

UDC 669
H 15



中华人民共和国国家标准

GB 11064.14—89

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量

Lithium carbonate—Determination
of arsenic content—Molybdenum
blue spectrophotometric method

1989-03-31 发布

1990-02-01 实施

国家技术监督局 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 钼蓝分光光度法测定砷量

GB 11064.14—89

Lithium carbonate—Determination
of arsenic content —Molybdenum
blue spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了碳酸锂中砷含量的测定方法。

本标准适用于医用级碳酸锂中砷含量的测定。测定范围：0.000 010%~0.000 20%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法提要

试料以盐酸分解，在盐酸介质中并在碘化钾、氯化亚锡存在下，用锌粒还原，生成的砷化氢经碘液吸收后，在0.2 mol/L 硫酸介质中形成砷钼蓝络合物，于分光光度计波长840 nm处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 无砷锌粒：粒度 ϕ 1.5~3 mm。

4.2 硫酸(1+1)，优级纯。

4.3 硫酸(5+13)，优级纯。

4.4 硫酸(1+99)，优级纯。

4.5 盐酸(ρ 1.19 g/mL)，优级纯。

4.6 盐酸(1+1)，优级纯。

4.7 氢氧化钠溶液(5%)。

4.8 碘化钾溶液(20%)。

4.9 二氯化锡溶液(30%)：称取30 g 二氯化锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)，置于200 mL 烧杯中，加入50 mL 盐酸(4.5)，加热溶解至清亮，加入50 mL 水，混匀。

4.10 碘吸收液：称取1 g 碘及1 g 碘化钾，置于烧杯中，加入少量水溶解后，用水稀释至1 L，混匀。贮存于棕色瓶中。

4.11 硫酸-钼酸铵混合溶液：称取4.5 g 钼酸铵，用硫酸(4.3)溶解并用硫酸(4.3)稀释至100 mL，混匀。

4.12 抗坏血酸溶液(1%)，用时现配。

4.13 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80~100℃