



中华人民共和国国家标准

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

专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

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

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 发布
中国国家标准化管理委员会



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 -联咪喃甲酰二肼萃取光度法
GB/T 20931.8	锂化学分析方法	氟量的测定	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。

锂化学分析方法

铁量的测定

邻二氮杂菲分光光度法

1 范围

本部分规定了锂中铁含量的测定方法。

本部分适用于锂中铁含量的测定。测定范围(质量分数):0.000 5%~0.05%。

2 方法提要

试样用水溶解,盐酸酸化后,加入盐酸羟胺使铁(Ⅲ)还原成铁(Ⅱ),在 pH3.5 的乙酸盐缓冲介质中,铁(Ⅱ)与邻二氮杂菲形成橙红色络合物,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

除非另有说明,本部分所用试剂均为符合国家标准或行业标准的分析纯试剂所用水均为去离子水。

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。

3.2 盐酸(1+1),优级纯。

3.3 氨水(1+1),优级纯。

3.4 指示剂:对硝基酚乙醇溶液(2 g/L)。

3.5 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。

3.6 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH3.5):称取 16 g 无水乙酸钠,用水溶解后,加入 170 mL 冰乙酸,以水稀释至 1 L,混匀待用。

3.7 邻二氮杂菲溶液(2.5 g/L):称取 0.25 g 邻二氮杂菲,用 30 mL 乙醇溶解后,用水稀释至 100 mL。

3.8 铁标准贮存溶液:称取 0.143 0 g 预先在 105℃~110℃ 烘干 2 h 并冷却至室温的三氧化二铁 [$w(\text{Fe}_2\text{O}_3) \geq 99.99\%$],置于 200 mL 烧杯中。加入 20 mL 盐酸(3.2),低温加热至完全溶解,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铁。

3.9 铁标准溶液:移取 10.00 mL 铁标准贮存溶液(3.8),置于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铁。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 手套箱:相对湿度<5%。

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)。

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:

铁的质量分数(%):	0.000 5	0.007 0	0.024
重复性限 r (%):	0.000 1	0.000 6	0.002

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

铁的质量分数/%	允许差/%
0.000 5~0.001 0	0.000 3
>0.001 0~0.005	0.000 5
>0.005~0.010	0.001
>0.010~0.05	0.004

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
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