

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

铊 中 铝 量 的 测 定
(铬 天 菁 S 吸 光 光 度 法)

GB 2592.7—81

总则及一般规定按 GB 1467—78 执行。

1. 方法提要

在 pH 5 ~ 6 的六次甲基四胺介质中, 铝与铬天菁 S 生成紫红色溶解于水的络合物, 于波长 560 nm 处测其吸光度。

试液中含有 20 微克锌、镉、银、汞、铋、铊对测定无影响。在亚硫酸钠、硫脲的掩蔽下, 30 微克铜、铁、铅、镉, 50 微克碲、镉、铟、铊, 40 微克汞、铋, 25 毫克铊的存在对测定无影响。铊在 10% 盐酸介质中, 经氯化亚铊沉淀分离后对测定无影响。

测定范围: 0.0005 ~ 0.0030%。

2. 试剂

盐酸 (比重 1.19)、(1 + 1)、(0.5 N)。

硝酸 (1 + 1)。

氢氧化铵 (1 + 1)。

硫脲饱和溶液。

亚硫酸钠溶液 (2%) : 用时现配。

六次甲基四胺溶液 (20%)。

溴甲酚绿指示剂 (0.05%) : 称取 0.05 克溴甲酚绿, 用 50 毫升无水乙醇溶解, 加水稀释至 100 毫升, 摇匀。

铬天菁 S 溶液 (0.05%) : 称取 0.1 克铬天菁 S, 用 50 毫升无水乙醇溶解后, 加水稀释至 200 毫升, 摇匀。

铝标准溶液:

(甲) 称取 0.5000 克金属铝 (99.95%), 置于 250 毫升烧杯中, 加 20 毫升盐酸 (1 + 1), 加热溶解后, 加少量水, 加热煮沸, 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 500 微克铝。

(乙) 移取 5.00 毫升溶液 (甲), 置于 500 毫升容量瓶中, 加 2 毫升盐酸 (1 + 1), 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液 1 毫升含 5 微克铝。

3. 分析步骤

称取 1.0000 克试样 (随同试样做试剂空白), 置于 100 毫升烧杯中, 加 2 毫升硝酸, 在低温处溶解后, 用 8 毫升水吹洗表面皿及杯壁, 滴加 1 毫升盐酸 (比重 1.19), 使氯化亚铊沉淀完全, 冷却, 用脱脂棉过滤于 100 毫升烧杯中^①, 用 0.5 N 盐酸洗涤烧杯、漏斗各 3 次。滤液加热蒸发至干, 加入 5 滴盐酸 (1 + 1)^②, 加少量水, 加热使盐类溶解, 冷却。移入 50 毫升比色管中, 用水稀释至 20 毫升, 加 2 毫升亚硫酸钠溶液, 摇匀, 放置 2 分钟。加 1 滴溴甲酚绿指示剂, 用氢氧化铵中和至指示剂刚变蓝色, 再用 0.5 N 盐酸调至刚变黄色并过量 3.0 毫升, 摇匀。加 2 毫升硫脲饱和溶液, 摇匀。加 2.50 毫升铬天菁 S 溶液, 摇匀。加 5 毫升六次甲基四胺溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。放置 5 ~ 10 分钟后, 移

入 1 厘米液槽中, 以水为参比, 在分光光度计上, 于波长 560nm 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铝量。

工作曲线的绘制:

移取 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 毫升铝标准溶液 (乙), 分别置于一组 50 毫升比色管中, 加 5 滴盐酸 (1 + 1), 加水至 20 毫升, 以下按分析步骤操作, 测其吸光度。减去不加铝标准溶液的吸光度, 绘制工作曲线。

铝的百分含量按下式计算:

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

式中: W_1 ——自工作曲线上查得的铝量 (微克);

W ——称样量 (克)。

4. 允许差

含 铝 量 (%)	允 许 差 (%)
0.0005 ~ 0.0010	0.0002
> 0.0010 ~ 0.0020	0.0003
> 0.0020 ~ 0.0030	0.0004

注: ① 因为滤纸含铝量比较高, 过滤时铝会被溶解而进入测定液中, 造成空白过高和不稳定, 故不能使用滤纸。

② 大量铵盐的存在会使吸光度降低, 实验证明, 加 5 滴盐酸 (1 + 1) 溶解残渣后, 以氢氧化铵小心中和至指示剂刚变蓝色时, 其吸光度是稳定的。