

ICS 77.120.99
H 14



中华人民共和国国家标准

GB/T 20931.4—2007

GB/T 20931.4—2007

锂化学分析方法 铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法

Methods for chemical analysis of lithium
—Determination of iron content
—Orthophenanthroline spectrophotometric method

中华人民共和国
国家标准
锂化学分析方法
铁量的测定
邻二氮杂菲分光光度法
GB/T 20931.4—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 7 千字
2007年8月第一版 2007年8月第一次印刷

*
书号: 155066·1-29775 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



GB/T 20931.4—2007

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

6 分析步骤

6.1 试料

于天平上用减量法按表 1 称取适量的试样(5),精确至 0.000 1 g。

表 1

铁的质量分数/%	试料质量/g	分取试液体积/mL
0.000 5~0.002 5	0.2	全量
>0.002 5~0.025	1.0	10.00
>0.025~0.05	1.0	5.00

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。

注:铜、镍等有色离子含量高时称取相同质量的试样做空白试验(不加入邻二氮杂菲显色)。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)逐块投入盛有 20 mL 水的 250 mL 塑料杯中。塑料杯置于冷水浴中冷却。待试料全部溶解后,用盐酸(3.1)中和至刚果红试纸恰好变为蓝色。

6.4.2 铁质量分数在 0.000 5%~0.002 5%之间时,将溶液转移到玻璃烧杯中,加热蒸至 10 mL 左右,转移到 25 mL 容量瓶中;铁质量分数在 0.002 5%~0.05%之间时将溶液移入 100 mL 容量瓶中用水稀释至刻度,混匀后按表 1 分取溶液至 25 mL 容量瓶中。

6.4.3 向试料溶液(6.4.2)中加入 1 滴对硝基酚指示剂(3.4),用氨水(3.3)调节至溶液变为黄色,再用盐酸(3.2)调至黄色消失,加入 5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.6)、2 mL 盐酸羟胺溶液(3.5),混匀,加入 2 mL 邻二氮杂菲溶液(3.7),用水稀释至刻度,混匀,放置 1 h。

6.4.4 将显色后的部分溶液(6.4.3)移入 3 cm 的吸收池中,以随同试料的空白试验溶液(6.3)为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铁量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0 mL,0.10 mL,0.50 mL,1.00 mL,1.50 mL,2.00 mL,2.50 mL 铁标准溶液(3.9),分别置于一组 25 mL 容量瓶中,以水稀释至 10 mL,以下按分析步骤 6.4.3 进行。

6.5.2 将部分溶液(6.5.1)移入 3 cm 吸收池中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度,以铁量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式(1)计算铁的质量分数 $w(\text{Fe})$,数值以%表示:

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

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的铁量,单位为微克(μg)。

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL)。

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

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 -联吡喃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 4 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。

本部分由北京有色金属研究总院起草。

本部分由新疆锂盐厂、建中化工总公司参加起草。

本部分主要起草人:卓军、王爱慈、李满芝、张丽。

本部分主要验证人:郭红、任小红。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。