



中华人民共和国国家标准

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

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

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。

锂化学分析方法

硅量的测定

硅钼蓝分光光度法

1 范围

本部分规定了锂中硅含量的测定方法。

本部分适用于锂中硅含量的测定。测定范围(质量分数):0.000 1%~0.05%。

2 方法提要

试样以水溶解后,在酸性(pH=1.2)溶液中单硅酸与钼酸铵反应生成硅钼黄杂多酸,以草酸-硫酸混合溶液消除磷、砷的干扰,用抗坏血酸将硅钼黄还原为硅钼蓝。于分光光度计波长 650 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

除非另有说明,本部分仅使用确认为优级纯的试剂和去离子水(电导率 $\leq 1.0 \times 10^{-6}$ S/cm,试剂空白吸光度小于 0.006)。配制的溶液均贮于聚乙烯瓶或有机玻璃瓶中。

3.1 硫酸(3+97)。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 草酸-硫酸混合溶液:将硫酸(1+3)与草酸(50 g/L)等体积混合,避光贮存。

3.4 钼酸铵溶液(50 g/L),必要时在 60℃ 水浴中溶解。

3.5 抗坏血酸溶液(10 g/L),用时现配。

3.6 氨水(1+1),等温扩散提纯。

3.7 硅标准贮存溶液:准确称取 0.214 0 g 预先在 1 000℃ 灼烧 1 h,在干燥器中冷却至室温的光谱纯二氧化硅于铂坩埚中,加 4.0 g 无水碳酸钠,在 1 000℃ 的高温炉中熔融 30 min 至熔体为亮红色并清澈透明,取出冷却,用水洗净坩埚外壁,置于盛有 200 mL 热水的聚四氟乙烯烧杯中,微热溶解至透明。取出坩埚,用水冲洗坩埚内、外壁三次,溶液冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,立即移入聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 100 μ g 硅。

3.8 硅标准溶液

3.8.1 移取 20.00 mL 硅标准贮存溶液(3.7)于 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,立即移入聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 10 μ g 硅。

3.8.2 移取 10.00 mL 硅标准贮存溶液(3.8.1)于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,立即移入聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 1 μ g 硅。用时现配。

3.9 指示剂:对硝基酚乙醇溶液(1.0 g/L)。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 手套箱:相对湿度 $< 5\%$ 。