

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 火焰原子吸收光谱法测定钙量

GB 11064.5—89

Lithium carbonate, lithium hydroxide
monohydrate and lithium chloride—Determination of
calcium content—Flame atomic absorption spectrometric 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、氯化锂中钙含量的测定方法。

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钙含量的测定。测定范围：
0.006 0%~0.350 %。

2 引用标准

- GB 1.4 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
- GB 7728 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

3 方法提要

碳酸锂、单水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422.7 nm处，以空气-乙炔富燃火焰，标准加入法进行测定（或以一氧化二氮-乙炔火焰工作曲线法进行测定）。

4 试剂

- 4.1 盐酸(1+1)，优级纯。
- 4.2 镧盐溶液：称取5.864 g 氧化镧(99.9%以上)，置于100 mL 烧杯中，滴加盐酸(4.1)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，混匀。此溶液1 mL 含5 mg 镧。
- 4.3 柠檬酸溶液(10%)：称取50 g 柠檬酸置于烧杯中，加入约500 mL 水溶解，用氢型阳离子交换树脂提纯。
- 4.4 钙标准贮存溶液：称取2.497 g 预先在105℃烘2 h 并在干燥器中冷却至室温的碳酸钙(基准试剂)，置于200 mL 烧杯中，加入10 mL 盐酸(4.1)，溶解后加热煮沸驱除二氧化碳，冷却至室温，移入1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL 含1 mg 钙。
- 4.5 钙标准溶液：移取50.00 mL 钙标准贮存溶液(4.4)，置于500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL 含100 μg 钙。

5 仪器

原子吸收光谱仪，附钙空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

灵敏度:在与测定试液的基体相一致的溶液中,钙的特征浓度应不大于0.1 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1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”标准溶液)测量10次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的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。

仪器工作条件见附录 A(参考件)。

6 试样

碳酸锂、氯化锂试样预先在250~260℃烘2 h,置于干燥器中冷却至室温。

单水氢氧化锂试样应装满于塑料器皿中,密封贮存。

7 分析步骤

7.1 试料

称取2.000 g 试样,精确至0.001 g。

独立地进行两次测定,取其平均值。

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 将试料(7.1)置于烧杯中,加入约5 mL 水,盖上表面皿。向碳酸锂、单水氢氧化锂试料中缓慢加入10 mL 盐酸(4.1)分解,氯化锂试料加入1 mL 盐酸(4.1)溶解,低温加热煮沸驱除二氧化碳,移入100 mL 容量瓶中,加入1 mL 盐酸(4.1),以水稀释至刻度,混匀。

7.3.2 按表1分取四份试液(7.3.1),分别置于50 mL 容量瓶中(控制试液吸光度 A 在 $0.1 \leq A \leq 0.15$ 选择稀释倍数),依次加入0, 0.50, 1.00, 1.50 mL 钙标准溶液(4.5),各加入1 mL 铜盐溶液(4.2)、5 mL 柠檬酸溶液(4.3),以水稀释至刻度,混匀。

表 1

钙含量, %	分取试液体积, mL
0.006~0.02	20
>0.020~0.070	10
>0.070~0.20	5
>0.20~0.35	2

7.3.3 将试液(7.3.2)于原子吸收光谱仪波长422.7 nm 处,用空气-乙炔(或一氧化二氮-乙炔)富燃火焰,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。

7.3.4 以钙浓度为横坐标,吸光度为纵坐标作图。将所作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,为测量试液中钙浓度。

8 分析结果的计算与表述

钙的百分含量(%)按下式计算:

$$Ca(\%) = \frac{(c - c_0) \times V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \times V_1} \times V_2 \times 100$$

式中: c ——测量试液中测得的钙浓度, μg/mL;