

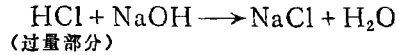
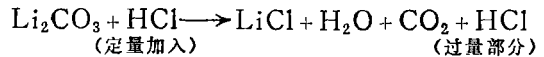
碳酸锂产品分析——碳酸锂的测定

中国科学院青海盐湖研究所三室四组

碳化法工业生产碳酸锂，其中钠和钾含量极微，原来直接用盐酸溶样，用碱量法测定 CO_3^{2-} 。由于 CaCO_3 也同时溶解，必须单独分析 Ca^{2+} ，标出 CO_3^{2-} 含量并从总量中将其减去求得碳酸锂量^(1,2)，手续繁杂。而且我们工作时注意到大量 CaCO_3 的存在，用上述酸溶滴定，结果偏低，误差较大。我们根据碳酸锂在冷水中溶解度较大， CaCO_3 几乎不溶的特性^(3,4)，采用冷水溶样预先把钙分离，再加酸用碱滴定，出数据快，结果良好，满足了生产分析要求(见下表)。

1. 原理：

以定量冷水溶解过滤分离不溶的钙和镁的碳酸盐。取定量滤液，加定量盐酸，以甲基橙为指示剂，用已知浓度的 NaOH 溶液滴定过量的盐酸，反应如下：



2. 试剂：

(1) 0.5N标准盐酸：量取45毫升盐酸，注入1升水中，混匀，按化学试剂国家标准GB 601—65标定⁽⁵⁾；

(2) 0.5N标准氢氧化钠：取已放置10天以上澄清饱和的 NaOH 溶液26毫升，注入1升不含二氧化碳水中，混匀，按化学试剂国家标准GB 601—65，用基准邻苯二甲酸氢钾标定，并用标准盐酸进行标定对照⁽⁵⁾；

(3) 甲基橙指示剂：0.1%水溶液。

3. 测定手续：

准确称取样品1克左右于烧杯中，称准

Li_2CO_3 分析结果

编 号	加入 CaCO_3 量 mg	加入 Li_2CO_3 %	测得 Li_2CO_3 %	误 差 %
1	0	99.06	98.93	-0.1
2	0	99.06	99.26	+0.2
3	0	99.06	99.04	-0.08
4	10.1	99.06	99.15	+0.09
5	10.1	99.06	99.30	+0.2
6	118.7	99.06	99.40	+0.3
7*	93.8	99.06	88.71	-10.4
样1			98.35	
样2			98.23	

* 直接盐酸溶样，碱量法测定。

至 0.0002 克, 用冷水溶解, 小心转移至 150 毫升量瓶, 用冷蒸馏水稀释至刻度, 再剧烈振荡, 使锂盐全部溶解后用致密滤纸干过滤。取 50 毫升滤液于 200 毫升锥瓶中, 加入 25.00 毫升 0.5 N 标准盐酸, 加甲基橙指示剂 2 滴, 用 0.5 N 标准 NaOH 滴定到溶液呈橙红色。

碳酸锂含量按下式计算:

$$\text{Li}_2\text{CO}_3\% = \frac{(N_2 \cdot V_2 - N_1 \cdot V_1) \times 0.03695 \times 100}{G}$$

其中:

N_2 ——加入标准盐酸的当量浓度;

V_2 ——加入标准盐酸的体积毫升数;

N_1 ——滴定消耗标准氢氧化钠的当量浓度;

V_1 ——滴定消耗标准氢氧化钠的毫升数;

G ——样品重, 克;

0.03695——碳酸锂的毫克当量数, 克。

参考资料

1. 四川省盐务局、四川省盐务局设计研究所、中国科学院盐湖研究所, “碳化法提锂分析方法”, 1970 年 12 月, 内部资料。
2. 冶金工业部有色金属研究院, “有色金属与稀有金属技术分析(四), 锂的冶金技术分析”, 1959 年, 冶金工业出版社。
3. 苏联化学手册 II, 1958 年, 科学出版社。
4. Вязовова В. В., Песяша А. Д., Справочник по растворимости солевых систем, том III, госхимиздт, 1961.
5. 国家标准: 化学试剂汇编, 1971 年, 技术标准出版社。

1972 年 8 月

[上接 58 页]

15. 化学世界, 1958 年, 第 6 期, 257 页。
16. Brit. Chem. Engng. 1958, 3(3), p. 130—33.
17. 稀有元素——新的工业部门, 6—11 页 (1959 年版)
18. П. И. 费多洛夫: 稀有元素化学 40—41 页 (1959 年)
19. U. S. P. 2, 773, 786.
20. B. P. 758, 088; 758, 093.
21. 科学新闻, 1960 年, 第 2 期, 16 页。
22. Uhlmanns Encyklopädie der techn. Chem. Bd. 11, S. 773—795 (1960).
23. Chem. Engng. Techn. 1960, Bd. 32, Nr. 4, S. 308.
24. Rare Metals Handbook Lithium 257—260 (1961)
25. 盐业化学工艺学, 437 页 (1962 年)
26. Mining J. Annual Review 1962, May, p. 56—57.
27. Mining J. Annual Review 1963,

May, p. 70—72.

28. The Cand. Mining & Metal Bull. 1962, 35, No. 605, p. 640—43.
29. 转引自冶金文摘 (第一分册) 1963, No. 4, p. 3.
30. 转引自冶金文摘 (第一分册) 1964, No. 1, p. 3; No. 4, p. 3.
31. 转引自冶金文摘 (第一分册) 1965, No. 2, p. 2—3.
32. 转引自冶金文摘 (第一分册) 1966, No. 3, p. 1; No. 4, p. 1.
33. Metallurgia 1964, Vol. 70, No. 422, p. 278—280.
34. Engng. & Min. J. 1963, Vol. 164, No. 2, p. 121—122.
35. 化学通报, 1964 年, 第 10 期, 总 617—619 页。
36. 李铭谦编: 国外锂铷铯工业 (1965 年版)
37. 化工技术通讯, 1970 年第 6 期, 第 10 页。
38. Chemistry 1971, Vol. 44, No. 7, p. 11—12.

本所技术情报室编