



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

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
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 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。