

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)按以下数据采用线性内插法求得:

氮的质量分数(%): 0.006 5 0.025 0.120
 重复性限 r (%): 0.000 4 0.002 0.006

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表3所列允许差。

表 3

氮的质量分数/%	允许差/%
0.001 0~0.003 0	0.000 5
>0.003 0~0.010	0.002
>0.010~0.03	0.003
>0.03~0.10	0.01
>0.10~0.2	0.03

9 质量保证和控制

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。



中华人民共和国国家标准

GB/T 20931.9—2007

锂化学分析方法 氮量的测定 碘化汞钾分光光度法

Methods for chemical analysis of lithium
—Determination of nitrogen content
—Mercuric potassium iodide spectrophotometric method



GB/T 20931.9—2007

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-29780

定价: 10.00 元

2007-04-30 发布

2007-11-01 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

化钠溶液(3.3)和 2 mL 碘化汞钾溶液(3.4),每加入一种试剂均需混匀,以水稀释至刻度,混匀。放置 15 min。将部分试液于 3 cm 吸收池中测其吸光度。吸光度不得大于 0.005,否则须重新清洗。

6.4.2 向蒸汽发生器(1)中加入约 300 mL 水(见图 1)。关闭止水夹(J₂),将剪成小块的试料(6.1)投进反应器(A)中,立即塞上磨口塞。打开分液漏斗(C)活塞,向反应器中缓慢加入 250 mL 水,关闭活塞。开通冷凝水,待反应停息后,打开止水夹(J₁),接通可调温电炉(F)的电源开关,加热,使蒸汽发生器中的溶液沸腾。打开止水夹(J₂),通过止水夹(J₁、J₂)调节通往反应器的蒸汽流量。反应器中反应生成的气体经冷凝后被接收于盛有 80 mL 稀硫酸(1+360)溶液的接收器(E)接收,待接收器中溶液体积约 160 mL 时,用少量水冲洗直形冷凝管,将吸收液和冲洗液移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

6.4.3 按表 1 分取试液(6.4.2)于 50 mL 容量瓶中,加入 1 mL 氢氧化钠溶液(3.3),2 mL 碘化汞钾溶液(3.4),每加入一种试剂均需混匀,以水稀释至刻度,混匀。放置 15 min。

表 1

氮质量分数/%	分取试液体积/mL	吸收池厚度/cm
0.001 0~0.010	25.00	3
>0.010~0.030	10.00	3
>0.030~0.10	10.00	1
>0.10~0.2	5.00	1

6.4.4 将部分试液(6.4.3)按表 1 移入吸收池中,用水作参比,于分光光度计波长 460 nm 处,测量其吸光度。减去随同试料的空白试验溶液吸光度,从工作曲线上查出相应的氮量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 按表 2 移取氮标准溶液(3.6.2)分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 1 mL 氢氧化钠溶液(3.3),2 mL 碘化汞钾溶液(3.4),每加入一种试剂均需混匀,以水稀释至刻度,混匀。放置 15 min。

表 2

氮质量分数/%	移取氮标准溶液(3.6.2)体积/mL	吸收池厚度/cm
0.001 0~0.030	0,0.50,1.00,2.00,4.00,5.00	3
>0.030~0.20	0,5.00,10.00,15.00,20.00	1

6.5.2 将部分溶液(6.5.1)按表 2 移入吸收池中,用水作参比,于分光光度计波长 460 nm 处,测量其吸光度。减去试剂空白溶液的吸光度后,以氮量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式(1)计算氮的质量分数 $w(N)$,数值以 % 表示:

$$w(N) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- m_1 ——自工作曲线上查得的氮量,单位为微克(μg);
- V_0 ——试液的总体积,单位为毫升(mL);
- m_0 ——试料的质量,单位为克(g);
- V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
锂化学分析方法
氮量的测定
碘化汞钾分光光度法
GB/T 20931.9—2007

