ICS 77.120.99
H 64

中华人民共和国国家标准

GB/T 11064.5—2013
代替 GB/T 11064.5—1989

碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 第5部分：钙量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of lithium carbonate, lithium hydroxide monohydrate and lithium chloride— Part 5: Determination of calcium content— Flame atomic absorption spectrometric method

2013-11-27 发布　　2014-08-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

前　言

GB/T 11064《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法》分为16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、铝量的测定　电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为GB/T 11064的第5部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分代替GB/T 11064.5—1989《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法　火焰原子吸收光谱法测定钙》。本部分与GB/T 11064.5—1989相比主要变化如下：

——将测定范围由“0.006 0%～0.350%”改为“0.002 0%～0.35%”；

——将“加入5 mL柠檬酸溶液”改为“加入1 mL柠檬酸溶液”；

——增加了重复性条款；

——对文本格式进行了重新编辑，增加了试验报告。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：新疆有色金属研究所、赣州有色冶金研究所、海门容汇通用锂业有限公司。

本部分主要起草人：关玉珍、赵兰芳、赖剑、刘鸿、邓红云、陈先安、刘妍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 11064.5—1989。

碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂 化学分析方法 第5部分：钙量的测定 火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 11064的本部分规定了碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂中钙量的测定方法。

本部分适用于碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂中钙量的测定。测定范围为0.002 0%～0.35%。

2 方法提要

碳酸锂、氢氧化锂试料以盐酸分解，氯化锂试料以水溶解，在稀盐酸介质中，以镧盐和柠檬酸作释放剂，于原子吸收光谱仪波长422.7nm处，以空气-乙炔火焰，标准加入法进行测定。

3 试剂

除非另有说明，本部分所用试剂均为优级纯试剂，分析用水均为二次去离子水。

3.1 盐酸(1+1)。

3.2 镧盐溶液：称样5.864 g氧化镧[$w(La_2O_3)\geqslant 99.9\%$]，置于100 mL烧杯中，滴加盐酸溶解使其清亮(必要时加热)，移入500 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含10 mg镧。

3.3 柠檬酸溶液(100 g/L)：称取50 g柠檬酸置于500 mL烧杯中，加入约500 mL水溶解，用氢型阳离子交换树脂提纯。

3.4 钙标准贮存溶液：称取2.497 2 g预先在105 ℃烘2 h并置于干燥器中冷却至室温的碳酸钙[$w(CaCO_3)\geqslant 99.9\%$]，置于250 mL烧杯中。加入100 mL水，盖上表面皿，从杯嘴慢慢加入10 mL盐酸(3.1)，加热至碳酸钙全部溶解，煮沸驱除二氧化碳，冷至室温，用水吹洗表面皿，移入1 000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0 mg钙。

3.5 钙标准溶液：移取50.00 mL钙标准贮存溶液(3.4)，置于500 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含100 μg钙。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附钙空心阴极灯。

在仪器最佳条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——特征浓度：在与测定溶液的基体相一致的溶液中，钙的特征浓度应分别不大于0.10 μg/mL。

——精密度：用最高浓度的标准溶液测量10次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的1.5%；用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)测量10次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度平均吸光度的0.5%。

——工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于0.7。

学兔兔 www.bzfxw.com

5 试样

5.1 碳酸锂、氯化锂试样预先在 250 ℃～260 ℃烘 2 h，置于干燥器中冷至室温。

5.2 单水氢氧化锂试样应装满于塑料器皿中，密封贮存。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样，精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

6.3 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。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入约 5 mL 水，盖上表面皿。按表 1 缓慢加入盐酸(3.1)，低温加热煮沸驱除二氧化碳，冷却，移入 100 mL 塑料容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。

6.4.2 按表 1 分取四份试液(6.4.1)，分别置于 50 mL 塑料容量瓶中，依次加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 钙标准溶液(3.5)，各加入 1 mL 镧盐溶液(3.2)、1 mL 柠檬酸溶液(3.3)，以水稀释至刻度，摇匀。

6.4.3 将试液(6.4.2)于原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 处，用空气-乙炔火焰，以水调零，按浓度递增顺序测量其吸光度。取三次测量平均值。

6.4.4 以钙量为横坐标，吸光度为纵坐标作图，将所做出的直线向下延长至与横坐标轴相交，该交点与坐标原点之间的距离，为测量试液中钙的量。

表 1

钙的质量分数/%	试料/g	盐酸(3.1)量/mL			分取试液体积/mL
		碳酸锂	单水氢氧化锂	氯化锂	
0.002 0～0.006 0	5.00	25	23	2	20.00
>0.006 0～0.020	2.00	10	10	1	20.00
>0.020～0.070	2.00	10	10	1	10.00
>0.070～0.20	2.00	10	10	1	5.00
>0.20～0.35	2.00	10	10	1	2.00

7 分析结果计算

钙的含量以质量分数 w (Ca)计，数值以%表示，按式(1)计算：

$$w\ (\mathrm{Ca}) = \frac{(m_1 - m_0)V \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

学兔兔 www.bzfxw.com

式中：

m_1——试液中测得的钙量，单位为微克(μg)；

m_0——空白溶液中测得的钙量，单位为微克(μg)；

m ——试料的质量，单位为克(g)；

V ——试液的总体积，单位为毫升(mL)；

V_1——分取试液的体积，单位为毫升(mL)。

所得结果应表示至二位小数，小于0.1%时表示至三位小数，小于0.01%时表示至四位小数。

8 精密度

8.1 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，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

w(Ca)/%	0.002 3	0.052	0.12
r/%	0.000 3	0.004	0.02

8.2 允许差

实验室之间分析结果差值应不大于表3所列允许差。

表 3

钙的质量分数/%	允许差/%
0.002 0～0.006 0	0.000 4
>0.006 0～0.010	0.004
>0.010～0.050	0.006
>0.050～0.10	0.01
>0.10～0.35	0.03

9 试验报告

试验报告应包含以下内容：

——试样；

——本部分编号；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察的异常现象；

——测定日期。

学兔兔 www.bzfxw.com

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
第5部分：钙量的测定
火焰原子吸收光谱法
GB/T 11064.5—2013
*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室：(010)64275323 发行中心：(010)51780235
读者服务部：(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销
*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2014年2月第一版 2014年2月第一次印刷
*
书号：155066·1-48131 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68510107

GB/T 11064.5-2013

打印日期：2014年3月21日 F009A