УДК 669.884.001.4:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЛИТИЙ

Методы определения лития

ГОСТ 8775.1—87

Lithium.
Methods for determination of lithium

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.88
до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический (при массовой доле лития до 99,8 %) и расчетный (при массовой доле лития 99,8 % и более) методы определения лития в литии.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 8775.0—87.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении лития в воде и титровании гидроокиси лития раствором кислоты в присутствии индикатора метилового оранжевого.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Бокс из органического стекла типа 6БП-1—ОС или аналогичный.

Воздух, подготовленный по п. 2.3.1 или иным способом, обеспечивающий содержание влаги не более 0,2 г/м³.

Пластина из нержавеющей стали по ГОСТ 5632—72 марки 40×13, 12×18Н10Т или других материалов, не корродирующих при взаимодействии со щелочами.

Скальпели и ножи медицинские по ГОСТ 21240—77 или из нержавеющей стали по ГОСТ 5632—72.

Пинцет по ГОСТ 21241—77.

Марля по ГОСТ 11109—74.

Бязь хлопчатобумажная по ГОСТ 11680—76.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

47г-95
37

ВНИИКИ

gost.e-ecolog.ru

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556—81.

Вата минеральная по ГОСТ 4640—84.

Пробка резиновая по ГОСТ 7852—76 № 7,5.

Шкаф сушильный типа СНОЛ.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Бюретка вместимостью 50 см³, 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74.

Колба коническая вместимостью 250 и 500 см³.

Пипетка вместимостью 50 см³, 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74.

Колба мерная вместимостью 500 см³, 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74.

Стаканчики для взвешивания типа СВ 24/10.

Воронки для фильтрования с укороченным концом.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч. д. а., раствор 1 моль/дм³, приготовление и установление поправки проводят по ГОСТ 25794.1—83. Для установления поправки раствора соляной кислоты допускается использовать государственный стандартный образец состава соды кальцинированной технической ГСО 2404—82.

Метиловый оранжевый индикатор 0,1%-ный раствор, готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, не содержащая углекислоты, готовят и хранят по ГОСТ 4517—75.

Магний хлорнокислый (ангидрон).

Фосфора пятиокись.

Силикагель по ГОСТ 3956—76.

Цеолит синтетический (молекулярное сито), высушенный при температуре 350 °С в течение 4—5 ч.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. *Подготовка воздуха*

Воздух осушают, пропуская через колонку, заполненную последовательно ангидроном, порошком фосфорного ангидрида, нанесенного на высушенный при температуре 130—150°С силикагель, затем через колонку, заполненную цеолитом. Допускается использование других веществ, поглощающих влагу и кислоты. Для удерживания твердых частиц используют стеклянные трубки, заполненные хлопчатобумажной или минеральной ватой.

2.3.2. Пробу лития в банке, подготовленную по ГОСТ 8774—75, помещают в камеру. Вынимают пинцетом кусок лития и удаляют с его поверхности масло тканевой салфеткой, затем помещают его на пластину из нержавеющей стали и очищают, обрезая ножом тонкий слой. Очищенный кусок разрезают на небольшие кусочки и переносят их на другую пластину. Каждый кусочек снова обрезают скальпелем, обращая внимание на недопустимость на

поверхности кусочка желтых пятен, наличие которых оценивают визуально.

2.4. Проведение анализа

2.4.1. Подготовленные кусочки общей массой 2—3 г помещают в предварительно взвешенный стаканчик с крышкой. Вынимают закрытый крышкой стаканчик с литием из камеры и взвешивают с погрешностью не превышающей по абсолютной величине 0,0005 г.

Навеску лития растворяют в 150—200 см³ воды в конической колбе вместимостью 500 см³, прикрытой воронкой с укороченным концом, при этом каждый кусочек лития вносят в колбу после растворения предыдущего. Во время растворения колбу охлаждают в холодной воде. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, охлаждают до комнатной температуры, доводят до метки водой и перемешивают.

Из раствора отбирают аликвотную часть 50 см³ в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 75—80 см³ воды, добавляют 2—3 капли индикатора метилового оранжевого и титруют раствором соляной кислоты до изменения желтой окраски в оранжевую.

2.4.2. Допускается проведение анализа из навески пробы лития массой 0,2—0,3 г взвешенной с погрешностью, не превышающей по абсолютной величине 0,0001 г, в пробирке вместимостью 1—2 см³, плотно закрытой резиновой пробкой.

