GB

|  |  |
| --- | --- |
| **中国国家标准化管理委员会** | 发布 |

202×-××-××实施

202×-××-××发布

碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂

化学分析方法

第2部分：氢氧化锂含量的测定

 酸碱滴定法

Methods for chemical analysis of lithium carbonate, lithium hydroxide monohydrate and lithium chloride—

Part2: Determination of lithium hydroxide content—

Acid-alkali titrimetric method

（预审稿）

GB/T 11064－202X

代替 GB/T 11064-2013

ICS 77.150.99

CCS H64

国家质量技术监督局 发布

××××-××-××实施

××××-××-××发布

焊管用锆带

（草案）

中华人民共和国国家标准

1. 前 言

GB/T《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法》分为16个部分；

——第1部分：碳酸锂量的测定 酸碱滴定法；

——第2部分：氢氧化锂含量的测定 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：硫酸根含量的测定 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、硫、铁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件为GB/T 11064的第2部分。

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件代替GB/T 11064—2013《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 第2部分：氢氧化锂量的测定 酸碱滴定法》。本文件与GB/T 11064-2013相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

1. 修改了盐酸标准滴定溶液浓度（见5.2，2013年版的3.2）；
2. 修改了“测定”的相关内容（见8.4，2013年版的5.3）；
3. 修改了“试验数据处理”的相关内容（见9，2013年版的6）；
4. 删除了“允许差”的相关内容（见2013年版7.2）；
5. 增加了再现性条款（见10.2）。

本部分由全国有色金属标准化技术委员（SAC/TC 243）提出并归口。

本部分起草单位：天齐锂业股份有限公司、江西赣锋锂业有限公司、宜春银锂新能源有限责任公司、雅化锂业（雅安）有限公司、新疆有色金属研究所、国合通用（青岛）测试评价有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、江西省锂电产品质量监督检验中心、江西九岭锂业股份有限公司、XXXX。

本部分主要起草人：XXXX

本文件于1989年首次发布，本次为第二次修订。

碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂

化学分析方法

第2部分：氢氧化锂含量的测定 酸碱滴定法

1. 范围

本文件规定了单水氢氧化锂中氢氧化锂含量的测定方法。

本文件适用于单水氢氧化锂中氢氧化锂含量的测定。测定范围：大于50.00%。

1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该注日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12805 实验室玻璃仪器 滴定管

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料在一定量的盐酸标准滴定溶液中溶解，以甲基红—溴甲酚绿为指示剂，继续用盐酸标准滴定溶液滴定试液的总碱度，以消耗盐酸标准滴定溶液的量计算氢氧化锂的含量。试料中钠、钾、碳酸根含量应换算为氢氧化锂含量，从计算结果中减去。

5 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，二级。

5.2 甲基红—溴甲酚绿指示剂：

溶液Ⅰ：称取0.1g溴甲酚绿，溶于乙醇（95%），用乙醇（95%）稀释至100mL。

溶液Ⅱ：称取0.2g甲基红，溶于乙醇（95%），用乙醇（95%）稀释至100mL。

取30mL溶液Ⅰ、10mL溶液Ⅱ，混匀。

5.3 盐酸标准滴定溶液[c(HCl)=0.30 mol/L]。

5.3.1 配制：移取25.00mL盐酸（ρ=1.19g/mL），置于1000mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

5.3.2 标定：称取三份0.50 g（精确到0.0001g）预先在270 ℃~300 ℃马弗炉灼烧2 h，并置于干燥器中冷却至室温的碳酸钠（工作基准试剂），分别置于250 mL三角瓶中，加入50 mL水溶解，加入10滴甲基红-溴甲酚绿指示剂（5.2），用盐酸标准滴定溶液（5.3）滴定至溶液由绿色变为酒红色，煮沸2min，驱除二氧化碳，冷却，继续滴定至溶液再呈酒红色即为终点。平行标定所消耗盐酸标准滴定溶液（5.3）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（5.3）的实际浓度按公式（1）计算：

 …………………………(1)

式中：

c——盐酸标准滴定溶液（5.3）的实际浓度，单位为摩尔每升（ mol/L）；

m——碳酸钠的质量，单位为克（g ）；

V——滴定碳酸钠消耗盐酸标准滴定溶液（5.3）的体积，单位为毫升（ mL ）；

V0——滴定空白溶液消耗盐酸标准滴定溶液（5.3）的体积，单位为毫升（mL）；

52.99——以（1/2 Na2CO3）为基本单元的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

6 仪器设备

具塞滴定管，规格50mL，GB/T 12805。

7 样品

试样应装于塑料器皿中，密封贮存。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.50g 试样，精确到 0.0001g。

8.2 平行试验

平行做两份试验。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

将试料（8.1）置于250mL三角瓶中，预加30mL盐酸标准滴定溶液（5.3），加入10滴甲基红-溴甲酚绿指示剂（5.2），用盐酸标准滴定溶液（5.3）滴定至试液由绿色变为酒红色即为终点。

9 试验数据处理

氢氧化锂的含量以氢氧化锂的质量分数$w\_{LiOH}$计，按公式（2）计算：

$w\_{LiOH}=\frac{c ∙（V-V\_{0}）×23.94}{m\_{0}×1000}×100\%-\left[w\_{Na}×1.0416+w\_{K}×0.6125+w\_{CO\_{3}^{2-}}×0.7982\right]$…………(2)

式中：

*C* —— 盐酸标准滴定溶液（5.3）的实际浓度，单位为摩尔每升（ mol/L）；

*V* ——滴定试液消耗盐酸标准滴定溶液（5.3）的体积，单位为毫升（mL ）；

23.94 ——以（LiOH）为基本单元的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

*V0* ——空白试验消耗盐酸溶液体积，单位为毫升(mL);

*m0* ——试料的质量，单位为克（g）；

$w\_{Na}$ ——钠的质量分数，数值以%表示；

1.0416 ——钠对氢氧化锂的换算因数；

$w\_{K }$——钾的质量分数，数值以%表示；

0.6125 ——钾对氢氧化锂的换算因数；

$w\_{CO\_{3}^{2-}} $——碳酸根的质量分数，数值以%表示；

0.7982 ——碳酸根对氢氧化锂的换算因数。

计算结果表示到小数点后两位，数值修约按照GB/T 8170规定执行。

10 精密度

10.1 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内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5%。重复性限（r）按表1数据采用线性内插法或外延法求得。

 表1 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w*LiOH/% |  |  |  |
| r /% |  |  |  |

10.2 再现性

在再现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内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%。再现性限（R）按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

 表2 再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w*LiOH/% |  |  |  |
| r /% |  |  |  |

11 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容，至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——使用的标准（包括发布或出版年号）；

——使用方法（如果标准中包括几种方法）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——观察到的异常现象；

——试验日期。

**附录 A**

（资料性）

**精密度试验原始数据**

精密度数据是在2022年由X家实验室对氢氧化锂量的3个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的氢氧化锂量在重复性条件下独立测定11次。测定原始数据见表A.1

**表A.1 精密度试验原始数据**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | n |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |