



中华人民共和国国家标准

GB/T 20931.3—2007

锂化学分析方法 钙量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of lithium
—Determination of calcium content
—Flame atomic absorption spectrometric 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 3 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。

本部分由新疆锂盐厂起草。

本部分由北京有色金属研究总院、建中化工总公司参加起草。

本部分主要起草人：刘期柄、张苏玲。

本部分主要验证人：李满芝、周雅琦。

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

钙量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了锂中钙含量的测定方法。

本部分适用于锂中钙含量的测定。测定范围(质量分数):0.001 0%~0.1%。

2 方法提要

试样用水溶解,在稀盐酸介质中,于原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 处,用乙炔-氧化亚氮富燃性火焰采用标准加入法进行测定。

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(1+1),优级纯。

3.2 钙标准贮存溶液:准确称取 2.497 0 g 预先在 105℃ 烘 2 h 并在干燥器中冷却至室温的碳酸钙(基准试剂),置于 200 mL 烧杯中,小心加入 10 mL 盐酸(3.1),溶解后加热煮沸驱除二氧化碳,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钙。

3.3 钙标准溶液:

3.3.1 移取 10.00 mL 钙标准贮存溶液(3.2),置于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 钙。

3.3.2 移取 10.00 mL 钙标准溶液(3.3.1),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 钙。

3.4 指示剂:对硝基酚乙醇溶液(1 g/L)。

4 仪器

4.1 原子吸收光谱仪,附钙空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

——特征浓度:在与测量溶液基体相一致的溶液中,钙的特征浓度应不大于 0.10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.5%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.7。

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。