

ICS 77.120.99  
H 14



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20931.5—2007

GB/T 20931.5—2007

## 锂化学分析方法 硅量的测定 硅钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of lithium  
—Determination of silicon content  
—Molybdenum blue spectrophotometric method

中华人民共和国  
国家标准  
锂化学分析方法  
硅量的测定  
硅钼蓝分光光度法  
GB/T 20931.5—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:155066·1-29776 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 20931.5—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

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 0.2 g 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 将试料(6.1)逐块投入盛有 20 mL 水的 250 mL 塑料杯中,试料全部溶解后,滴加 2 滴对硝基酚指示剂(3.9),滴加盐酸(3.2)及硫酸(3.1)调至溶液黄色褪去。

6.4.2 向溶液(6.4.1)中加 10 mL 水,滴加氨水(3.6)调至溶液黄色出现。

6.4.3 向溶液(6.4.2)中加 2 mL 硫酸(3.1),3 mL 钼酸铵(3.4),放置 15 min,加 10 mL 草酸-硫酸混合液(3.3)后,立即加 3 mL 抗坏血酸(3.5),放置 15 min,以上每加一种试剂均需摇匀。

6.4.4 将溶液(6.4.3)转入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.4.5 将部分溶液(6.4.4)按表 1 移入相应的吸收池中,于分光光度计上按表 1 的测定波长以水作参比测量其吸光度。

6.4.6 减去随同试料的空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的硅量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 按表 1 移取硅标准溶液(3.8.1)或(3.8.2),分别置于一组塑料杯中,以下按分析步骤 6.4.3~6.4.5 进行。

表 1

硅质量分数/%	移取硅标准溶液体积/mL	吸收池厚度/cm	波长/nm
0.000 1~0.001	0,0.20,0.40,0.80,1.20,2.00(3.8.2)	3	800
>0.001~0.01	0,0.20,0.40,0.80,1.20,2.00(3.8.1)	3	650
>0.01~0.05	0,2.00,4.00,6.00,8.00,10.0(3.8.1)	1	650

6.5.2 测得吸光度减去试剂空白溶液的吸光度,以硅量为横坐标,以吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

7 分析结果的计算

按式(1)计算硅的质量分数  $w(\text{Si})$ ,数值以%表示:

$$w(\text{Si}) = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m$ ——自工作曲线上查出的硅量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_0$ ——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  $\alpha$ -联吡喃甲酰二肟萃取光度法
- 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 5 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。

本部分由建中化工总公司起草。

本部分由北京有色金属研究总院、新疆锂盐厂参加起草。

本部分主要起草人:何平、汪文红、陈燕、李贵友、张宪铭。

本部分主要验证人:卓军、夏淑芬。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。