

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

铊 中 锌 量 的 测 定
(双硫脲苯萃取吸光光度法)

GB 2592 . 4—81

总则及一般规定按GB1467—78执行。

1. 方法提要

在pH4.8~5.1乙酸—乙酸钠介质中, 锌与双硫脲生成的络合物可被苯定量萃取, 过剩的双硫脲可用稀硫化钠溶液洗涤除去, 红色的有机相, 于波长540 nm处测其吸光度。

在萃取溶液中分别含20微克铊、铅、铝、钢对测定无影响。以碘化钾、硫脲、硫代硫酸钠掩蔽, 可消除20微克镉、铜、铁、银、汞, 10微克铋、镍, 6微克钴的影响。主体铊在7 N盐酸介质中, 经异丙醚萃取分离后对测定无影响。

测定范围: 0.0005~0.015%。

2. 试剂

硫酸(比重1.84): 高纯。

盐酸(比重1.19)、(1+1): 高纯。

硝酸(1+1): 高纯。

氢氧化铵(1+1): 高纯。

过氧化氢(30%): 优级纯。

异丙醚。

苯。

硫脲饱和溶液。

硫酸—硝酸混合酸(1+1)。

碘化钾溶液(20%): 贮于塑料瓶中。

硫代硫酸钠溶液(20%): 称取20克硫代硫酸钠, 溶解于水中, 用水稀释至100毫升, 移入分液漏斗中, 用0.005%双硫脲四氯化碳溶液萃取, 直至萃取后有机相呈绿色为止。用三氯甲烷振荡洗涤水相至有机相不呈明显的绿色, 再用10毫升四氯化碳振荡洗涤1次, 过滤于塑料瓶中。

乙酸—乙酸钠缓冲溶液(pH4.8~5.1): 称取20克无水乙酸钠, 溶解于100毫升水中, 加7毫升冰乙酸, 加水稀释至200毫升, 按硫代硫酸钠提纯方法提纯。

硫化钠溶液(0.04%): 称取1克硫化钠, 用水溶解并稀释至100毫升, 移取此溶液4毫升, 加96毫升水, 摇匀。用时现配。

溴酚蓝指示剂(0.1%乙醇溶液)。

苯肼硫羰偶氮苯(双硫脲)苯溶液(0.005%): 称取0.25克经提纯的双硫脲, 用100毫升苯溶解后, 置于棕色试剂瓶中, 摇匀。

移取上述溶液2毫升, 置于棕色试剂瓶中, 加98毫升苯, 摇匀。用时现配。

双硫脲提纯:

称取1克双硫脲, 溶解于100毫升三氯甲烷中。溶液过滤于分液漏斗中。用100~200毫升稀氢氧化铵(1+99)振荡1~2分钟, 静置分层后, 水相移入烧杯中。重复上述操作2~4次。水相合并。

国 家 标 准 总 局 发 布
中 华 人 民 共 和 国 冶 金 工 业 部 提 出

1982年3月1日 实施
水口山矿务局 起草

用脱脂棉过滤后,用盐酸酸化,析出之双硫脲用砂心坩埚抽滤,用水洗涤 3~4 次。双硫脲在 40℃ 烘干后,在干燥器中避光保存。

锌标准溶液:

(甲) 称取 0.1000 克金属锌 (99.95%), 置于 300 毫升烧杯中, 加 10 毫升盐酸 (1+1), 加热溶解后, 加 15~20 毫升水, 煮沸, 冷却。移入 1000 毫升容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液 1 毫升含 100 微克锌。

(乙) 移取 10.00 毫升溶液 (甲), 置于 500 毫升容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液 1 毫升含 2 微克锌。

3. 分析步骤

称取试样^① (随同试样做试剂空白), 置于 150 毫升烧杯中, 加 2 毫升硝酸, 加热溶解后并蒸发至近干, 加 8 毫升过氧化氢, 放置片刻, 分次加入 15 毫升盐酸 (比重 1.19), 待剧烈反应停止后, 摇动, 使盐类完全溶解 (如仍有不溶物, 可加热使完全溶解), 冷却。移入 125 毫升分液漏斗中, 用 4 毫升水洗涤烧杯, 合并于分液漏斗中, 加 20 毫升异丙醚, 振荡一分钟, 静置分层后, 水相移入另一分液漏斗中, 弃去有机相。按上述手续再萃取分离 2 次, 水相移入 100 毫升烧杯中, 加 10 滴硫酸, 摇匀, 加热蒸发至冒白烟 (如有游离碳出现, 则滴加硫酸—硝酸混合酸除碳), 再蒸发至干, 冷却。加 4~5 滴盐酸 (1+1), 用 10 毫升水吹洗杯壁, 加热, 冷却。移入 125 毫升分液漏斗中, 用少量水吹洗烧杯, 合并于分液漏斗中, 并控制在 20 毫升左右。加 1 滴溴酚蓝指示剂, 用氢氧化铵或盐酸 (1+1) 中和至指示剂刚变紫红色, 加 4 毫升碘化钾溶液, 摇匀, 加 4 毫升硫代硫酸钠溶液、4 毫升硫脲饱和溶液, 摇匀, 加 5 毫升乙酸—乙酸钠缓冲溶液, 摇匀。加 15.00 毫升双硫脲苯溶液, 振荡 1 分钟, 静置分层后^②, 弃去水相。有机相每次用 15 毫升硫化钠溶液洗涤至水相无色, 红色有机相移入 0.5 厘米液槽中, 以苯为参比, 在分光光度计上, 于波长 540nm 处, 测其吸光度。减去试剂空白的吸光度, 从工作曲线上查出相应的锌量。

工作曲线的绘制:

移取 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00、7.00 毫升锌标准溶液 (乙), 分别置于 125 毫升分液漏斗中, 用水稀释至 20 毫升, 加 1 滴溴酚蓝指示剂, 以下按分析步骤操作, 测其吸光度。减去不加锌标准溶液的吸光度, 绘制工作曲线。

锌的百分含量按下式计算:

$$\text{Zn}(\%) = \frac{W_1 \times 10^{-6}}{W \times \frac{V_1}{V}} \times 100$$

式中: W_1 ——自工作曲线上查得的锌量 (微克);

W ——称样量 (克);

V_1 ——分取试液体积 (毫升);

V ——试液总体积 (毫升)。

4. 允许差

含 锌 量 (%)	允 许 差 (%)
0.0005~0.0010	0.0003
0.0010~0.0030	0.0005
0.0030~0.0050	0.0007
0.0050~0.0100	0.0015
0.0100~0.0150	0.0020

注：① 称样按下表：

含 锌 量 (%)	称 样 量 (克)	试液总体积 (毫升)	分取试液体积 (毫升)
0.0005~0.0014	1.0000	—	—
>0.0014~0.015	1.0000	100.00	20.00~5.00

需要分取的样品，按分析步骤硝酸分解以后，进容量瓶。分取的试液，蒸发至近干，加入 8 毫升过氧化氢，以下按分析步骤操作。

② 如果有有机相呈红色，则应减量重作。