



中华人民共和国国家标准

GB/T 20931.2—2007

锂化学分析方法 钠量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of lithium
—Determination of sodium 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 2 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。

本部分由新疆锂盐厂、北京有色金属研究总院参加起草。

本部分主要起草人：何平、汪文红、周雅琦、李贵友、张宪铭。

本部分主要验证人：夏淑芬、王克刚。

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 钠量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了锂中钠含量的测定方法。

本部分适用于锂中钠含量的测定。测定范围(质量分数)为:0.000 5%~2.0%。

2 方法提要

试样用水溶解,在硝酸介质中,于原子吸收光谱仪波长 589.6 nm(或 330.2 nm)处,采用空气-乙炔氧化性火焰测量钠的吸光度。

3 试剂

除非另有说明,所用试剂均为符合国家标准或行业标准的优级纯试剂,所用水均为去离子水。

3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.2 钠标准贮存溶液:准确称取 2.542 1 g 预先在 450℃~500℃灼烧 1.5 h 并在干燥器中冷却至室温的氯化钠(基准试剂),倒入 300 mL 聚乙烯烧杯中,加水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 1 mg 钠。

3.3 钠标准溶液

3.3.1 移取 10.00 mL 钠标准贮存溶液(3.2)于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 100 μ g 钠。

3.3.2 移取 10.00 mL 钠标准溶液(3.3.1)于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 10 μ g 钠。用时现配。

3.4 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 硝酸(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。

3.5 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,附钠空心阴极灯。

在仪器最佳条件下,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,钠的特征浓度值为应不大于 0.029 μ g/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%。

——工作曲线的线性: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不大于 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。