

中华人民共和国
国家标准

GB 2592.8—81

铊中铟量的测定
(结晶紫苯萃取吸光光度法)

总则及一般规定按 GB 1467—78 执行。

1. 方法提要

在 1.8~1.9 N 硫酸和 0.42~0.46 N 碘化钾介质中, 以苯萃取 InI_4^- 与结晶紫生成的络合物, 于波长 615 nm 处测其吸光度。

在萃取溶液中分别含小于 40 微克铊、铝, 30 微克砷, 25 微克铁, 20 微克铅, 10 微克镉, 5 微克铜、银、锡, 3 微克汞, 1 微克铊不干扰测定。

主体铊预先在 7 N 盐酸介质中用异丙醚萃取分离, 然后在 5 N 溴氢酸介质中, 用乙酸丁酯萃取铟与其它杂质分离。2 克铊, 50 微克铝、铜、铁、镉、锌、铅、汞、银、锡、铋、锑、金、砷的存在, 经分离后对测定无影响。

测定范围: 0.0002~0.001%。

2. 试剂

碘化钾。

盐酸 (比重 1.19)、(1 + 1)。

硫酸 (比重 1.84)、(6 N)。

溴氢酸 (比重 1.49)、(5 N)。

硝酸 (1 + 1)。

硫酸—硝酸混合酸 (1 + 1)。

过氧化氢 (30%)。

碘化钾溶液 (2 N)。

硫代硫酸钠溶液 (20%)、(5%)：用时现配。

异丙醚。

苯。

乙酸丁酯。

结晶紫溶液 (0.1%)。

铟标准溶液：

(甲) 称取 0.1000 克金属铟 (99.95%)，置于 200 毫升烧杯中，加 10 毫升盐酸 (1 + 1)，低温加热溶解，加 5 毫升硫酸 (1 + 1)，加热蒸发至冒白烟，冷却。加水溶解，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 微克铟。

(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 微克铟。

3. 分析步骤

称取 1.0000 克试样 (随同试样做试剂空白)，置于 150 毫升烧杯中，加 2 毫升硝酸，在低温处溶解并蒸发至近干。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2次。水相移入100毫升烧杯中,加10滴硫酸(比重1.84),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5毫升溴氢酸(比重1.49),蒸发至干。稍冷,加10毫升5 N溴氢酸,溶解盐类,冷却。加入0.5~0.7克碘化钾,摇动,待完全溶解后,滴加20%硫代硫酸钠溶液,使溶液颜色退去并过量1滴,摇匀。移入125毫升分液漏斗中,用10毫升5 N溴氢酸分次洗涤烧杯合并于分液漏斗中。加20毫升乙酸丁酯萃取1分钟,分层后弃去水相。有机相用5 N溴氢酸洗涤3次(每次5毫升,加2滴5%硫代硫酸钠),洗液弃去。有机相用盐酸(1+1)反萃取2次(每次10毫升,加2滴过氧化氢),反萃取液合并于100毫升烧杯中,加热蒸发至干,用硫酸—硝酸混合酸除碳,继续蒸发至白烟冒尽,冷却。加9.5毫升6 N硫酸,加热溶解,冷却。移入125毫升分液漏斗中,用12毫升水分次洗涤烧杯合并于分液漏斗中,摇匀。加6.5毫升2 N碘化钾溶液,摇匀。滴加5%硫代硫酸钠溶液,使黄色退去,并过量2滴,摇匀。加10.00毫升苯、2.0毫升结晶紫溶液,立即萃取1分钟^①。分层后弃去水相^②,有机相离心分离3~5分钟^③,移入0.5厘米液槽中,以苯为参比,在分光光度计上,于波长615nm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钢量。

工作曲线的绘制:

移取0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00毫升钢标准溶液(乙),分别置于125毫升分液漏斗中,加9.5毫升6 N硫酸、6.5毫升2 N碘化钾溶液,摇匀。滴加5%硫代硫酸钠溶液,使黄色退去,并过量2滴,摇匀。用水稀释至28毫升,摇匀。加10.00毫升苯、2.0毫升结晶紫,以下按分析步骤操作,测其吸光度。减去不加钢标准溶液的吸光度,绘制工作曲线。

钢的百分含量按下式计算:

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

式中: W_1 ——自工作曲线上查得的钢量(微克);

W ——称样量(克)。

4. 允许差

含 钢 量 (%)	允 许 差 (%)
0.0002~0.0004	0.0001
>0.0004~0.0006	0.0002
>0.0006~0.0010	0.0003

注: ① 加入结晶紫后应立即萃取,否则因结晶紫在酸性溶液中分解而使吸光度降低。

② 萃取分层后放置不宜超过半小时,否则颜色变浅。

③ 如没有离心机,可将有机相放置30~60分钟后比色。