

# 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 离子交换火焰原子吸收光谱法 测定钙、镁、铜、锌、镍、锰、镉量

GB 11064.18—89

Lithium carbonate—Determination of calcium,  
magnesium, copper, zinc, nickel, manganese and cadmium  
contents— Ion exchange-flame atomic absorption spectrometric method

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了碳酸锂中钙、镁、铜、锌、镍、锰和镉含量的测定方法。

本标准适用于荧光粉级碳酸锂中钙、镁、铜、锌、镍、锰和镉含量的测定,也适用于其中一个元素含量的单独测定。测定范围:钙0.000 10%~0.010%;镁、铜、铜、锌、镍、锰0.000 10%~0.006 0%。

### 2 引用标准

- GB 1.4 标准化工工作导则 化学分析方法编写规定
- 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

试料用盐酸分解,调至 pH8~9,用钾型螯合树脂分离富集痕量杂质元素钙、镁、铜、镍、锰、锌和镉,吸着的杂质元素分别用盐酸(0.2 mol/L 与 1.0 mol/L)洗脱。于原子吸收光谱仪表1所列波长处,用空气-乙炔火焰,分别进行各元素的测定。

标准溶液应与洗脱溶液酸度一致。

表 1

元素	Ca	Mg	Cu	Ni	Mn	Zn	Cd
波长 nm	422.7	285.2	324.7	232.0	279.5	213.8	228.8

### 4 试剂和材料

- 4.1 盐酸(7 mol/L),蒸馏提纯,贮存于塑料瓶中。
- 4.2 盐酸(0.2 mol/L),用盐酸(4.1)配制。
- 4.3 盐酸(1.0 mol/L),用盐酸(4.1)配制。
- 4.4 氨水(0.90 g/mL),超纯。
- 4.5 乙酸(0.05 mol/L),优级纯。
- 4.6 501号螯合阳离子交换树脂。

- 4.7 氢氧化钾溶液(2 mol/L)。提纯方法:称取约20 g树脂(4.6)于烧杯中,用水洗除片状悬浮物。每次加入50 mL盐酸(2 mol/L),用倾泻法搅拌洗涤三次。将树脂装入交换柱(4.21),用水淋洗除去游离酸。先取5 mL氢氧化钾溶液(4.7)于烧杯中并加入1 mg乙二胺四乙酸二钠,然后将溶液移入交换柱中,当溶液流至树脂面时,用水淋洗除去残留氢氧化钾。随后将300 mL氢氧化钾溶液(4.7)移入交换柱中,用塑料瓶接收流出液,备用。
- 4.8 氨水(1+9),超纯。
- 4.9 盐酸(1+99),用盐酸(4.1)配制。
- 4.10 pH试纸(pH1~14)。
- 4.11 钙标准贮存溶液:称取2.497 2 g于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300 mL烧杯中,加入20 mL水,滴加盐酸(4.1)至完全溶解,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。
- 4.12 钙标准溶液:
- 4.12.1 移取25.00 mL钙标准贮存溶液(4.11),置于250 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,此溶液1 mL含100 μg钙。
- 4.12.2 移取10.00 mL钙标准溶液(4.12.1),置于100 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含10 μg钙。
- 4.13 镁标准贮存溶液:称取1.000 g纯金属镁(99.9%以上),置于300 mL烧杯中,缓慢加入34 mL盐酸(4.1)使其溶解,加热煮沸,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镁。
- 4.14 镁标准溶液:
- 4.14.1 移取25.00 mL镁标准贮存溶液(4.13),置于250 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含100 μg镁。
- 4.14.2 移取10.00 mL镁标准溶液(4.14.1),置于100 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含10 μg镁。
- 4.15 铜标准贮存溶液:称取1.000 g纯金属铜(99.9%以上),置于300 mL烧杯中,加入20 mL硝酸(1+1,优级纯)溶解,加热蒸干,加入10.0 mL硫酸,小心加热蒸发至冒硫酸烟,冷却,加水煮沸至盐类完全溶解,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铜。
- 4.16 锌标准贮存溶液:称取1.000 g纯金属锌(99.9%以上),置于300 mL烧杯中,加入25.0 mL盐酸(1+1,优级纯)溶解,加热煮沸,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锌。
- 4.17 镍标准贮存溶液:称取1.000 g纯金属镍(99.9%以上)置于300 mL烧杯中,加入15 mL硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL,优级纯),低温加热至完全溶解,煮沸,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镍。
- 4.18 锰标准贮存溶液:称取1.000 g纯金属锰(99.9%以上,称量前用稀硫酸洗去金属锰表面氧化物,再用水洗去酸,烘干),置于300 mL烧杯中,加入20 mL硫酸(1+1,优级纯),加热溶解,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锰。
- 4.19 镉标准贮存溶液:称取1.000 g纯金属镉(99.9%以上),置于300 mL烧杯中,加入25.0 mL盐酸(4.1)溶解,加热煮沸。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镉。
- 4.20 混合标准溶液:
- 4.20.1 分别移取25.00 mL铜标准贮存溶液(4.15)、锌标准贮存溶液(4.16)、镍标准贮存溶液(4.17)、锰标准贮存溶液(4.18)、镉标准贮存溶液(4.19),置于250 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含铜、锌、镍、锰和镉各100 μg。