



中华人民共和国国家标准

GB/T 20931.10—2007

锂化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of lithium
—Determination of copper 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	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 10 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。

本部分由建中化工总公司、新疆锂盐厂参加起草。

本部分主要起草人：王爱慈、刘英、张丽、李满芝。

本部分主要验证人：周雅琦、刘期柄。

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

铜量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了锂中铜含量的测定方法。

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

2 方法提要

试料用水溶解,在稀盐酸介质中,于原子吸收光谱仪上波长 324.7 nm 处,以空气-乙炔贫燃性火焰测定铜的吸光度。

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 铜标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铜[$w(\text{Cu})\geq 99.95\%$],置于 500 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(1+1),加热溶解,煮沸驱除氮的氧化物,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 铜。

3.4 铜标准溶液:移取 10.00 mL 铜标准贮存溶液(3.3),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 100 μg 铜。

3.5 锂基体溶液:准确称取 66.635 0 g 碳酸锂[$w(\text{Li}_2\text{CO}_3)\geq 99.999\%$],置于 500 mL 塑料烧杯中,加入 50 mL 水,小心缓慢加入 150 mL 盐酸(3.1),溶解,冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含有 50 mg 锂。

4 仪器

4.1 原子吸收光谱仪,附铜空心阴极灯。

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,铜的特征浓度应不大于 0.001 8 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——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。

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 称取适最的试样(5),精确至 0.000 1 g。

表 1

铜的质量分数/%	试料质量/g
0.001~0.005	2.0
>0.005~0.025	1.0
>0.025~0.10	0.2

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。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)逐块投入盛有 20 mL 水的 150 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(3.2)中和至刚果红试纸恰好变为蓝色,移入 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 盐酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 使用空气-乙炔贫燃性火焰,于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处,以水调零,与标准溶液系列同时测量铜的吸光度,减去空白试液(6.3)的吸光度,从工作曲线上查出相应的铜浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 标准溶液系列的制备。

6.5.1.1 适用于质量分数为 0.001%~0.005%范围的铜含量。

移取 0 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.00 mL 铜标准溶液(3.4),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 盐酸(3.2),40.00 mL 锂基体溶液(3.5),以水稀释至刻度,混匀。

6.5.1.2 适用于质量分数为 >0.005%~0.025%范围的铜含量。

移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL 铜标准溶液(3.4),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 盐酸(3.2),20.00 mL 锂基体溶液(3.5),以水稀释至刻度,混匀。

6.5.1.3 适用于质量分数为 >0.025%~0.1%范围的铜含量。

移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL 铜标准溶液(3.4),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 盐酸(3.2),4.00 mL 锂基体溶液(3.5),以水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 使用空气-乙炔贫燃性火焰,于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处,以水调零,测量铜的吸光度,减去系列标准溶液中“零”浓度的吸光度,以铜量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式(1)计算铜的质量分数 $w(\text{Cu})$,数值以%表示:

$$w(\text{Cu}) = \frac{c \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——自工作曲线上查得的铜质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——试液的总体积,单位为毫升(mL);

m ——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:

铜的质量分数(%): 0.004 8 0.016 0 0.087 8

重复性限 r (%): 0.000 3 0.001 0 0.003 8

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

铜的质量分数/%	允许差/%
0.001 0~0.005	0.000 5
>0.005~0.025	0.002
>0.025~0.10	0.005

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
铜量的测定
火焰原子吸收光谱法
GB/T 20931.10—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:155066·1-29781 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 20931.10—2007