



中华人民共和国国家标准

GB/T 20931.7—2007

锂化学分析方法 镍量的测定 α -联咪喃甲酰二肟萃取光度法

Methods for chemical analysis of lithium
—Determination of nickel content
— α -Furil dioxime 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 7 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：刘英、童坚、佟玲、颜广灵。

本部分主要验证人：吕明辉、周容。

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

镍量的测定

α -联咪喃甲酰二肼萃取光度法

1 范围

本部分规定了锂中镍含量的测定方法。

本部分适用于锂中镍含量的测定。测定范围(质量分数):0.000 1%~0.003%。

2 方法提要

试样用水溶解,在酒石酸钾钠和硫脲存在下的氨性介质中(pH8~11),以三氯甲烷萃取 α -联咪喃甲酰二肼与镍生成的络合物,于分光光度计 436 nm 处测定其吸光度。

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 三氯甲烷。

3.2 过氧化氢(30%),优级纯。

3.3 盐酸(1+1),优级纯。

3.4 镍标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属镍[$w(\text{Ni})\geq 99.99\%$],置于 400 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 50 mL 盐酸(3.3),滴加适量的过氧化氢,缓慢加热使镍完全溶解,煮沸数分钟以分解过量的过氧化氢,冷却。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。

3.5 镍标准溶液:移取 25.00 mL 镍标准贮存溶液(3.4)于 250 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.3),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 镍。

3.6 镍标准溶液:移取 25.00 mL 镍标准溶液(3.5)于 250 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.3),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 镍。

3.7 酒石酸钾钠溶液(30 g/L)。

3.8 硫脲(10 g/L)。

3.9 指示剂:酚酞乙醇溶液(10 g/L)。

3.10 氨水(1+1),优级纯。

3.11 α -联咪喃甲酰二肼乙醇溶液(1 g/L)。

3.12 硫酸洗液(1+59)。

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。