



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20931.8—2007

---

## 锂化学分析方法 氯量的测定 硫氰酸盐分光光度法

Methods for chemical analysis of lithium  
—Determination of chlorine content  
—Thiocyanate 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 | $\alpha$ -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              |

本部分为的第 8 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。

本部分由北京有色金属研究总院、新疆锂盐厂参加起草。

本部分主要起草人：何平、汪文红、周容、李贵友、张宪铭。

本部分主要验证人：颜广炅、季娟娟、郭红。

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

## 氯量的测定

### 硫氰酸盐分光光度法

#### 1 范围

本部分规定了锂中氯含量的测定方法。

本部分适用于锂中氯含量的测定。测定范围(质量分数):0.001 0%~0.005%。

#### 2 方法提要

试料用水溶解,在硝酸介质中,溶液中的氯离子定量取代硫氰酸汞中的硫氰酸根,而游离的硫氰酸根与三价铁离子作用生成稳定的橙红色络合物,从而间接测定锂中的氯含量。

#### 3 试剂

除非另有说明,本部分均使用符合国家标准或行业标准的分析纯试剂,所用水为去氯离子水。

3.1 去氯离子水:在 10 L 去离子水中,加入 20 g 氢氧化钠,用硬质玻璃瓶蒸馏出的蒸馏水。

3.2 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL),优级纯。

3.3 硝酸(1+1),优级纯。

3.4 硫氰酸汞溶液(5.0 g/L),用甲醇配制,贮于棕色瓶中,避光保存。

3.5 硝酸铁和硝酸混合液:称取 40.5 g 硝酸铁 $[\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ 加水溶解,然后加 70.0 mL 硝酸(3.2),移入 250 mL 容量瓶,用水(3.1)稀释至刻度,摇匀。

3.6 氯离子标准贮存溶液:称取 0.164 9 g 预先在 450℃灼烧至无爆鸣声,并冷却至室温的氯化钠(基准试剂)溶于水(3.1)中,移入 1 000 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  氯离子。

3.7 氯离子标准溶液:移取 10.00 mL 氯离子标准贮存溶液(3.6)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 10  $\mu\text{g}$  氯离子。

3.8 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 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(4.2)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

于天平上用减量法称取 1.5 g~2.0 g 试样(5),精确至 0.000 1 g。