



YS/T569.6-2006

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。

调整为: YS/T 569.6-2006

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、镉、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)。

苯肼硫脲偶氮苯(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