

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 244.7—2008

高纯铝化学分析方法 第 7 部分：二硫腈萃取光度法 测定镉含量

Chemical analysis methods of high purity aluminum—
Part 7: Determination of cadmium content
by extraction-dithizone photometric method

2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 244《高纯铝化学分析方法》共分为 9 个部分：

- 第 1 部分：邻二氮杂菲-硫氰酸盐光度法测定铁含量；
- 第 2 部分：钼蓝萃取光度法测定硅含量；
- 第 3 部分：二安替吡啉甲烷-硫氰酸盐光度法测定钛含量；
- 第 4 部分：丁基罗丹明 B 光度法测定镓含量；
- 第 5 部分：阳极溶出伏安法测定铜、锌和铅含量；
- 第 6 部分：催化锰-过硫酸反应体系法测定银含量；
- 第 7 部分：二硫脲萃取光度法测定镉含量；
- 第 8 部分：结晶紫萃取光度法测定铟含量；
- 第 9 部分：电感耦合等离子体质谱法测定杂质含量。

本部分为第 7 部分。

本部分是对 YS/T 275—2000《高纯铝》中附录 A 的修订，主要变动如下：

- 增加了“重复性”条款；
- 增加了“质量保证与控制”条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由抚顺铝业有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由抚顺铝业有限公司起草。

本部分主要起草人：计春雷、周艳娜、冯颖新。

高纯铝化学分析方法

第7部分：二硫脲萃取光度法

测定镉含量

1 范围

本部分规定了高纯铝中镉含量的测定方法。

本部分适用于高纯铝中镉含量的测定。测定范围：0.000 01%~0.000 25%。

2 方法提要

试样以盐酸、硝酸溶解。在有氰化钾-酒石酸存在下，以二硫脲-三氯甲烷萃取分离，然后再以二硫脲-四氯化碳萃取，于波长 518 nm 处进行光度测定。

3 试剂

配制试剂及分析用水均为去离子水再用石英蒸馏器蒸馏提纯。

3.1 无水乙醇，优级纯。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)，优级纯。

3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)，优级纯。

3.4 盐酸(1+1)，优级纯。

3.5 盐酸(1+3)，优级纯。

3.6 酒石酸钾钠溶液(50 g/L)。配制后应呈微碱性，过滤后用二硫脲-三氯甲烷溶液(0.1 g/L)萃取至有机相为绿色，保存于石英器皿中。

3.7 氢氧化钠溶液(400 g/L)，优级纯。

3.8 氰化钾溶液(100 g/L)。

3.9 二硫脲-三氯甲烷溶液(0.1 g/L)。

3.10 酒石酸溶液(20 g/L)，优级纯。

3.11 三氯甲烷。

3.12 盐酸羟胺溶液(250 g/L)，优级纯。

3.13 二硫脲-四氯化碳溶液(0.1 g/L)，用时用四氯化碳稀释至 0.02 g/L，保存暗处，2 天内使用。

3.14 镉标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 镉(99.99%)，置于烧杯中，盖上表面皿，加入 10 mL 的盐酸(3.4)，缓慢加热至完全溶解，煮沸数分钟，冷却至室温。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 镉。

3.15 镉标准溶液：移取 10.0 mL 镉标准贮存溶液(3.14)于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。再从此溶液中移取 10.0 mL 溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 μ g 镉。

4 仪器和设备

分光光度计。

5 试样

5.1 试样用盐酸(3.5)浸泡 3 h 以上，用去离子水洗净，再用无水乙醇(3.1)浸洗一次。