

B.4.3 同样条件下,用微量注射器注入 1 μL 试液,记录色谱图,对照保留时间,记录氯丁烷的色谱峰面积 A_2 。

B.5 分析结果的计算

共价氯含量按式(B.2)计算:

$$w = \frac{f \times A_2 \times 10 \times \rho_1 \times 0.3835}{m_5 - m_6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(B.2)$$

式中:

- f —— 氯丁烷校正因子;
- A_1 —— 氯丁烷标准溶液色谱峰面积;
- A_2 —— 试样中氯丁烷色谱峰面积;
- m_5 —— 取有样品时注射器、针头和橡胶垫的总质量,单位为克(g);
- m_6 —— 释放完样品后注射器、针头和橡胶垫的总质量,单位为克(g);
- ρ_1 —— 溶剂的密度(g/mL);
- 0.3835 —— 氯丁烷折算成共价氯的系数。

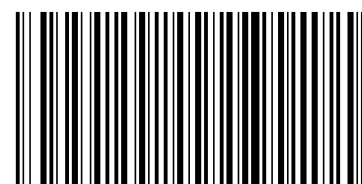


中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 830—2012

正 丁 基 锂

N-butyllithium



YS/T 830—2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-24568

定价: 16.00 元

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

附录 B
(规范性附录)
正丁基锂溶液中共价氯含量的测定

B.1 范围

本附录规定了正丁基锂溶液中共价氯含量的测定。

B.2 方法原理

正丁基锂溶液水解后,氯丁烷残留在有机相中,可通过气相色谱仪测定,利用试样(有机相)中各组分在气相和固定液液相间的分配系数不同分离各组分,通过测定氯丁烷的含量折算成共价氯。

B.3 试剂和仪器

B.3.1 氯丁烷标准溶液:用氯丁烷(纯度不小于99%)和与正丁基锂试样相同种类的色谱纯溶剂配制。

B.3.2 氯丁烷质量分数:0.1%。

B.3.3 载气:氮气,体积分数≥99.9%。

B.3.4 燃气:氢气,体积分数≥99%。

B.3.5 助燃气:净化空气,无油。

B.3.6 气相色谱仪:氢火焰离子化检测器。

仪器参考工作条件:

——色谱柱:SPBTM-1 毛细管柱 30 m×0.53 mm×0.5 μm;

——汽化温度:150 ℃;

——柱温:50 ℃;

——检测器温度:150 ℃;

——载气(氮气)流量:30 mL/min;

——氢气流量:30 mL/min;

——助燃气(空气)流量:300 mL/min;

——分流比:50:1;

——进样量:1.0 μL。

B.3.7 微量注射器:10 μL。

B.4 分析步骤

B.4.1 试样的处理:用干燥置换后的10 mL注射器抽取10 mL正丁基锂样品,称取重量 m_s ,注入带乳胶支管的密闭60 mL容器内,称取重量 m_g 。在胶管上插上针头用于平衡压力和干燥。将容器置于冰浴中,通过注射器逐滴加入10 mL蒸馏水进行水解,取有机液相用于气相色谱分析。

B.4.2 待仪器稳定后,用微量注射器吸取1 μL氯丁烷标准溶液,记录色谱图,测出氯丁烷的保留时间、记录氯丁烷的色谱峰面积 A_1 ,氯丁烷的校正因子 f 按式(B.1)计算:

$$f = 0.1\% / A_1 \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

中华人民共和国有色金属
行业标准
正丁基锂
YS/T 830—2012

*

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.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

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 0.75 字数 16 千字
2013年3月第一版 2013年3月第一次印刷

*

书号:155066·2-24568 定价 16.00 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)68510107

式中：

0.064 05——正丁基锂的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol)；

c_2 ——滴定总碱所用的盐酸标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L)；

V_2 ——滴定总碱消耗的盐酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL)；

m_3 ——注射器+样品+硅橡胶垫重,单位为克(g)；

m_4 ——注射器+硅橡胶垫重,单位为克(g)。

A.5.3 活性正丁基锂 w_3 按式(A.3)计算：

$$w_3 = w_2 - w_1 \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

w_1 ——以正丁基锂质量分数表示的杂碱量, %；

w_2 ——以正丁基锂质量分数表示的总锂量, %。

A.5.4 正丁基锂的活性 w_4 按式(A.4)计算：

$$w_4 = \frac{w_3}{w_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中：

w_2 ——以正丁基锂质量分数表示的总锂量, %；

w_3 ——活性正丁基锂, %。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准起草单位：江西赣锋锂业股份有限公司。

本标准主要起草人：李良彬、曾宪勤、刘明、谢绍忠、曹志昂、彭爱平。