

表 1

$w(\text{As})/\%$	0.000 010	0.000 074	0.000 15
$r/\%$	0.000 003	0.000 004	0.000 005

## 8.2 允许差

实验室之间分析结果差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

砷的质量分数/%	允许差/%
0.000 01~0.000 05	0.000 01
>0.000 05~0.000 20	0.000 03

## 9 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 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；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。



## 中华人民共和国国家标准

GB/T 11064.14—2013  
代替 GB/T 11064.14—1989

碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂  
化学分析方法  
第 14 部分：砷量的测定  
钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of lithium carbonate, lithium hydroxide  
monohydrate and lithium chloride—  
Part 14: Determination of arsenic content—  
Molybdenum blue spectrophotometric method



GB/T 11064.14—2013

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-48183

定价: 14.00 元

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

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 14 部分：砷量的测定  
钼蓝分光光度法

GB/T 11064.14—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 10 千字  
2014 年 2 月第一版 2014 年 2 月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-48183 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

### 6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 150 mL 三角瓶中,用少量水吹洗粘在瓶口的试料,沿瓶壁缓慢滴加 25 mL 盐酸(3.6)至试料溶解。加入 8 mL 盐酸(3.5)、2 mL 碘化钾溶液(3.8)、1 mL 氯化亚锡溶液(3.9),加入水至 40 mL,空白试液加水至 65 mL~70 mL。每加一种试剂均需摇匀。放置 15 min。加入 4 g 锌粒(3.1),立即连接导管并插入盛有 8 mL 碘吸收液(3.10)的比色管中,吸收 60 min。取下比色管。

6.4.2 往比色管中加入 0.4 mL 硫酸-钼酸铵混合溶液(3.11),1 mL 抗坏血酸溶液(3.12),以水稀释至刻度,摇匀。置于 50 °C~55 °C 水浴中,加热 15 min,取下,用水冷却至室温。

6.4.3 将部分溶液(6.4.2)移入 3 cm 比色皿中,于分光光度计波长 840 nm 处,以试剂空白为参比测量其吸光度。

6.4.4 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砷量。

### 6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL 砷标准溶液 C(3.17),分别置于一组比色管中,加入 6 mL 碘吸收液(3.10),摇匀。以下按 6.4.2 进行。

6.5.2 将部分溶液(6.5.1)移入 3 cm 比色皿中,于分光光度计波长 840 nm 处,以试剂空白为参比,测量其吸光度,以砷量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

注:试料(6.1)砷量在 2 μg~10 μg 范围时,移取砷标准溶液 B(3.16),并用 2 cm 比色皿测量吸光度。

## 7 分析结果的计算

砷的含量以砷的质量分数  $w(\text{As})$  计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

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

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的测量试液中砷量,单位为微克(μg);

$m_0$ ——从工作曲线上查得的空白溶液的砷量,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);

$V_1$ ——移取试液的体积,单位为毫升(mL)。

所得结果应表示至五位小数。

## 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 1 数据采用线性内插法或外延求得。

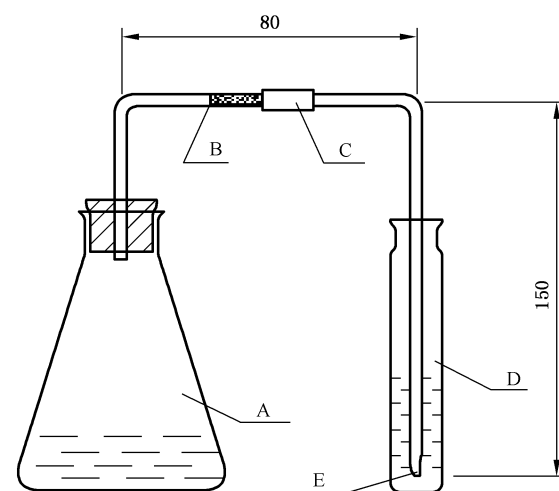
至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  砷。

3.16 砷标准溶液 B:移取 10.00 mL 砷标准溶液 A(3.15),置于 100 mL 容量瓶中,用硫酸(3.4)稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 10  $\mu\text{g}$  砷。

3.17 砷标准溶液 C:移取 10.00 mL 砷标准溶液 B(3.16),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1  $\mu\text{g}$  砷。用时现配。

## 4 仪器与装置

4.1 砷化氢吸收装置,见图 1。



单位为毫米

说明:

- A —— 150 mL 三角瓶;  
 B —— 乙酸铅棉;  
 C —— 无硫胶管;  
 D —— 10 mL 比色管;  
 E —— 玻璃导管;管尖内径 1 mm。

图 1 砷化氢吸收装置

4.2 分光光度计。

## 5 试样

试样预先在 105  $^{\circ}\text{C}$ ~110  $^{\circ}\text{C}$  烘 2 h 并于干燥器中冷却至室温。

## 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。

## 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 14 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 11064.14—1989《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 钼蓝分光光度法测定砷》。本部分与 GB/T 11064.14—1989 相比主要变化如下:

- 将“吸收 40 min”改为“吸收 60 min”;
- 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、海门容汇通用锂业有限公司、江西赣峰锂业股份有限公司。

本部分主要起草人:关玉珍、赵兰芳、邓红云、易清云、曾宪勤、陈智媛。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 11064.14—1989。