



中华人民共和国国家标准

GB/T 11064.7—2013
代替 GB/T 11064.7—1989

碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂 化学分析方法 第7部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法

Methods for chemical analysis of lithium carbonate, lithium hydroxide
monohydrate and lithium chloride—
Part 7: Determination of iron content—
1,10-Phenanthroline spectrophotometric 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 7 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 11064.7—1989《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 邻二氮杂菲分光光度法测定铁量》。本部分与 GB/T 11064.7—1989 相比主要变化如下：

- 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：新疆昊鑫锂盐开发有限公司、江西东鹏新材料有限责任公司、中核建中核燃料元件有限公司锂钙公司、北京矿冶研究总院、新疆有色金属研究所。

本部分主要起草人：季娟娟、吴秀芬、孟翠萍、钟海华、童仲坤、罗爱保、姜求韬、陈岩、关玉珍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 11064.7—1989。

碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂 化学分析方法 第7部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法

1 范围

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

本部分适用于碳酸锂、单水氢氧化锂和氯化锂中铁量的测定。测定范围为 0.000 30%~0.030%。

2 方法提要

试料以盐酸分解。用抗坏血酸使铁(Ⅲ)还原成铁(Ⅱ)，在 pH3.5 乙酸盐缓冲介质中，铁(Ⅱ)与邻二氮杂菲形成橙红色络合物。于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

除非另有说明，本部分所用试剂均为分析纯试剂，所用水均为二次去离子水。

- 3.1 盐酸(1+1)，优级纯。
- 3.2 盐酸(1+7)，优级纯。
- 3.3 盐酸(2+1)，优级纯。
- 3.4 氨水(1+1)，优级纯。
- 3.5 抗坏血酸溶液(25 g/L)，用时现配。
- 3.6 邻二氮杂菲溶液(2 g/L)：称取 0.2 g 邻二氮杂菲，溶于 100 mL 乙醇溶液(1+1)中。
- 3.7 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH3.5)：称取 16 g 无水乙酸钠，于 500 mL 烧杯中，加水溶解，加入 170 mL 冰乙酸，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。
- 3.8 对硝基酚指示液(2 g/L)：用乙醇配制。
- 3.9 铁标准贮存溶液：称取 0.143 0 g 预先在 105 °C~110 °C 烘干 2 h 并冷却至室温的三氧化二铁 [$w(\text{Fe}_2\text{O}_3) \geq 99.9\%$]，置于 200 mL 烧杯中。加入 20 mL 盐酸(3.1)，低温加热至完全溶解，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铁。
- 3.10 铁标准溶液：移取 50.00 mL 铁标准贮存溶液(3.9)，置于 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铁。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

- 5.1 碳酸锂、氯化锂试样预先在 250 °C~260 °C 烘 2 h，置于干燥器中冷却至室温。

GB/T 11064.7—2013

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

称取 5.00 g 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 200 mL 烧杯中,用少量水润湿,盖上表面皿。碳酸锂试料缓慢加入 18 mL 盐酸(3.3),单水氢氧化锂试料加入 16 mL 盐酸(3.3),氯化锂试料加入少量水和 1 mL 盐酸(3.3)。低温加热至微沸使完全溶解,冷却至室温,按表 1 移入容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。静置澄清。

6.4.2 按表 1 分取上清液(6.4.1),置于 25 mL 容量瓶中,以水稀释至约 10 mL,加 2 滴盐酸(3.1)。

表 1

铁的质量分数/%	容量瓶/mL	分取试液(6.3.1)体积/mL
0.000 3~0.002	50	10.00
0.002~0.005	50	5.00
0.005~0.010	100	5.00
0.010~0.030	250	5.00

6.4.3 加入 1 mL 抗坏血酸溶液(3.5),摇匀。加入 1 滴对硝基酚指示剂(3.8),以氨水(3.4)中和至试液呈黄色,再以盐酸(3.2)中和至黄色刚好消失,加入 2.5 mL 缓冲溶液(3.7),摇匀。加入 1.5 mL 邻二氮杂菲溶液(3.6),以水稀释至刻度,摇匀。放置 15 min。

6.4.4 将部分溶液(6.4.3)移入 3cm 比色皿中,以水做参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。

6.4.5 减去随同试料的空白溶液吸光度,从工作曲线上查出相应的铁量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 铁标准溶液(3.10),分别置于一组 25 mL 容量瓶中,以水稀释至 10 mL,加入 2 滴盐酸(3.1),以下按 6.4.3 进行。

6.5.2 将部分溶液(6.5.1)移入 3 cm 比色皿中,以水为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。减去试剂空白的吸光度后,以铁量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果计算

铁的含量以质量分数 $w(\text{Fe})$ 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w(\text{Fe}) = \frac{(m_1 - m_0)V_0 \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得的试液中的铁量，单位为微克(μg)；

m_0 ——从工作曲线上查得的空白溶液中的铁量，单位为微克(μg)；

m ——试料的质量，单位为克(g)；

V_0 ——试液的总体积，单位为毫升(mL)；

V_1 ——移取试液的体积，单位为毫升(mL)。

所得结果应表示至两位小数，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

$w(\text{Fe})/\%$	0.001 5	0.005 7	0.012
$r/\%$	0.000 4	0.000 6	0.003

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

铁的质量分数/%	允许差/%
0.000 30~0.000 70	0.000 25
>0.000 70~0.001 0	0.000 30
>0.001 0~0.002 5	0.000 4
>0.002 5~0.005 0	0.000 5
>0.005 0~0.007 5	0.000 8
>0.007 5~0.010	0.0010
>0.010~0.030	0.003

9 试验报告

试验报告应包含以下内容：

- 试样；
- 本标准编号；
- 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。

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 7 部分：铁量的测定
邻二氮杂菲分光光度法
GB/T 11064.7—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：155066·1-48130 定价 14.00 元



GB/T 11064.7-2013

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