



中华人民共和国国家标准

GB/T 11064.5—2013
代替 GB/T 11064.5—1989

碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂 化学分析方法 第 5 部分：钙量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of lithium carbonate, lithium hydroxide
monohydrate and lithium chloride—
Part 5: Determination of calcium content—
Flame atomic absorption spectrometric 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 5 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 11064.5—1989《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》。本部分与 GB/T 11064.5—1989 相比主要变化如下：

- 将测定范围由“0.006 0%~0.350%”改为“0.002 0%~0.35%”；
- 将“加入 5 mL 柠檬酸溶液”改为“加入 1 mL 柠檬酸溶液”；
- 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、海门容汇通用锂业有限公司。

本部分主要起草人：关玉珍、赵兰芳、赖剑、刘鸿、邓红云、陈先安、刘妍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 11064.5—1989。

碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂

化学分析方法

第5部分：钙量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

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

本部分适用于碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂中钙量的测定。测定范围为 0.002 0%~0.35%。

2 方法提要

碳酸锂、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 422.7nm 处，以空气-乙炔火焰，标准加入法进行测定。

3 试剂

除非另有说明，本部分所用试剂均为优级纯试剂，分析用水均为二次去离子水。

3.1 盐酸(1+1)。

3.2 镧盐溶液：称样 5.864 g 氧化镧[$w(\text{La}_2\text{O}_3) \geq 99.9\%$]，置于 100 mL 烧杯中，滴加盐酸溶解使其清亮(必要时加热)，移入 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 镧。

3.3 柠檬酸溶液(100 g/L)：称取 50 g 柠檬酸置于 500 mL 烧杯中，加入约 500 mL 水溶解，用氢型阳离子交换树脂提纯。

3.4 钙标准贮存溶液：称取 2.497 2 g 预先在 105 °C 烘 2 h 并置于干燥器中冷却至室温的碳酸钙[$w(\text{CaCO}_3) \geq 99.9\%$]，置于 250 mL 烧杯中。加入 100 mL 水，盖上表面皿，从杯嘴慢慢加入 10 mL 盐酸(3.1)，加热至碳酸钙全部溶解，煮沸驱除二氧化碳，冷至室温，用水吹洗表面皿，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钙。

3.5 钙标准溶液：移取 50.00 mL 钙标准贮存溶液(3.4)，置于 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 钙。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附钙空心阴极灯。

在仪器最佳条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——特征浓度：在与测定溶液的基体相一致的溶液中，钙的特征浓度应分别不大于 0.10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——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 1.5%；用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度平均吸光度的 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。