

中华人民共和国

国家标准

铊中汞量的测定  
(双硫脲四氯化碳萃取吸光光度法)

GB 2592.3—81

总则及一般规定按GB 1467—78执行。

1. 方法提要

在pH 4~5的乙酸钠介质中,汞与双硫脲生成络合物可被四氯化碳萃取,过剩的双硫脲用稀氢氧化钠溶液洗涤除去,橙黄色有机相,于波长490nm处测其吸光度。

在萃取溶液中分别含有20微克铝、铁、硅酸根,1克硝酸对汞的测定无影响。

在EDTA、亚硫酸钠掩蔽剂存在下,40微克铋、铅、铜、镉、铟、铝、铁、硅酸根,10微克金,50微克碲,1克铊对汞的测定无影响。

银的干扰,可用氯化钠—盐酸洗液洗涤除去。

测定范围:0.0005~0.025%。

2. 试剂

硝酸(1+1)。

氢氧化铵(1+1)。

四氯化碳。

乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(20%):称取20克EDTA,加17毫升氢氧化铵(比重0.90),用水溶解并稀释至100毫升。

亚硫酸钠溶液(20%):用时现配。

氯化钠—盐酸洗液:20%氯化钠溶液与0.03N盐酸等体积混合。

氢氧化钠洗液:1克EDTA溶解于100毫升0.1N氢氧化钠溶液中。

乙酸钠缓冲溶液(pH4.7~5):称取40克乙酸钠( $\text{NaAc} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ),加200毫升水溶解,加7毫升硝酸(比重1.42),用水稀释至400毫升。

溴酚蓝指示剂(0.1%乙醇溶液)。

苯胍硫脲偶氮苯(双硫脲)四氯化碳溶液(0.005%):称取0.25克经提纯的双硫脲,用100毫升四氯化碳溶解后,干过滤于棕色试剂瓶中,摇匀。

移取上述溶液2毫升,置于棕色试剂瓶中,加98毫升四氯化碳,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。

汞标准溶液:

(甲)称取0.5000克汞(99.95%),置于300毫升烧杯中,加10毫升硝酸(1+1),在低温处加热溶解后,加入约10毫升水,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500微克汞。

(乙) 移取5.00毫升溶液(甲),置于500毫升容量瓶中,加2毫升硝酸(1+1),用水稀释至刻度,摇匀。此溶液1毫升含5微克汞。

### 3. 分析步骤

称取试样①(随同试样做试剂空白),置于50毫升烧杯中,加2毫升硝酸,在低温处加热溶解②。用少量水溶解盐类,移入125毫升分液漏斗中,用水稀释至25~30毫升,加1毫升亚硫酸钠溶液,摇匀。加3毫升EDTA溶液、1滴溴酚蓝指示剂,用氢氧化铵或硝酸中和至指示剂由黄色刚变为蓝紫色,加5毫升乙酸钠缓冲溶液、10.00毫升双硫脲四氯化碳溶液,振荡2分钟,静置分层后,有机相移入另一分液漏斗中③。向有机相加入30毫升氯化钠—盐酸洗液,振荡1分钟,静置分层后,有机相移入另一分液漏斗中④。加20毫升氢氧化钠洗液,振荡洗涤,重复洗至水相无色为止。静置分层后,将有机相用脱脂棉或滤纸吸干水后,移入1厘米液槽中,以四氯化碳为参比,在分光光度计上,于波长490nm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汞量。

工作曲线的绘制:

移取0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00毫升汞标准溶液(乙),分别置于125毫升分液漏斗中,用水稀释至25~30毫升,加1毫升亚硫酸钠溶液,摇匀,加3毫升EDTA溶液,1滴溴酚蓝指示剂,用硝酸中和至黄色,再用氢氧化铵中和至刚变蓝紫色,以下按分析步骤操作,测其吸光度。减去不加汞标准溶液的吸光度,绘制工作曲线。

汞的百分含量按下式计算:

$$\text{Hg}(\%) = \frac{W_1 \times 10^{-6}}{W \times \frac{V_1}{V}} \times 100$$

式中:  $W_1$ ——自工作曲线上查得的汞量(微克);

$W$ ——称样量(克);

$V_1$ ——分取试液体积(毫升);

$V$ ——试液总体积(毫升)。

### 4. 允许差

含 汞 量 (%)	允 许 差 (%)
0.0005~0.0010	0.0002
>0.0010~0.0025	0.0004
>0.0025~0.0050	0.0006
>0.0050~0.0100	0.0010
>0.0100~0.0150	0.0015
>0.0150~0.0200	0.0025
>0.0200~0.0250	0.0035

注: ① 称样按下表:

含 汞 量 (%)	称 样 量 (克)	试液总体积 (毫升)	分取试液体积 (毫升)
0.0005~0.0025	1.0000	—	—
>0.0025~0.0050	0.5000	—	—
>0.0050~0.025	1.0000	100.00	25.00~10.00

需要分取的样品,按分析步骤分解以后,进容量瓶。分取的试液移入125毫

---

升分液漏斗中，以下按分析步骤操作。

- ② 溶解试样应在低温处进行，切勿把溶液蒸干，以免因汞部分挥发而使结果偏低。
  - ③ 如果有机相呈红色时，则要再加双硫脲四氯化碳溶液萃取，直至有机相呈浅绿色为止。
  - ④ 如果银含量超过30微克时，应酌情增加洗涤次数。
-