

中华人民共和国卫生行业标准

尿中汞的双硫腙萃取分光光度 测定方法

WS/T 24—1996

Urine—Determination of mercury—
Dithizone extraction spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了尿中汞的双硫腙萃取分光光度测定方法。最低检测浓度为 0.005 mg/L。
本标准适用于接触汞及其化合物工人的尿中汞浓度的测定。

2 原理

尿样经高锰酸钾-硫酸加热消化后,用盐酸羟胺还原过剩的高锰酸钾及二氧化锰,在 0.5 mol/L 硫酸溶液中,汞离子与双硫腙生成橙色络合物,三氯甲烷萃取后,比色定量。

3 仪器

- 3.1 分光光度计,10 mm 比色杯。
- 3.2 锥形瓶,250 mL。
- 3.3 刻度分液漏斗,250 mL。
- 3.4 电炉或电热板。
- 3.5 聚乙烯塑料瓶,200 mL。
- 3.6 尿比重计。
- 3.7 玻璃仪器和塑料器皿均用 1+1 硝酸浸泡过夜,冲洗干净,晾干后备用。

4 试剂

本标准所用试剂除另有说明者外,均为分析纯试剂。

- 4.1 实验用水:为重蒸馏水或具有同等纯度的去离子水。
- 4.2 硫酸, $\rho_{20}=1.84$ g/mL。
- 4.3 三氯甲烷,不应含有氧化物。
- 4.4 饱和高锰酸钾溶液。
- 4.5 盐酸羟胺溶液,200 g/L。
- 4.6 双硫腙洗除液:称取 10 g EDTA 和 10 g 氢氧化钠,加水溶解后稀释至 500 mL,并与 500 mL 氨水($\rho_{20}=0.9$ g/mL)混合。
- 4.7 双硫腙三氯甲烷溶液。
 - 4.7.1 双硫腙的提纯,称取 0.1 g 双硫腙溶于 50 mL 三氯甲烷中,置于 250 mL 分液漏斗中,用 1+99 氨水提取三次(每次约 30 mL),双硫腙进入氨水层。合并氨水溶液,用 6 mol/L 盐酸调至酸性,此时双硫腙析出,加入适量三氯甲烷使双硫腙溶于三氯甲烷层中,用等量的蒸馏水洗涤二次,将双硫腙三氯甲烷