



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23835.10—2009

---

## 无水高氯酸锂 第 10 部分：铁含量的测定

Lithium perchlorate anhydrous—  
Part 10: Determination of iron content

2009-05-18 发布

2010-02-01 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 23835《无水高氯酸锂》分为 13 个部分：

- 第 1 部分：无水高氯酸锂技术要求；
- 第 2 部分：高氯酸锂含量的测定；
- 第 3 部分：水分的测定；
- 第 4 部分：水不溶物含量的测定；
- 第 5 部分：氯化物含量的测定；
- 第 6 部分：氯酸盐含量的测定；
- 第 7 部分：硫酸盐含量的测定；
- 第 8 部分：钾和钠含量的测定；
- 第 9 部分：钙含量的测定；
- 第 10 部分：铁含量的测定；
- 第 11 部分：铅含量的测定；
- 第 12 部分：总氮含量的测定；
- 第 13 部分：澄清度的测定。

本部分为 GB/T 23835 的第 10 部分。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本部分主要起草单位：新疆有色金属研究所、中海油天津化工研究设计院。

本部分主要起草人：关玉珍、王宏川、支红军、陆思伟。

本部分为首次发布。

## 无水高氯酸锂

### 第 10 部分:铁含量的测定

#### 1 范围

本部分规定了无水高氯酸锂中铁含量测定方法的方法提要、安全提示、一般规定、试剂、仪器、设备、分析步骤和结果计算。

本部分适用于无水高氯酸锂中铁含量的测定,最低检测浓度为 0.08 mg/L。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 23835 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

#### 3 方法提要

试样溶解后,在酸性介质中,试样中的铁离子与加入的硫氰酸盐显色,用磷酸三丁酯萃取,所呈颜色进行比色测定。

#### 4 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性和腐蚀性,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

#### 5 一般规定

本部分所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。试验中所用杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

#### 6 试剂

6.1 盐酸;

6.2 磷酸三丁酯;

6.3 硫氰酸铵:200 g/L;

6.4 铁标准溶液 I:1 mL 溶液含铁(Fe)0.10 mg;

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.5 铁标准溶液 II:1 mL 溶液含铁(Fe)0.002 mg;

用移液管移取 2.00 mL 铁标准溶液 I,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现

用现配。

7 仪器、设备

分光光度计;带有厚度为 3 cm 吸收池。

8 分析步骤

8.1 试验溶液的制备

称取约 5.0 g 试样,精确至 0.000 1 g。置于 150 mL 烧杯中,加水溶解。移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

8.2 工作曲线的绘制

用移液管移取 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL 铁标准溶液Ⅱ,分别置于一系列 125 mL 分液漏斗中,加水至约 10 mL。加 1 mL 盐酸,摇匀。加 2 mL 硫氰酸铵溶液,摇匀。加入 10 mL 磷酸三丁酯,萃取 1 min,静置分层。在分光光度计上,以试剂空白作参比,用 3 cm 吸收池,于 500 nm 处测量有机相的吸光度。以铁的质量为横坐标,以吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

8.3 测定

用移液管移取 10.00 mL 试验溶液,置于 125 mL 分液漏斗中,加盐酸 1 mL,摇匀。再加 2 mL 硫氰酸铵溶液,摇匀。加 10 mL 磷酸三丁酯,萃取 1 min,放置分层。在分光光度计上,以试剂空白作参比,用 3 cm 比色皿,于 500 nm 处测量有机相的吸光度,从标准曲线上查出相应铁的质量。

9 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数  $w_1$  计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 10/50} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——测定时所取试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果绝对差值不大于 0.000 1%。