



YS/T569.4-2006

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

GB 2592.4-81

铊 中 锌 量 的 测 定
(双 硫 踪 苯 萃 取 吸 光 光 度 法)

总则及一般规定按GB1467-78执行。

调整为: YS/T 569.4-2006

1. 方法提要

在pH4.8~5.1乙酸-乙酸钠介质中, 锌与双硫踪生成的络合物可被苯定量萃取, 过剩的双硫踪可用稀硫化钠溶液洗涤除去, 红色的有机相, 于波长540 nm处测其吸光度。

在萃取溶液中分别含20微克铊、铅、铝、镉对测定无影响。以碘化钾、硫脲、硫代硫酸钠掩蔽, 可消除20微克镉、铜、铁、银、汞, 10微克铋、镍, 6微克钴的影响。主体铊在7 N盐酸介质中, 经异丙醚萃取分离后对测定无影响。

测定范围: 0.0005~0.015%。

2. 试剂

硫酸(比重1.84): 高纯。

盐酸(比重1.19)、(1+1): 高纯。

硝酸(1+1): 高纯。

氢氧化铵(1+1): 高纯。

过氧化氢(30%): 优级纯。

异丙醚。

苯。

硫脲饱和溶液。

硫酸-硝酸混合酸(1+1)。

碘化钾溶液(20%): 贮于塑料瓶中。

硫代硫酸钠溶液(20%): 称取20克硫代硫酸钠, 溶解于水中, 用水稀释至100毫升, 移入分液漏斗中, 用0.005%双硫踪四氯化碳溶液萃取, 直至萃取后有机相呈绿色为止。用三氯甲烷振荡洗涤水相至有机相不呈明显的绿色, 再用10毫升四氯化碳振荡洗涤1次, 过滤于塑料瓶中。

乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH4.8~5.1): 称取20克无水乙酸钠, 溶解于100毫升水中, 加7毫升冰乙酸, 加水稀释至200毫升, 按硫代硫酸钠提纯方法提纯。

硫化钠溶液(0.04%): 称取1克硫化钠, 用水溶解并稀释至100毫升, 移取此溶液4毫升, 加96毫升水, 摇匀。用时现配。

溴酚蓝指示剂(0.1%乙醇溶液)。

苯肼硫脲偶氮苯(双硫踪)苯溶液(0.005%): 称取0.25克经提纯的双硫踪, 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。

双硫踪提纯:

称取1克双硫踪, 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。

国 家 标 准 总 局 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