

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 226.4—2009  
代替 YS/T 226.5—1994

---

### 硒化学分析方法 第 4 部分：汞量的测定 双硫腙-四氯化碳滴定比色法

Methods for chemical analysis of selenium—  
Part 4: Determination of mercury content—  
Dithizone-carbon tetrachloride titrated colorimetric-method

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

---

## 前 言

YS/T 226《硒化学分析方法》共分为 13 个部分：

- 第 1 部分：铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- 第 2 部分：铈量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- 第 3 部分：铝量的测定 铬天青 S-溴代十六烷基吡啶分光光度法
- 第 4 部分：汞量的测定 双硫脲-四氯化碳滴定比色法
- 第 5 部分：硅量的测定 硅钼蓝分光光度法
- 第 6 部分：硫量的测定 对称二苯氨基脲分光光度法
- 第 7 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 8 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 9 部分：铁量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 10 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 11 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 12 部分：硒量的测定 硫代硫酸钠容量法
- 第 13 部分：银、铝、砷、硼、汞、铋、铜、镉、铁、镓、铟、镁、镍、铅、硅、锑、锡、碲、钛、锌量的测定 电感耦合等离子体质谱法

本部分为 YS/T 226 的第 4 部分。

本部分代替 YS/T 226.5—1994《硒中汞量的测定 双硫脲-四氯化碳滴定比色法》。与 YS/T 226.5—1994 相比，本部分主要有如下变化：

- 对文本格式进行了修改；
- 补充了质量保证和控制条款；
- 增加了重复性限，将允许差改为再现性限。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：金川集团有限公司。

本部分起草单位：北京有色金属研究总院。

本部分参加起草单位：金川集团有限公司、广州有色金属研究院。

本部分主要起草人：刘英、刘红、高燕、董丽萍、朱玉强、戴凤英、孙红英。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 2114—1980；
- YS/T 226.5—1994。

# 硒化学分析方法

## 第 4 部分:汞量的测定

### 双硫脲-四氯化碳滴定比色法

#### 1 范围

YS/T 226 的本部分规定了硒中汞量的测定方法。

本部分适用于硒中汞量的测定。测定范围:0.000 5%~0.04%。

#### 2 方法提要

试料用硝酸溶解,于 pH 4~pH 5 弱酸性介质中汞与双硫脲-四氯化碳生成橙红色络合物,借此进行滴定比色测定。

有乙二胺四乙酸钠溶液存在下,硒中各杂质元素除银外均不干扰测定。银的干扰,加硫氰酸铵掩蔽。

#### 3 试剂

本标准所用水为去离子水,电导率不大于  $6.67 \times 10^{-2} \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

3.1 硝酸( $\rho 1.42 \text{ g/mL}$ )。

3.2 硝酸(1+1)。

3.3 乙二胺四乙酸二钠溶液(50 g/L)。

3.4 乙酸铵溶液(500 g/L)。

3.5 氨水(1+1)。

3.6 硫氰酸铵溶液(500 g/L)。

3.7 双硫脲:取 1 g 研细的双硫脲溶于 200 mL 四氯化碳中,加入 200 mL 氢氧化铵(1+100),在分液漏斗中充分振荡。静置分层后,将四氯化碳层注入另一分液漏斗中,再加氢氧化铵(1+100)(体积可适当减少),重复上述操作,直至最后一次氢氧化铵呈无色为止。将所有氢氧化铵溶液合并,用盐酸(1+1)滴加至双硫脲全部沉淀,溶液无色为止。沉淀下来的双硫脲用玻璃漏斗滤出,水洗 2~3 次,在 40 °C 左右烘干。

3.8 双硫脲-四氯化碳溶液(0.01 g/L)。

3.9 汞标准溶液

3.9.1 汞标准溶液 A:称取 0.135 4 g 氯化汞溶于水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  汞。

3.9.2 汞标准溶液 B:移取 50.00 mL 溶液 A,置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 10  $\mu\text{g}$  汞。

3.10 双硫脲-四氯化碳溶液的标定:移取 10.00 mL 汞标准溶液(3.9.2)(V),置于 60 mL 分液漏斗中,用水稀释至 20 mL,加 5 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(3.3),摇匀,用氨水(3.5)和乙酸铵(3.4)调节溶液 pH 4~pH 5,加 1 mL 硫氰酸铵溶液(3.6)、10 mL 乙酸铵溶液(3.4),摇匀,滴加双硫脲-四氯化碳溶液进行萃取,开始加 5 mL、3 mL、2 mL、1 mL,接近终点时滴加 0.50 mL、0.20 mL。每次振荡 1 min,静置分层后,弃去橙红色有机相,萃取至有机相呈暗绿色为止(如最后双硫脲-四氯化碳溶液过量而呈暗绿色时,可按生成混合色调的双硫脲-四氯化碳体积的 1/2、1/3 进行计算)。记下消耗双硫脲-四氯化碳溶液