层清液使用。

4.5 盐酸标准滴定溶液 $[c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}]$

4.5.1 配制：移取9 mL 盐酸($\rho=1.19 \text{ g/mL}$)，置于1 000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

4.5.2 标定：标定与试料的测定平行进行。

称取三份0.200 0 g 预先在300℃灼烧2 h 并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25~30 mL水溶解，加入0.1~0.2 mL 甲基红-溴甲酚绿指示剂(4.8)，用盐酸标准滴定溶液(4.5)滴定至溶液由绿色变为酒红色，加热煮沸驱除二氧化碳，冷却，继续滴定至酒红色即为终点。平行标定消耗盐酸标准滴定溶液(4.5)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(4.5)的实际浓度按式(1)计算：

$$c = \frac{m}{(V - V_0) \times 0.05299} \dots\dots\dots (1)$$

式中：c——盐酸标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m——碳酸钠的质量，g；

V——滴定碳酸钠消耗盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

V₀——滴定空白溶液消耗盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

0.05299——与1.00 mL 盐酸标准滴定溶液 [c(HCl) = 1.000 mol/L] 相当的碳酸钠的质量，g。

4.6 甲基橙指示剂(0.5 g/L)。

4.7 百里酚酞指示剂(5 g/L)：用乙醇配制。

4.8 甲基红-溴甲酚绿指示剂：一份甲基红乙醇溶液(2 g/L)与三份溴甲酚绿乙醇溶液(1 g/L)混合。

4.9 氢氧化钠溶液(20%)，提纯氮气用。

4.10 饱和氢氧化钡溶液，提纯氮气用。

5 仪器

吸收滴定装置，见图1。

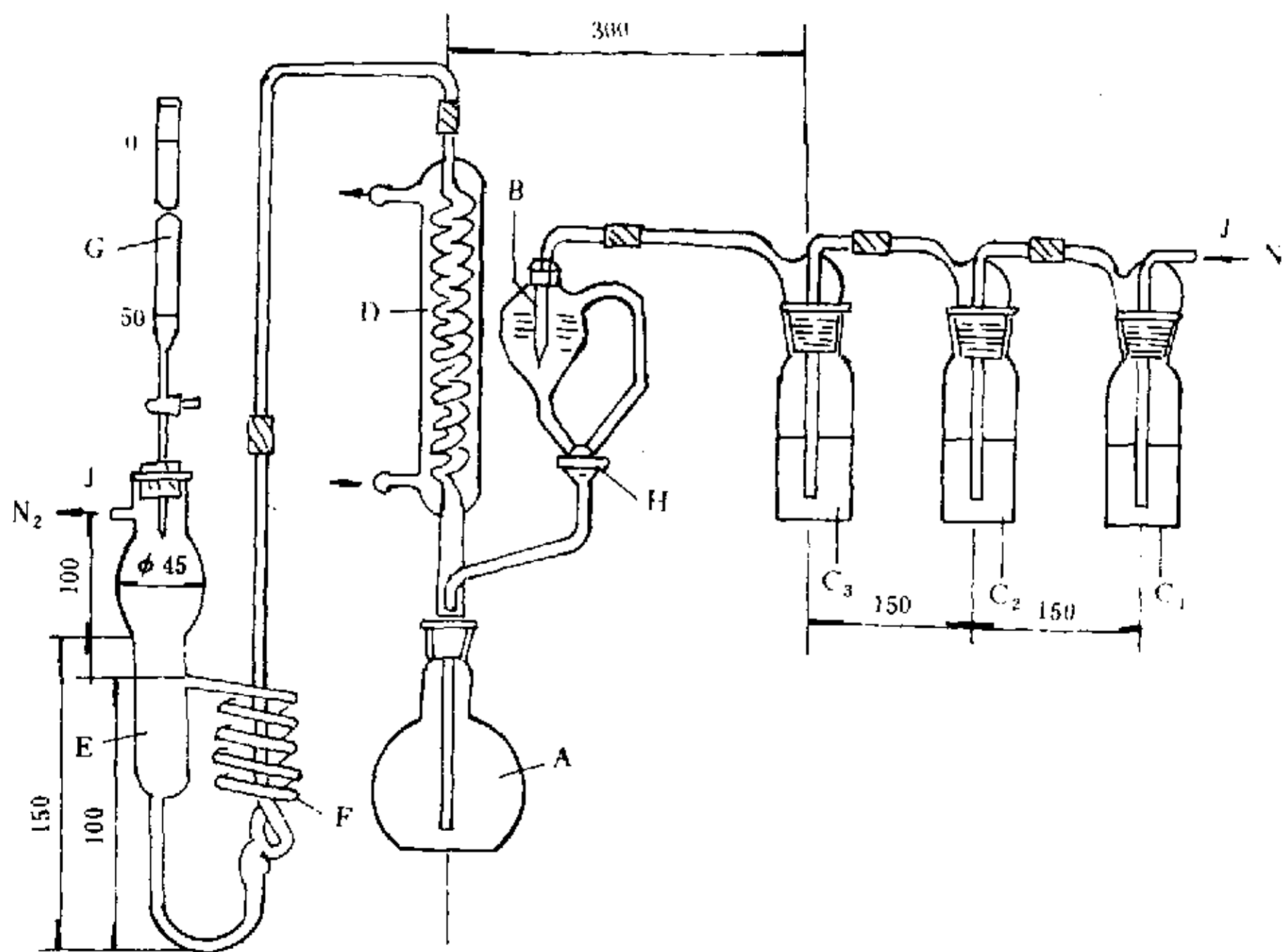


图1 CO₂吸收滴定装置示意图

A—φ250 mm 平底烧瓶(或三角瓶)；B—50~100 mL 分液漏斗；C₁、C₂、C₃—500 mL 洗气瓶(φ43 mm, 长度165 mm)；
 D—φ30 mm 长度250 mm 冷凝管；E—φ25 mm 长度110 mm 吸收瓶；F—吸收圈，总长度不小于70 cm(φ0.3~0.4 cm)；
 G—50 mL 滴定管；H—活塞；J—氮气进口和出口

6 试样

试样应装满于塑料器皿中，密封贮存。贮存时间不超过一个月。

7 分析步骤

7.1 预备试验：称取10 g 单水氢氧化锂，置于250 mL 三角瓶中，加入150 mL 水和3滴甲基橙指示剂(4.6)，用盐酸(4.1)中和至试液变红色并过量3 mL，将乙酸铅纸条(4.2)置于三角瓶口处，煮沸试液