

中华人民共和国
国家标准

GB 2592.6—81

铊中铅量的测定
(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pH 8~10的氨性介质中,铅与双硫脲生成的络合物可被苯定量萃取,过剩的双硫脲用稀氰化钾洗液洗涤除去。红色的有机相,于波长520nm处测其吸光度。

在氰化钾、柠檬酸铵、盐酸羟胺的存在下,120微克汞,100微克铁,50微克镉、锌、铋、铜、铝、银、锡对测定无影响。主体铊在7N盐酸介质中,用异丙醚萃取分离,15微克以下的铊、铋用水和氰化钾洗涤除去。

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)。

硫酸—硝酸混合酸(1+1)。

异丙醚。

苯。

过氧化氢(30%):优级纯。

盐酸羟胺溶液(20%):称取20克盐酸羟胺,用60毫升水溶解后,置于500毫升分液漏斗中,用氢氧化铵(1+1)调酸度至pH 7~8,分次用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。水相稀释至100毫升并置于试剂瓶中。

柠檬酸铵溶液(50%):按盐酸羟胺溶液提纯方法提纯。

氰化钾溶液(10%)、(0.5%)。

酚酞指示剂(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,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。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。

铅标准溶液:

(甲)称取0.5000克金属铅(99.95%),置于300毫升烧杯中,加10毫升硝酸(1+2),加热溶

解后,加50毫升水,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微克铅。

(乙)移取5.00毫升标准溶液(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微克铅。

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,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,萃取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3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),再蒸发至干,加2毫升盐酸(1+1)溶解,用水洗杯壁,冷却,移入125毫升分液漏斗中。加水至30毫升,加2毫升盐酸羟胺、2毫升柠檬酸铵、1滴酚酞指示剂,用氢氧化铵中和至指示剂刚变红色,加2毫升10%氰化钾溶液^②,摇匀,用水稀释至60毫升。加15.00毫升双硫脲苯溶液,萃取1分钟,静置分层后^③,弃去水相,有机相每次用20毫升水洗1~3次,再每次用10~15毫升0.5%氰化钾洗液洗涤至水相不呈黄色,红色有机相移入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铅量。

工作曲线的绘制:

移取0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00毫升铅标准溶液(乙),分别置于125毫升分液漏斗中,用水稀释至30毫升,加2毫升盐酸羟胺溶液,以下按分析步骤操作,测其吸光度。减去不加铅标准溶液的吸光度,绘制工作曲线。

铅的百分含量按下式计算:

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

式中: W_1 ——自工作曲线上查得的铅量(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 铅 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
>0.0100~0.0250	0.0030
>0.0250~0.0350	0.0050

注：① 称样按下表：

含 铅 量 (%)	称 样 量 (克)	试液总体积 (毫升)	分取试液体积 (毫升)
0.0005~0.002	1.0000	—	—
>0.002~0.0035	0.5000	—	—
>0.0035~0.035	1.0000	100.00	20.00~5.00

需要分取的样品，按分析步骤硝酸分解以后，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。

- ② 氰化钾废液加入三氯化铁处理后埋在土里。
- ③ 如果有机相呈红色，则应减量重作。