



中华人民共和国

国家标准

GB 2592·5—81

# 铊中镉量的测定

## (双硫腙苯萃取吸光光度法)

总则及一般规定按 GB 1467—78 执行。

调整为: YS/T 569.5-2006

### 1. 方法提要

在 2 N 氢氧化钠介质中，镉与双硫腙生成的络合物可被苯定量萃取，过剩的双硫腙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、铟对测定无影响。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，用双硫腙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% 双硫腙四氯化碳溶液萃取，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。

苯肼硫簇偶氮苯（双硫腙）苯溶液 (0.005%)：称取 0.25 克经提纯的双硫腙，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。

双硫腙四氯化碳溶液 (0.005%)：称取 0.25 克经提纯的双硫腙，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。

双硫腙提纯：

称取 1 克双硫腙，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，析出之双硫腙用砂心坩埚抽滤，用水洗涤 3 ~ 4 次。双硫腙在 40℃ 烘

国家标准化管理委员会发布

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