

中华人民共和国国家标准

GB/T 11064.13—2013 代替 GB/T 11064.13—1989

碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂 化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of lithium carbonate, lithium hydroxide monohydrate and lithium chloride—

Part 13: Determination of aluminum content—

Chromazurol S-cetylpyridine bromide 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 皮 布 国 国 家 标 准 化 管 理 委 员 会

中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准 国 家 标 准 碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂 化学分析方法 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

GB/T 11064.13—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.gb168.cn 服务热线:400-168-0010 010-68522006

2014年2月第一版

*

书号: 155066・1-48124

版权专有 侵权必究

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 13 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 11064.13—1989《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 铬天青 S-溴化十六烷基吡啶分光光度法测定铝》。本部分与 GB/T 11064.13—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:新疆有色金属研究所、赣州有色冶金研究所、四川天齐锂业股份有限公司。

本部分主要起草人:关玉珍、张绍辉、王宏川、黎英、刘鸿、李惟聆、勾海霞、罗玉萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

---- GB/T 11064.13—1989。

碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂 化学分析方法 第 13 部分:铝量的测定

格天青 S-溴化十六烷基吡啶分光光度法

1 范围

GB/T 11064 的本部分规定了碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂中铝量的测定方法。 本部分适用于碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂中铝量的测定。测定范围为 0.000 20% ~ 0.050%。

2 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,用硼酸、锌-乙二胺四乙酸二钠作掩蔽剂,在pH值为5.9的六次甲基四胺缓冲溶液介质中,铝与铬天青S-溴化十六烷基吡啶形成绿色络合物,于分光光度计波长630 nm 处测量其吸光度。

氟干扰测定,需用硫酸冒烟消除。

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 硫酸(1+1),优级纯。
- 3.2 盐酸(1+1),优级纯。
- 3.3 盐酸 (1+47),优级纯。
- 3.4 氨水(ρ =0.90 g/mL),优级纯。
- 3.5 氨水(1+10)。
- 3.6 硼酸溶液(40 g/L),优级纯。
- 3.7 六次甲基四胺溶液(250 g/L)。
- 3.8 锌-乙二胺四乙酸二钠溶液($Zn-Na_2EDTA$): 称取 3.60 g 锌粉[$w(Zn) \ge 99.9\%$]用 40 mL 盐酸 (3.2)加热溶解, 称取 18.6 g 乙二胺四乙酸二钠(基准试剂), 加水溶解。将两种溶液混合后, 在酸度计上调至 pH 值为 4.0, 以水稀释至 1 000 mL, 摇匀。
- 3.9 铬天青 S-溴化十六烷基吡啶混合溶液:将溶液(3.9.1)和溶液(3.9.2)等体积混合。
- 3.9.1 铬天青 S 溶液(1 g/L): 称取 0.25 g 铬天青 S 溶于 250 mL 乙醇(1+4)溶液中。
- 3.9.2 溴化十六烷基吡啶溶液(4 g/L);称取 1 g 溴化十六烷基吡啶,溶于 250 mL 温水中。
- 3.10 对硝基酚指示剂(1 g/L):用乙醇配制。
- 3.11 铝标准贮存溶液:称取 0.100~0 g 纯金属铝[$w(Al) \ge 99.9\%$],置于 250~mL 烧杯中,缓慢加入 10~mL 盐酸(3.2),加热溶解,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 $100~\mu$ g 铝。
- 3.12 铝标准溶液 A:移取 10.00 mL 铝标准贮存溶液(3.11),置于 100 mL 容量瓶中,加入 1 mL 盐酸(3.2),以水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铝。