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9部分：硫酸根含量的测定

硫酸钡浊度法

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

Part 9:Determination of the amount of sulfate—

Barium sulfate turbidity method

（预审稿）

GB/T 11064－202X

代替 GB/T 11064-2013

ICS 77.120.99

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：氯化锂含量的测定 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9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9部分：硫酸根量的测定 硫酸钡浊度法》。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“测定范围”的相关内容（见1，2013版1）；
2. 修改了“试剂和材料”中氯化钡的相关内容（见5.1.1，2013版3.5）；
3. 修改了“测定”的相关内容（见8.4，2013版6.4）；
4. 修改了“工作曲线的绘制”的相关内容（见8.5，2013版6.5）；
5. 增加了“再现性条款”（见10.2）；
6. 删除了“允许差”（见2013版8.2）。

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9部分：硫酸根含量的测定 硫酸钡浊度法

1. 范围

本文件规定了碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂中的硫酸根含量的测定方法。

本文件适用于碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂中的硫酸根含量的测定。测定范围：0.0480% ~ 0.8000%。

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

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

在盐酸介质和有稳定剂存在的情况下，钡离子与样品中硫酸根生成难溶的硫酸钡，在一定时间内悬浮于溶液中，于分光光度计波长410nm或420nm处测量其吸光度。

5 试剂和材料

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氯化钡（BaCl2 ▪2H2O）

氯化钡预先在500℃马弗炉灼烧30min，并于干燥器中冷却至室温，研磨备用(粒径≤75um)。

5.3盐酸（ρ=1.19g/mL）

5.4盐酸（1+1）

5.5盐酸（1+3）

5.6氨水（1+3）

5.7丙三醇（1+4）

5.8对硝基酚指示剂（1g/L）。

5.9硫酸根标准溶液

称取0.9070g预先在105℃～110℃烘2h并置于干燥器中冷却至室温的硫酸钾（优级纯），置于250mL烧杯中，以水溶解后，将溶液移入1000mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀，此溶液1.00mL含0.5000mg硫酸根。

5.10锂盐基体溶液

称取20.00g碳酸锂[$ω$(Li2CO3)≥99.99%]于300mL烧杯中，用水润湿，滴加2滴对硝基酚指示剂（5.8），缓慢加入盐酸（5.3），待碳酸锂完全分解（黄色消失），加热煮沸，驱除二氧化碳，冷却至室温，将试液移入100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。

6 仪器设备

分光光度计，3cm比色皿。

7 样品

7.1碳酸锂、氯化锂试样预先在250 ℃～260℃下烘2h，置于干燥器中冷却至室温。

7.2单水氢氧化锂试样应装于塑料器皿中，密封贮存。

8 试验步骤

8.1 试料

按表1称取试料，精确至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，加入与分解试料等量的酸，在低温下蒸发至近干。

8.4 测定

8.4.1将试料（8.1）置于200mL烧杯中，加少量水和1滴对硝基酚指示剂（5.8），滴加盐酸（5.4）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，需分取试液的样品，定容，摇匀。无需分取试液的样品，转移后待用。

表1 样品取样量

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 硫酸根的质量分数/% | 试料/g | 容量瓶/mL | 锂基体/mL | 分取试液/mL | 比色皿/cm |
| ＞0.0480～0.0600 | 1.000 | 100 | 0.00 | -- | 3 |
| ＞0.0600～0.1200 | 1.000 | 100 | 0.00 | -- | 3 |
| ＞0.1200～0.2400 | 2.000 | 100 | 3.00～4.00 | 10.00～20.00 | 3 |
| ＞0.2400～0.4800 | 2.000 | 100 | 4.00～4.50 | 5.00～10.00 | 3 |
| ＞0.4800～0.8000 | 2.000 | 100 | 5.00 | 2.00～5.00 | 3 |

8.4.2 按表1分取试液置于100mL容量瓶中，加1滴对硝基酚指示剂（5.8），以氨水（5.6）调至溶液呈黄色，再以盐酸（5.4）中和至无色，过量2mL，加入5mL丙三醇（5.7），以水稀释至约75mL，加入约0.2g氯化钡(5.2)，定容，摇匀。静置15min。

8.4.3将部分溶液（8.4.2）移入比色皿中, 以试剂空白为参比，于分光光度计波长410nm或420nm处，测量其吸光度。

8.4.4 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。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 移取0mL、1.00mL、1.50mL、2.00mL、2.50mL、3.00mL、3.50mL、4.00mL硫酸根标准溶液(5.9) 及5.00mL锂盐基体溶液（5.10），分别置于一组100mL容量瓶中，以下按试验步骤8.4.2进行测定。

8.5.2将部分溶液（8.5.1）移入比色皿中, 以试剂空白为参比，于分光光度计波长410nm或420nm处，测量其吸光度。以硫酸根的质量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

9 试验数据处理

硫酸根的含量以硫酸根的质量分数计，按公式（1）计算：

$w\_{SO\_{4}^{2-}}=\frac{\left(m\_{1}-m\_{0}\right)∙V×10^{-3}}{m∙V\_{1}}×100\%$ …………………… (1)

式中：

**1——试液中测得的硫酸根的质量，单位为毫克（mg）；

**0——空白溶液的硫酸根的质量，单位为毫克（mg）；

**——试料的质量，单位为克（g）；

*V* ——试液的总体积，单位为毫升（mL）；

*V1* —— 移取试液的体积，单位为毫升（mL）。

计算结果表示至小数点后两位，数值修约按照GB/T 8170规定执行。

10 精密度

10.1 准确性

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，这两次结果的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）情况不超过5%。重复性限（r）按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

表2 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| $w\_{SO\_{4}^{2-}}$/% |  |  |  |  |  |
| 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3数据采用线性内插法或外延法求得：

表3 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| $w\_{SO\_{4}^{2-}}$/% |  |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |  |

1. 试验报告

试验报告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家实验室对硫酸根含量的5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硫酸根含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 |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |