



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 11064.16—2013

代替 GB/T 11064.17—1989, GB/T 11064.18—1989

## 碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂 化学分析方法

### 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

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

Part 16: Determination of calcium, magnesium, copper, lead, zinc, nickel,  
manganese, cadmium and aluminum content—

Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

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 16 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 11064.17—1989《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 共沉淀火焰原子吸收光谱法测定铁和铅量》及 GB/T 11064.18—1989《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 离子交换火焰原子吸收光谱法测定钙、镁、铜、锌、镍、锰、镉量》。与 GB/T 11064.17—1989 和 GB/T 11064.18—1989 相比，主要技术变化如下：

- 测定方法由“火焰原子吸收光谱法”改为“电感耦合等离子体原子发射光谱法”；
- 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：赣州有色冶金研究所、新疆有色金属研究所、北京矿冶研究总院。

本部分主要起草人：刘鸿、潘建忠、黎英、关玉珍、王宏川、冯先进。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 11064.18—1989。

**碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂  
化学分析方法  
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**

## 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、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝量的测定方法。

本部分适用于碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂中钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝量的测定。测定范围为锰、镉、镍、锌0.000 1%~0.008 0%；钙、铝、铜、镁0.000 2%~0.008 0%；铅0.000 4%~0.008 0%。

## 2 方法提要

碳酸锂、单水氢氧化锂试料以硝酸分解，氯化锂试料以水溶解。在硝酸介质中，于 ICP-AES 仪上采用基体匹配法测定钙、镁、铜、铅、锌、镍、锰、镉、铝的含量。

## 3 试剂

除非另有说明，本部分所用试剂均为优级纯试剂，所用水均为二次去离子水。

3.1 硝酸( $\rho=1.42$  g/mL)。

3.2 盐酸( $\rho=1.19$  g/mL)。

3.3 硝酸溶液(1+1)。

3.4 盐酸溶液(1+1)。

3.5 铝标准贮存溶液：称取纯金属铝(光谱纯，用前擦净表面氧化物)0.100 0 g 于 200 mL 烧杯中，再加入 20 mL 盐酸(3.3)，于低温处溶至清亮，冷却。移入 100 mL 容量瓶中，用水定容，摇匀，此溶液含铝 1 mg/mL。

3.6 铜标准贮存溶液：称取纯金属铜(光谱纯，用前擦净表面氧化物)0.100 0 g 于 200 mL 烧杯中，再加入 20 mL 硝酸(3.2)，于低温处溶至清亮，冷却。移入 100 mL 容量瓶中，用水定容，摇匀，此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。

3.7 锌标准贮存溶液：称取纯金属锌(光谱纯，用前擦净表面氧化物)0.100 0 g 于 200 mL 烧杯中，再加入 20 mL 硝酸(3.2)，于低温处溶至清亮，冷却。移入 100 mL 容量瓶中，用水定容，摇匀，此溶液 1 mL 含 1 mg 锌。

3.8 锰标准贮存溶液：称取纯金属锰(光谱纯，用前擦净表面氧化物)0.100 0 g 于 200 mL 烧杯中，再加入 20 mL 硝酸(3.2)，于低温处溶至清亮，冷却。移入 100 mL 容量瓶中，用水定容，摇匀，此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。

3.9 镉标准贮存溶液：称取纯金属镉(光谱纯，用前擦净表面氧化物)0.100 0 g 于 200 mL 烧杯中，再加

入 20 mL 硝酸(3.2),于低温处溶至清亮,冷却。移入 100 mL 容量瓶中,用水定容,摇匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 镉。

3.10 镍标准贮存溶液:称取纯金属镍(光谱纯,用前擦净表面氧化物)0.100 0 g 于 200 mL 烧杯中,再加入 20 mL 硝酸(3.2),于低温处溶至清亮,冷却。移入 100 mL 容量瓶中,用水定容,摇匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。

3.11 铅标准贮存溶液:称取光谱纯二氧化铅 0.107 7 g 于 200 mL 烧杯中,再加入 20 mL 硝酸(3.2),于低温处溶至清亮,冷却。移入 100 mL 容量瓶中,用水定容,摇匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 铅。

3.12 钙标准贮存溶液:称取光谱纯碳酸钙 0.249 7 g 于 200 mL 烧杯中,再加入 20 mL 硝酸(3.2),于低温处溶至清亮,冷却。移入 100 mL 容量瓶中,用水定容,摇匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 钙。

