

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

GB 2592.5—81

铊 中 镉 量 的 测 定
(双硫脲苯萃取吸光光度法)

总则及一般规定按GB 1467—78执行。

1. 方法提要

在2 N氢氧化钠介质中, 镉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氢氧化铵洗涤除去, 红色的有机相, 于波长520nm处测其吸光度。

在萃取液中分别含40微克铅、铋、锌、铝、铁、镉对测定无影响。银、汞、铜、铊对测定有影响, 但在抗坏血酸、柠檬酸铵的存在下, 可消除30微克银、40微克汞的干扰。在pH 1~2的酸性介质中, 用双硫脲四氯化碳萃取分离铜, 可消除30微克铜的影响。铊在7 N盐酸介质中, 用异丙醚萃取分离后对测定无影响。

测定范围: 0.0005~0.035%。

2. 试剂

硫酸 (比重1.84)。

盐酸 (比重1.19)、(1+1)。

硝酸 (1+1)。

氢氧化铵 (1+1)、(1+99)。

硫酸—硝酸混合酸 (1+1)。

抗坏血酸。

异丙醚。

苯。

过氧化氢 (30%): 优级纯。

氢氧化钠溶液 (20%): 贮于塑料瓶中。

柠檬酸铵溶液 (50%): 称取50克柠檬酸铵, 用水溶解后并稀释至100毫升, 置于500毫升分液漏斗中, 用氢氧化铵 (1+1) 调酸度至pH 7~8, 用0.005%双硫脲四氯化碳溶液萃取, 直至有机相呈浅绿色, 再以四氯化碳振荡洗涤至有机相不呈绿色为止。水相置于试剂瓶中。

苯肼硫脲偶氮苯 (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。

双硫脲四氯化碳溶液 (0.005%): 称取0.25克经提纯的双硫脲, 用100毫升四氯化碳溶解, 置于棕色试剂瓶中。

移取上述溶液2毫升, 置于棕色试剂瓶中, 加98毫升四氯化碳, 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。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。

镉标准溶液:

(甲) 称取0.5000克金属镉(99.95%), 置于300毫升烧杯中, 加5毫升硝酸(1+1), 加热溶解并蒸发至小体积, 加50毫升水溶解盐类, 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500微克镉。

(乙) 移取5.00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5微克镉。

3. 分析步骤

称取试样[±](随同试样做试剂空白), 置于150毫升烧杯中, 加2毫升硝酸, 低温溶解并蒸发至近干, 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1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, 滴加硫酸-硝酸混合酸除碳), 再蒸发至近干。加10毫升水, 煮沸, 冷却, 移入125毫升分液漏斗中, 用水稀释至25毫升。用氢氧化铵(1+1)或盐酸(1+1)中和至pH 1~2(用精密pH试纸检查)。加10毫升双硫脲四氯化碳溶液, 振荡2分钟, 静置分层后, 弃去有机相, 重复上述操作至有机相呈浅绿色为止, 弃去有机相。

向水相加0.1克抗坏血酸、2毫升柠檬酸铵溶液, 加18毫升氢氧化钠溶液, 摇匀。加15.00毫升双硫脲苯溶液, 振荡1分钟, 静置分层后, 弃去水相, 有机相用20毫升氢氧化铵(1+99), 振荡半分钟, 弃去水相, 再重复洗涤至水相不呈黄色为止。有机相移入1厘米液槽中, 以苯为参比, 在分光光度计上, 于波长520nm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镉量。

工作曲线的绘制:

移取0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00毫升镉标准溶液(乙), 分别置于125毫升分液漏斗中, 用水稀释至25毫升, 加0.1克抗坏血酸、2毫升柠檬酸铵溶液, 以下按分析步骤操作, 测其吸光度。减去不加镉标准溶液的吸光度, 绘制工作曲线。

镉的百分含量按下式计算:

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

式中: W_1 ——自工作曲线上查得的镉量(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 镉 量 (%)	允 许 差 (%)
0.0005~0.0010	0.0003
>0.0010~0.0030	0.0004
>0.0030~0.0050	0.0006
>0.0050~0.0100	0.0015
>0.0100~0.0250	0.0025
>0.0250~0.0350	0.0045

注：称样按下表：

含 镉 量 (%)	称 样 量 (克)	试液总体积 (毫升)	分取试液体积 (毫升)
0.0005~0.0015	1.0000	—	—
>0.0015~0.003	0.5000	—	—
>0.003~0.035	1.0000	100.00	20.00~5.00

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