



中华人民共和国国家标准

GB/T 20931.6—2007

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

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 aluminum content
—Chromazurol S-cetylpyridine broide 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 6 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：王克刚、童坚、颜广灵、刘芳。

本部分主要验证人：任小红、季娟娟。

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

铝量的测定

铬天青 S-溴化十六烷基吡啶分光光度法

1 范围

本部分规定了锂中铝含量的测定方法。

本部分适用于锂中铝含量的测定。测定范围(质量分数):0.000 5%~0.04%。

2 方法提要

试料用水溶解、盐酸中和,用锌-乙二胺四乙酸作掩蔽剂,在约 pH5.9 的六次甲基四胺缓冲介质中,铝与铬天青 S-溴化十六烷基吡啶形成蓝色络合物,于分光光度计波长 612 nm 处测量吸光度。

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 氨水(ρ 0.90 g/mL),优级纯。

3.2 盐酸(1+1),优级纯。

3.3 盐酸(1+47),优级纯。

3.4 六次甲基四胺溶液(250 g/L)。

3.5 锌-乙二胺四乙酸溶液:称取 3.60 g 锌粉[$w(\text{Zn}) \geq 99.99\%$]用 40 mL 盐酸(3.2)加热溶解。称取 18.6 g 乙二胺四乙酸二钠(优级纯),加水溶解。将两种溶液混合后,在酸度计上用盐酸(3.2)和氨水(3.1)调至 pH4.0,以水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.6 铬天青 S-溴化十六烷基吡啶溶液:称取 0.25 g 铬天青 S 溶于 250 mL 乙醇中,称取 1 g 溴化十六烷基吡啶溶于 250 mL 热水中,将两种溶液等体积混合。

3.7 锂基体溶液:准确称取 26.613 8 g 碳酸锂[$w(\text{Li}_2\text{CO}_3) \geq 99.999\%$]于 300 mL 塑料杯中,小心缓慢加入 122 mL 盐酸(3.2)低温加至溶解完全,冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中以水定容,贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 20 mg 锂。

3.8 铝标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铝[$w(\text{Al}) \geq 99.999\%$],置于 250 mL 烧杯中,缓慢加入 10 mL 盐酸(3.2),加热溶解,冷却,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 铝。

3.9 铝标准溶液:移取 25.00 mL 铝标准贮存溶液(3.8)于 250 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(3.2),用水定容。此溶液 1 mL 含 10 μg 铝。

3.10 铝标准溶液:移取 25.00 mL 铝标准溶液(3.9)于 250 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(3.2),用水定容。此溶液 1 mL 含 1 μg 铝。

3.11 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 酸度计。

GB/T 20931.6—2007

4.3 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

铝的质量 分数/%	试料质量/g	盐酸(3.2) 体积/mL	分取试液 体积/mL	锂基体溶液 体积/mL	吸收池 厚度/cm
0.000 5~0.001	2.0	50	10	10.0	3
$>0.001\sim0.008$	1.0	25	10	5.0	1
$>0.008\sim0.040$	0.5	13	5	1.25	1

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。按表 1 向空白试验溶液中加入等量的锂基体溶液(3.7)。

6.4 测定

6.4.1 将剪成小块的试料逐个投入盛有 20 mL 水的塑料杯中。塑料杯置于冷水浴中冷却。待试料全部溶解后用盐酸(3.2)中和至刚果红试纸变为蓝色，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.4.2 按表 1 分取试料溶液(6.4.1)于 50 mL 容量瓶中，加水至约 20 mL，滴加 1 滴对硝基酚指示剂(3.11)，在摇动中滴加氨水(3.1)至溶液呈黄色，再滴加盐酸(3.3)至溶液无色并过量 3 mL，加入 2 mL 锌-乙二胺四乙酸溶液(3.5)、4 mL 铬天青 S-溴化十六烷基吡啶溶液(3.6)、4 mL 六次甲基四胺溶液(3.4)，每加一种试剂均须混匀。以水稀释至刻度，混匀。放置 1 h。

6.4.3 按表 1 将显色后的部分溶液(6.4.2)移入吸收池中，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 612 nm 处测量吸光度，从工作曲线上查出相应的铝量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 按表 2 移取铝标准溶液(3.10)于一系列 50 mL 容量瓶中，以水稀释至约 20 mL 以下按步骤 6.4.2 进行。

表 2

铝质量分数/%	移取铝标准溶液(3.10)/mL	吸收池厚度/cm
0.000 5~0.001	0, 0.40, 0.80, 1.20, 1.60, 2.00	3
$>0.001\sim0.04$	0, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00	1

6.5.2 将部分溶液(6.5.1)按表 2 移入吸收池中，以试剂空白为参比，于分光光度计波长 612 nm 处测其吸光度，以铝量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式(1)计算铝的质量分数 $w(\text{Al})$ ，数值以%表示：

$$w(\text{Al}) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中：
 m_1 ——自工作曲线上查得的铝量，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：

铝的质量分数(%)：	0.000 5	0.002 0	0.012
重复性限 r(%)：	0.000 2	0.000 5	0.002

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3

铝的质量分数/%	允许差/%
0.000 5~0.000 8	0.000 3
>0.000 8~0.002	0.000 5
>0.002~0.005	0.001
>0.005~0.008	0.002
>0.008~0.010	0.003
>0.010~0.025	0.004
>0.025~0.04	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。

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

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

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 20931.6—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 8 千字

2007年8月第一版 2007年8月第一次印刷

*

书号:155066·1-29777 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 20931.6—2007