3.13 镁标准贮存溶液:称取 0.165 8 g 预先在 800 °C 灼烧 2 h 并于干燥器中冷却至室温的氧化镁 [ $w(\text{MgO}) \geq 99.99\%$ ] 于 200 mL 烧杯中,再加入 20 mL 硝酸(3.2),于低温处溶至清亮,冷却。移入 100 mL 容量瓶中,用水定容,摇匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 镁。

3.14 混合标准贮存液:分别移取 5.00 mL 各标准贮存溶液(3.4~3.13)于 200 mL 容量瓶中,加入 20 mL 硝酸(3.2),用水定容,摇匀,此溶液 1 mL 含 25  $\mu\text{g}$  各被测元素。

3.15 高纯碳酸锂(Fe、Cu、Pb、Zn、Ni、Ca、Mg、Mn、Cd、Al 均不大于 0.000 1%)。

3.16 标准系列溶液配制:分别称取 6 份高纯碳酸锂(3.15)2.661 5 g 于 200 mL 烧杯中,缓慢加入 20 mL 硝酸(3.2),于低温处溶至清亮,冷却。移入 6 个 100 mL 容量瓶中,分别移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 混合标准贮存溶液(3.14)于容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。各标准溶液含量见表 1。

表 1

标准系列溶液	1	2	3	4	5	6
各元素含量/ ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	0	0.125	0.250	0.500	1.250	2.500

3.17 氩气 [ $\phi(\text{Ar}) \geq 99.99\%$ ]。

## 4 仪器

等离子发射光谱仪:倒数线色散率不大于 0.26 nm/mm(一级光谱)。

## 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。

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 2 称取试样,精确到 0.000 1 g。

表 2

试样名称	碳酸锂	单水合氢氧化锂	氯化锂
称样量/g	1.330 8	1.511 9	1.527 4

## 6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

## 6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,缓慢加入 10 mL 硝酸(3.3),于低温处溶至清亮,冷却。移入 50 mL 塑料容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.3.2 在等离子体发射光谱仪上,以水调零,将澄清或干过滤的分析试液(6.3.1)、空白试液(6.3)与标准系列溶液(3.16)按表 3 推荐的波长同时进行测定。

表 3

元素	Al	Ca	Cd	Cu	Mg
波长/nm	257,510	396,847	228,802	324,754	280,270
元素	Mn	Ni	Pb	Zn	—
波长/nm	259,373	231,604	220,353	213,856	—

## 7 分析结果的计算

将标准系列溶液(3.16)的浓度直接输入计算机,由计算机计算并输出空白试验溶液(6.3)、分析试液(6.4.1)中待测元素的浓度。

元素含量以各元素的质量分数  $w(x)$  计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w(x) = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V_1}{m_0 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$\rho_1$  ——从工作曲线上查的试液中各元素的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

$\rho_0$  ——从工作曲线上查的空白溶液中各元素的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

$V_1$  ——测定试液的体积,单位为毫升(mL);

$m_0$  ——试料量,单位为克(g)。

## 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内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过 5%。重复性限( $r$ )按表 4 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 4

元素	$w(x)/\%$	$r/\%$
Al	0.000 38	0.000 04
	0.002 0	0.000 3
	0.006 0	0.000 3
Ca	0.000 51	0.000 2
	0.001 5	0.000 2
	0.005 3	0.000 5
Cd	0.000 49	0.000 07
	0.001 5	0.000 2
	0.005 5	0.000 4
Cu	0.000 51	0.000 08
	0.001 5	0.000 1
	0.005 5	0.000 8
Mg	0.000 51	0.000 08
	0.001 5	0.000 2
	0.005 4	0.000 5
Mn	0.000 51	0.000 08
	0.001 5	0.000 2
	0.005 4	0.000 8
Ni	0.000 51	0.000 09
	0.001 5	0.000 2
	0.005 4	0.000 9
Pb	0.000 51	0.000 10
	0.001 5	0.000 2
	0.005 4	0.000 6
Zn	0.000 51	0.000 08
	0.001 5	0.000 2
	0.005 3	0.000 9

## 8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表 5 所列允许差。

表 5

各元素的质量分数/%	允许差/%
0,000 10~0,000 30	0,000 10
>0,000 30~0,000 60	0,000 15
>0,000 60~0,001 5	0,000 20
>0,001 5~0,005 0	0,000 50
>0,005 0~0,008 0	0,001 0

## 9 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 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；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。

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 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  
GB/T 11064.16—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](http://www.gb168.cn)

服务热线: 400-168-0010

010-68522006

2014 年 2 月第一版

\*

书号: 155066 · 1-48123

版权专有 侵权必究



GB/T 11064.16—2013