



中华人民共和国国家标准

GB/T 11064.7—2013
代替 GB/ T 11064.7—1989

碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂 化学分析方法 第7部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法

Methods for chemical analysis of lithium carbonate, lithium hydroxide
monohydrate and lithium chloride—
Part 7: Determination of iron content—
1,10-Phenanthroline 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

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 7 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 11064.7—1989《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 邻二氮杂菲分光光度法测定铁量》。本部分与 GB/T 11064.7—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：新疆吴鑫锂盐开发有限公司、江西东鹏新材料有限责任公司、中核建中核燃料元件有限公司锂钙公司、北京矿冶研究总院、新疆有色金属研究所。

本部分主要起草人：季娟娟、吴秀芬、孟翠萍、钟海华、童仲坤、罗爱保、姜求韬、陈岩、关玉珍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 11064.7—1989。

碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂 化学分析方法 第7部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法

1 范围

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

本部分适用于碳酸锂、单水氢氧化锂和氯化锂中铁量的测定。测定范围为 0.000 30%~0.030%。

2 方法提要

试料以盐酸分解。用抗坏血酸使铁(Ⅲ)还原成铁(Ⅱ),在 pH3.5 乙酸盐缓冲介质中,铁(Ⅱ)与邻二氮杂菲形成橙红色络合物。于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。

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 盐酸(1+1),优级纯。

3.2 盐酸(1+7),优级纯。

3.3 盐酸(2+1),优级纯。

3.4 氨水(1+1),优级纯。

3.5 抗坏血酸溶液(25 g/L),用时现配。

3.6 邻二氮杂菲溶液(2 g/L):称取 0.2 g 邻二氮杂菲,溶于 100 mL 乙醇溶液(1+1)中。

3.7 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH3.5):称取 16 g 无水乙酸钠,于 500 mL 烧杯中,加水溶解,加入 170 mL 冰乙酸,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。

3.8 对硝基酚指示液(2 g/L):用乙醇配制。

3.9 铁标准贮存溶液:称取 0.143 0 g 预先在 105 °C~110 °C 烘干 2 h 并冷却至室温的三氧化二铁 [$w(\text{Fe}_2\text{O}_3) \geq 99.9\%$],置于 200 mL 烧杯中。加入 20 mL 盐酸(3.1),低温加热至完全溶解,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 铁。

3.10 铁标准溶液:移取 50.00 mL 铁标准贮存溶液(3.9),置于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铁。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

5.1 碳酸锂、氯化锂试样预先在 250 °C~260 °C 烘 2 h,置于干燥器中冷却至室温。