

ICS 77.120.99  
H 17

# YS

## 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

YS/T 226.4—2009

### 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

中华人民共和国有色金属  
行业标准  
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  
YS/T 226.4—2009

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码：100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)  
电话：68523946 68517548  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字  
2010年4月第一版 2010年4月第一次印刷

\*  
书号：155066·2-20502 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话：(010)68533533



YS/T 226.4-2009

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

的毫升数(控制双硫脲-四氯化碳溶液对汞的滴定度约为每毫升含汞 4~5 μg 为宜。否则需将双硫脲-四氯化碳稀释或补加浓双硫脲-四氯化碳溶液后重新标定)(V<sub>1</sub>)。

双硫脲-四氯化碳对汞的滴定度按式(1)计算:

$$T = \frac{\rho \cdot V}{V_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

T——双硫脲-四氯化碳溶液对汞的滴定度,单位为微克每毫升(μg/mL);

ρ——汞标准溶液的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V——移取汞标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V<sub>1</sub>——滴定萃取所消耗双硫脲-四氯化碳溶液的体积,单位为毫升(mL)。

平行标定三次,三次标定体积之极差不大于 0.02 mL,否则重新标定。

### 4 分析步骤

#### 4.1 试料

称取 5.000 g 试样,精确至 0.000 1 g。

#### 4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

#### 4.3 测定

4.3.1 将试料(4.1)置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸(3.2),低温溶解,并蒸发至 2 mL~3 mL,冷却,移入 60 mL 分液漏斗中,用水稀释至 20 mL。

4.3.2 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-四氯化碳溶液的毫升数(V<sub>0</sub>)(控制双硫脲-四氯化碳溶液对汞的滴定度约为每毫升含汞 4~5 μg 为宜。否则需将双硫脲-四氯化碳稀释或补加浓双硫脲-四氯化碳溶液后重新标定)。

### 5 分析结果的计算

按式(2)计算汞的质量分数 ω<sub>Hg</sub>,以数值%表示:

$$\omega_{Hg} = \frac{V_0 \cdot T \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V<sub>0</sub>——滴定试液消耗双硫脲-四氯化碳溶液的体积,单位为毫升(mL);

T——双硫脲-四氯化碳溶液对汞的滴定度,单位为微克每毫升(μg/mL);

m——试料质量,单位为克(g)。

所得结果<0.001%,保留一位有效数字,其他保留两位有效数字。

### 6 精密度

#### 6.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 1 数据采用线性内插法求得:

## 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、钨、铀、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。