



中华人民共和国国家标准

GB 11064.9—89

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

Lithium carbonate, lithium hydroxide
monohydrate and lithium chloride—Determination of
sulphide content—Reduction titrimetric method

1989-03-31 发布

1990-02-01 实施

国家技术监督局 发布

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 还原滴定法测定硫化物量

GB 11064.9—89

Lithium carbonate, lithium hydroxide
monohydrate and lithium chloride—Determination of
sulphide content—Reduction titrimetric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂中硫化物含量的测定方法。

本标准适用于工业级碳酸锂、工业级单水氢氧化锂和工业级氯化锂中硫化物含量的测定。测定范围(以 SO_4 % 计): 0.001 0% ~ 0.80 %。

2 引用标准

GB1.4 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

用氢碘酸-次亚磷酸钠-甲酸混合溶液溶解试料并还原硫化物成硫化氢。在氮气流下,硫化氢被氢氧化钠-丙酮溶液吸收,以双硫脲作指示剂,用硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为红色。以消耗硝酸汞标准滴定溶液的量计算硫化物的含量。

4 试剂

4.1 丙酮。

4.2 氮气:预先提纯。

4.3 氢氧化钠溶液(4%)。

4.4 还原剂:向还原剂提纯装置(图2)的三颈蒸馏瓶中加入50 g 次亚磷酸钠、500 mL 氢碘酸(4.5%)和250 mL 甲酸(88%),每加入一种试剂均需混合。连接好装置。接通冷却水,在2~4个/min 气泡的速度通入氮气下加热回流煮沸4 h 以上,在氮气流下冷却至室温,贮存于棕色玻璃瓶中,避免日光直接照射。

4.5 硫酸钾标准溶液:称取0.174 3 g 预先在110℃烘2 h 并在干燥器中冷却至室温的硫酸钾(优级纯),用水溶解后,移入1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL 含96 μg 硫酸根。

4.6 硝酸汞标准贮存溶液{ $c[\text{Hg}(\text{NO}_3)_2]=0.05 \text{ mol/L}$ }:称取10.85 g 氧化汞(优级纯),加入10 mL 硝酸($\rho=1.42 \text{ g/mL}$,优级纯),微热溶解后,加入100 mL 水,过滤,用水洗涤,滤液收集于1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.7 硝酸汞标准滴定溶液{ $c[\text{Hg}(\text{NO}_3)_2]=0.001 \text{ mol/L}$ }:移取5.00 mL 硝酸汞标准贮存溶液(4.6),置于250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.8 双硫脲指示剂(0.5 g/L):用丙酮配制。

中国有色金属工业总公司1989-01-28批准

1990-02-01实施