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

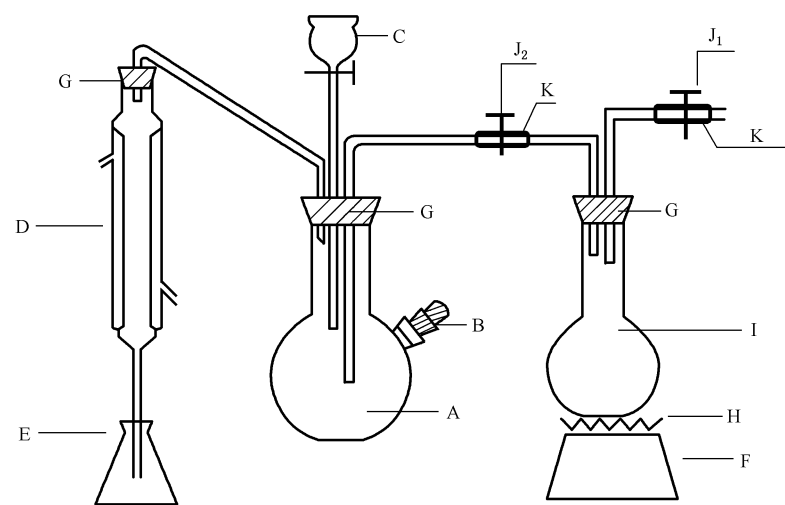
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
2007 年 8 月第一版 2007 年 8 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-29780 定价 10.00 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)68533533



A——反应器,容积为 500 mL 的两口平底烧瓶;
 B——磨口塞;
 C——分液漏斗;
 D——直形冷凝管;
 E——接收器,容积为 250 mL 的带刻度的锥形瓶;
 F——可调温电炉;
 G——橡胶塞;
 H——石棉网;
 I——蒸汽发生器——容积为 500~750 mL 的平底烧瓶;
 J₁, J₂——止水夹;
 K——橡胶管。

图 1 蒸馏装置示意图

5 试样

5.1 试样的保存

试样保存于石蜡油中或密封的铝箔袋中。

5.2 试样的制备

在手套箱内将试样用滤纸擦干,用剪刀削去表皮,切成小块,放入称量瓶中。

6 分析步骤

6.1 试料

于天平上用减量法称取 1.5 g~2.0 g 的试样(5),精确至 0.000 1 g。

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。

6.4 测定

6.4.1 蒸馏装置(4.3)的检测

先将橡胶塞和橡胶管在不含氨的氢氧化钠沸腾液(10 g/L)中清洗,然后用水洗净。

向蒸汽发生器中加入 2/3 体积的水和 1 mL~2 mL 硫酸(3.1),加热,产生的气流清洗装置 10 min~15 min。在接收器接收了 40 mL 左右的蒸馏液后,将蒸馏液转移入 50 mL 容量瓶中,加入 1 mL 氢氧

前 言

GB/T 20931—2007《锂化学分析方法》分为 11 部分:

GB/T 20931.1	锂化学分析方法	钾量的测定	火焰原子吸收光谱法
GB/T 20931.2	锂化学分析方法	钠量的测定	火焰原子吸收光谱法
GB/T 20931.3	锂化学分析方法	钙量的测定	火焰原子吸收光谱法
GB/T 20931.4	锂化学分析方法	铁量的测定	邻二氮杂菲分光光度法
GB/T 20931.5	锂化学分析方法	硅量的测定	硅钼蓝分光光度法
GB/T 20931.6	锂化学分析方法	铝量的测定	铬天青 S-溴化十六烷基吡啶分光光度法
GB/T 20931.7	锂化学分析方法	镍量的测定	α -联吡啶甲酰二肼萃取光度法
GB/T 20931.8	锂化学分析方法	氯量的测定	硫氰酸盐分光光度法
GB/T 20931.9	锂化学分析方法	氮量的测定	碘化汞钾分光光度法
GB/T 20931.10	锂化学分析方法	铜量的测定	火焰原子吸收光谱法
GB/T 20931.11	锂化学分析方法	镁量的测定	火焰原子吸收光谱法

本部分为第 9 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由新疆锂盐厂起草。

本部分由建中化工总公司、北京有色金属研究总院参加起草。

本部分主要起草人:刘期柄、张苏玲。

本部分主要验证人:陈燕。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。