



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
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 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.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: 155066·1-48124 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

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

铬天青 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($\rho=0.90$ 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-Na₂EDTA)：称取 3.60 g 锌粉[$w(\text{Zn})\geq 99.9\%$]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[$w(\text{Al})\geq 99.9\%$]，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 μg 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。

3.13 铝标准溶液 B: 移取 10.00 mL 铝标准溶液 A(3.12), 置于 100 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 摇匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 铝。用时现配。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 酸度计。

5 试样

5.1 碳酸锂、氯化锂试样预先在 250 $^{\circ}\text{C}$ ~260 $^{\circ}\text{C}$ 烘 2 h, 置于干燥器中冷至室温。

5.2 单水氢氧化锂试样应装满于塑料器皿中, 密封贮存。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样, 精确至 0.000 1 g。

表 1

铝的质量分数/%	试料/g	盐酸(3.2)用量/mL		分取试液体积/mL	比色皿厚度/cm
		碳酸锂	单水氢氧化锂		
0.000 2~0.000 5	2.00	9.2	8.2	20.00	3
>0.000 5~0.001 0	2.00	9.2	8.2	10.00	1
>0.001 0~0.010	1.00	4.6	4.2	5.00	1
>0.010~0.050	0.20	1.0	0.9	5.00	1

6.2 测定次数

独立地进行两次测定, 取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验, 加入与分解试料等量的酸, 在低温下蒸发至近干。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中, 用少量水溶解, 按表 1 缓慢加入盐酸(3.2)低温加热煮沸至完全溶解, 冷却至室温, 移入 100 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 摇匀。静置澄清。

6.4.2 按表 1 分取上部清液(6.4.1), 置于 50 mL 容量瓶中, 加水至约 20 mL。

注: 当分取的试液含氟量大于 5 μg 时, 将试液置于 50 mL 铂金皿中, 加入 1 mL 硫酸(3.1)低温蒸发至干, 然后逐渐升温使硫酸烟冒尽, 稍冷, 用热水洗涤铂金皿壁, 低温加热至盐类溶解, 移入 50 mL 容量瓶中, 加水至约 20 mL。

6.4.3 加入 2 mL 硼酸(3.6), 加入 1 滴对硝基酚指示剂(3.10), 用氨水(3.5)调至黄色, 再用盐酸(3.3)滴至无色并过量 3.0 mL, 加入 2 mL Zn-Na₂EDTA 溶液(3.8)、4.00 mL 铬天青 S-溴化十六烷基吡啶溶液

(3.9)、4.00 mL 六次甲基四胺溶液(3.7),每加入一种试剂均需混匀,以水稀释至刻度,摇匀,放置 1 h。

6.4.4 按表 1 将部分溶液(6.4.3)移入比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 630 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铝量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 按表 2 移取铝标准溶液 B(3.13),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,以水稀释至约 20 mL。以下按(6.4.3)进行。

表 2

铝质量分数/%	移取铝标准溶液 B(3.13)体积/mL	比色皿厚度/cm
0.000 2~0.000 5	0,0.25,0.50,1.00,1.50,2.00	3
>0.000 5~0.050	0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00	1

6.5.2 将部分溶液(6.5.1)按表 2 移入比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 630 nm 处测量其吸光度,以铝量为横坐标,以吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

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

$$w(\text{Al}) = \frac{(m_1 - m_0)V_0 \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_1 —— 从工作曲线上查得的试液中的铝量,单位为微克(μg);
- m_0 —— 从工作曲线上查得的空白溶液的铝量,单位为微克(μg);
- m —— 试料的质量,单位为克(g);
- V_0 —— 试液的总体积,单位为毫升(mL);
- V_1 —— 分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

所得结果应表示至三位小数,小于 0.01% 时表示至四位小数。

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 3 数据采用线性内插法求或外延法求得。

表 3

$w(\text{Al})/\%$	0.000 64	0.005 4	0.010
$r/\%$	0.000 05	0.000 9	0.002

8.2 允许差

实验室之间分析结果差值应不大于表 4 所列允许差。

表 4

铝的质量分数/%	允许差/%
0.000 2~0.000 8	0.000 2
>0.000 8~0.002 0	0.000 4
>0.002 0~0.005 0	0.000 8
>0.005 0~0.008 0	0.001 0
>0.008 0~0.010	0.002 0
>0.010~0.025	0.003
>0.025~0.050	0.005

9 试验报告

试验报告应包含以下内容：

- 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；
- 测定中观察的异常现象；
- 测定日期。



GB/T 11064.13-2013

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-48124

定价: 14.00 元