Пробирку с навеской после удаления пробки помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, растворяют навеску в 100—120 см³ воды, добавляют 2—3 капли индикатора и титруют по п. 2.4.1.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю лития (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{V\cdot V_1\cdot T\cdot K\cdot 100}{V_2\cdot m\cdot 1,00212}-(A\cdot 0,30+B\cdot 0,18+C\cdot 0,57+D\cdot 0,34+E\cdot 0,10),$$

где V — объем 1 моль/дм³ раствора соляной кислоты, израсходованной на титрование, см³;

V_1 — общий объем анализируемого раствора, см³;

T — количество лития, соответствующее 1 см³ точно 1 моль/дм³ раствора соляной кислоты, г;

K — поправка 1 моль/дм³ раствора соляной кислоты;

V_2 — аликвотная часть раствора, взятая для титрования, см³;

m — масса навески лития, найденная взвешиванием, г;

1,00212 — поправка на массу навески лития с учетом разницы плотностей лития и латунных гирь;

A — массовая доля натрия, %;

0,30 — коэффициент пересчета натрия на литий;

B — массовая доля калия, %;

0,18 — коэффициент пересчета калия на литий;

C — массовая доля магния, %;

0,57 — коэффициент пересчета магния на литий;

D — массовая доля кальция, %;

0,34 — коэффициент пересчета кальция на литий;

E — массовая доля бария, %;

0,10 — коэффициент пересчета бария на литий.

2.5.2. Определение массовой доли натрия, калия, кальция проводят по ГОСТ 8775.2—87, массовой доли магния и бария по ГОСТ 8775.3 -87.

2.5.3. При проведении анализа по п. 2.4.2 значения V_1 и V_2 в формулу не включают.

2.5.4. Содержание примесей натрия, калия, магния, кальция, бария учитывают при массовой доле их более 0,002 %.

2.5.5. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений (единичных определений), при выполнении условий пп. 2.5, 2.6, 2.10 ГОСТ 8775.0—87.

2.6. Показатели точности анализа:

относительное среднее квадратическое отклонение сходимости результатов параллельных определений ($S_r^{сх}$) не более 0,0005;

относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости результатов единичных определений ($S_r^{в}$) не более 0,001;

пределы возможной неисключенной систематической погрешности (Θ) не более 0,2%.

Примечание. При применении для установления поправки раствора соляной кислоты государственного стандартного образца состава кальцинированной технической соды ГСО 2404—82 величина Θ незначима по сравнению со случайной погрешностью.

Значение погрешности результата анализа (Δ) не более 0,24 %.

2.7. Контроль точности анализа

Контроль точности проводят варьированием массы навесок в соответствии с ГОСТ 8775.0—87, при этом для установления поправки раствора соляной кислоты (1 моль/дм^3) применяют ГСО 2404—82.

3. РАСЧЕТНЫЙ МЕТОД

3.1. Массовую долю лития ($\overline{X}$) в процентах вычисляют по формуле

$$\overline{X} = 100 - (\sum \overline{X}_i + 0{,}03),$$

где $\Sigma \overline{X}_i$ — сумма результатов анализа при определении в литии натрия, калия, кальция (ГОСТ 8775.2—87), магния, марганца, железа, алюминия, кремния и бария (ГОСТ 8775.3 -87), азота (ГОСТ 8775.4—87), %;

0,03 — наибольшее значение суммы неопределяемых примесей, %.

3.2. Погрешность результата анализа (Δ) не более 0,02 %.

Неисключенная систематическая погрешность (Θ) незначима по сравнению со случайной погрешностью.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.09.87 № 3764**

2. **Срок первой проверки 1991 г.**
   Периодичность проверки 5 лет

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 8775—75 (разд. 2)**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1770—74	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2
ГОСТ 4517—87	2.2
ГОСТ 4640—84	2.2
ГОСТ 4919.1—77	2.2
ГОСТ 5556—81	2.2
ГОСТ 5632—72	2.2
ГОСТ 6709—72	2.2
ГОСТ 7852—76	2.2
ГОСТ 8774—75	2.3.2
ГОСТ 8775.0—87	1.1, 2.5.5, 2.7
ГОСТ 8775.2—87	2.5.2, 3.1
ГОСТ 8775.3—87	2.5.2, 3.1
ГОСТ 8775.4—87	3.1
ГОСТ 11109—74	2.2
ГОСТ 11680—76	2.2
ГОСТ 20292—74	2.2
ГОСТ 21240—77	2.2
ГОСТ 21241—77	2.2
ГОСТ 24104—80	2.2
ГОСТ 25794.1—83	2.2

gost.e-ecolog.ru