



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 569.3—2015
代替 YS/T 569.3—2006

铊化学分析方法 第 3 部分：汞量的测定 双硫腙四氯化碳萃取分光光度法

Methods for chemical analysis of thallium—
Part 3: Determination of mercury content—
Dithizone carbon tetrachloride extraction spectrophotometry

2015-04-30 发布

2015-10-01 实施

前 言

YS/T 569《铊化学分析方法》分为 10 个部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 铜试剂三氯甲烷萃取分光光度法；
- 第 2 部分：铁量的测定 邻菲罗啉分光光度法；
- 第 3 部分：汞量的测定 双硫脲四氯化碳萃取分光光度法；
- 第 4 部分：锌量的测定 双硫脲苯萃取分光光度法；
- 第 5 部分：镉量的测定 双硫脲苯萃取分光光度法；
- 第 6 部分：铅量的测定 双硫脲苯萃取分光光度法；
- 第 7 部分：铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- 第 8 部分：钢量的测定 结晶紫苯萃取分光光度法；
- 第 9 部分：硅量的测定 硅钼蓝异戊醇萃取分光光度法；
- 第 10 部分：铊量的测定 Na_2EDTA 滴定法。

本部分为 YS/T 569 的第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 YS/T 569.3—2006《铊中汞量的测定(双硫脲四氯化碳萃取吸光光度法)》(原 GB 2592.3—1981)。本部分与 YS/T 569.3—2006 相比,主要有如下变动：

- 对文本格式进行了修改；
- 增加了试验报告要求。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本部分起草单位：湖南水口山有色金属集团有限公司、株洲冶炼集团股份有限公司、湖南有色金属研究院、北京矿冶研究总院、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司。

本部分主要起草人：曾光明、夏兵伟、陈海燕、姜晴、唐秀云、李兵、邹智、袁玉霞、冯先进、乔小芳、尹昌慧。

本部分所代替标准历次版本分布情况：

- GB 2592.3—1981；
- YS/T 569.3—2006。

铊化学分析方法

第 3 部分:汞量的测定

双硫脲四氯化碳萃取分光光度法

1 范围

YS/T 569 的本部分规定了铊中汞量的测定方法。

本部分适用于铊中汞量的测定。测定范围:0.000 5%~0.025%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解,在 pH 值为 4~5 的乙酸钠溶液中,汞与双硫脲生成的橙黄色络合物可被四氯化碳萃取,过量的双硫脲用稀氢氧化钠溶液洗涤除去,于分光光度计波长 490 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 四氯化碳。

3.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.3 氨水($\rho=0.90$ g/mL)。

3.4 硝酸(1+1)。

3.5 氨水(1+1)。

3.6 亚硫酸钠溶液(200 g/L):用时现配。

3.7 EDTA 溶液(200 g/L):称取 20 g EDTA,加入 17 mL 氨水(3.3),用水溶解并稀释至 100 mL,摇匀。

3.8 溴酚蓝乙醇溶液(1 g/L)。

3.9 乙酸钠缓冲溶液(pH 值为 4.7~5):称取 40 g 乙酸钠,加入 200 mL 水溶解,加入 7 mL 硝酸(3.2)用水稀释至 400 mL,摇匀。

3.10 氯化钠-盐酸洗液:用 200 g/L 氯化钠溶液和 0.03 mol/L 的盐酸等体积混合。

3.11 EDTA-NaOH 洗液:将 1 g EDTA 溶解于 100 mL 氢氧化钠溶液(4 g/L)中。

3.12 双硫脲四氯化碳溶液(0.05 g/L):称取 0.25 g 经提纯的双硫脲,加入 100 mL 四氯化碳溶解,干过滤于棕色瓶中,摇匀。移取上述溶液 2 mL,置于棕色瓶中,加入 98 mL 四氯化碳,摇匀,用时现配。

双硫脲提纯:称取 1 g 双硫脲,溶解于 100 mL 三氯甲烷中,溶液过滤于分液漏斗中,用 100 mL~200 mL 稀氨水(1+99)振荡 1 min~2 min,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,用盐酸酸化至双硫脲析出完全,用砂芯坩埚抽滤,用水洗涤 3~4 次,双硫脲在 40 °C 烘干后,在干燥器中避光保存。

3.13 汞标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 汞($w_{\text{Hg}}\geq 99.95\%$)置于 300 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.4),低温加热溶解,加入 10 mL 水,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含汞 500 μg 。

3.14 汞标准溶液:移取 5.00 mL 汞标准贮存溶液(3.13)置于 500 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸(3.4),