



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

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.gb168.cn

服务热线: 400-168-0010

010-68522006

2014 年 2 月第一版

*

书号: 155066 · 1-48183

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 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。

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

1 范围

GB/T 11064 的本部分规定了碳酸锂中砷量的测定方法。

本部分适用于碳酸锂中砷量的测定。测定范围为 0.000 01%~0.000 20%。

2 方法提要

试料以盐酸分解,在碘化钾、氯化亚锡存在下,于盐酸介质中,用锌粒还原,生成的砷化氢用碘液吸收。在 0.2 mol/L 硫酸介质中,砷与钼酸铵形成砷钼黄用抗坏血酸使其还原成砷钼蓝络合物,于分光光度计波长 840 nm 处测量吸光度。

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 无砷锌粒:粒度 ϕ 1.5 mm~3 mm。
- 3.2 硫酸(1+1),优级纯。
- 3.3 硫酸(5+13),优级纯。
- 3.4 硫酸(1+99),优级纯。
- 3.5 盐酸($\rho=1.19$ g/mL),优级纯。
- 3.6 盐酸(1+1),优级纯。
- 3.7 氢氧化钠溶液(50 g/L),优级纯。
- 3.8 碘化钾溶液(200 g/L)。
- 3.9 氯化亚锡溶液(300 g/L):称取 30 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),置于 200 mL 烧杯中,加入 50 mL 盐酸(3.5),加热溶解至清亮,加入 50 mL 水,摇匀。
- 3.10 碘吸收液:称取 1 g 碘及 1 g 碘化钾,置于 250 mL 烧杯中,加入少量水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。转入棕色瓶中贮存。
- 3.11 硫酸-钼酸铵混合溶液:称取 4.5 g 钼酸铵,用硫酸(3.3)溶解并用硫酸(3.3)稀释至 100 mL,混匀。
- 3.12 抗坏血酸溶液(10 g/L),用时现配。
- 3.13 乙酸铅棉:称取 10 g 乙酸铅,溶解于 100 mL 水中,加入 2 mL 冰乙酸,将脱脂棉浸透,在 80 °C~100 °C 烘干备用。
- 3.14 砷标准贮存溶液:称取 0.660 2 g 预先在 100 °C~110 °C 烘 2 h 并于干燥器中冷却至室温的三氧化二砷,置于烧杯中,加入 20 mL 氢氧化钠溶液(3.7),微热溶解,加入 12 mL 硫酸(3.2),移入 500 mL 容量瓶中,冷却至室温,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 砷。
- 3.15 砷标准溶液 A:移取 10.00 mL 砷标准贮存溶液(3.14),置于 100 mL 容量瓶中,用硫酸(3.4)稀释