

ICS 71.060.30  
G 11



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 534—2014  
代替 GB/T 534—2002

---

## 工业硫酸

Sulphuric acid for industrial use

2014-07-08 发布

2014-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 目 次

前言 .....	I
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 产品分类 .....	1
4 要求 .....	1
5 试验方法 .....	2
5.1 一般规定 .....	2
5.2 浓硫酸中硫酸质量分数的测定 .....	2
5.3 发烟硫酸中游离三氧化硫质量分数的测定 .....	3
5.4 灰分质量分数的测定 .....	4
5.5 铁质量分数的测定 .....	4
5.6 砷质量分数的测定 .....	7
5.7 铅质量分数的测定 .....	10
5.8 汞质量分数的测定 .....	11
5.9 透明度的测定 .....	15
5.10 色度的测定 .....	16
6 检验规则 .....	16
7 标志、运输和贮存 .....	17
8 安全 .....	17
附录 A (资料性附录) 双硫脲试剂的提纯 .....	18

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 534—2002《工业硫酸》，与 GB/T 534—2002 相比，主要技术变化如下：

- 增加了对游离三氧化硫的质量分数为 65.0% 的发烟硫酸的要求，修改了一等品和合格品浓硫酸中砷的要求，修改了色度指标的表示方法(见第 4 章，2002 年版的第 4 章)；
- 修改了测定灰分质量分数的允许差的要求(见 5.4，2002 年版的 5.2)；
- 修改了铁、砷、铅的试验方法(见 5.5.2、5.6.1、5.7，2002 年版的 5.3.2、5.4.1 和 5.5)；
- 修改了检验规则的部分内容(见第 6 章，2002 年版的第 6 章)；
- 修改了包装、标志、运输和贮存的部分内容(见第 7 章，2002 年版的第 7 章)；
- 删除了原标准的附录 A，将原标准的附录 B 改为附录 A(见附录 A，2002 年版的附录 A、附录 B)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会硫和硫酸分技术委员会(SAC/TC 63/SC 7)归口。

本标准起草单位：南化集团研究院、山东省产品质量监督检验研究院、云南云天化国际化工股份有限公司、浙江巨化股份有限公司硫酸厂、山东阳谷祥光铜业有限责任公司、吉林吉恩镍业股份有限公司、浙江吉华集团股份有限公司、江苏省产品质量监督检验研究院、瓮福(集团)有限责任公司瓮福磷肥厂、双狮(张家港)精细化工有限公司、南京云泰化工总厂、淄博建龙化工有限公司、中国有色金属工业协会。

本标准主要起草人：邱爱玲、冯俊婷、张应虎、邹惠玲、郑学根、范晓明、周松林、袁凤艳、顾林建、张晓强、杨毅、朱玉君、张化刚、李周、周怒海、胡长平、刘勤学、舒仕涛。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 534—1965、GB 534—1982、GB 534—1989、GB/T 534—2002；
- GB/T 11198.1~GB/T 11198.10—1989、GB/T 11198.14~GB/T 11198.15—1989。

# 工 业 硫 酸

警告：本标准中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，部分操作具有危险性。本标准并未揭示所有可能的安全问题，使用者应严格按照有关规定正确使用，并有责任采取适当的安全和健康措施。

## 1 范围

本标准规定了工业硫酸的分类、要求、试验方法、检验规则及标志、运输、贮存和安全。本标准适用于由硫铁矿、硫磺、冶炼烟气或其他含硫原料制取的工业硫酸。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB 190—2009 危险货物包装标志

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 610 化学试剂 砷测定通用方法

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

## 3 产品分类

工业硫酸分为浓硫酸和发烟硫酸两类。

## 4 要求

浓硫酸应符合表 1 的要求，发烟硫酸应符合表 2 的要求。

表 1 浓硫酸的技术要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
硫酸(H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) <i>w</i> /%	≥ 92.5 或 98.0	92.5 或 98.0	92.5 或 98.0
灰分 <i>w</i> /%	≤ 0.02	0.03	0.10
铁(Fe) <i>w</i> /%	≤ 0.005	0.010	—
砷(As) <i>w</i> /%	≤ 0.000 1	0.001	0.01
铅(Pb) <i>w</i> /%	≤ 0.005	0.02	—

表 1 (续)

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
汞(Hg) $\omega/\%$ $\leq$	0.001	0.01	—
透明度/mm $\geq$	80	50	—
色度	不深于标准色度	不深于标准色度	—
注：指标中的“—”表示该类别产品的技术要求中没有此项目。			

表 2 发烟硫酸的技术要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
游离三氧化硫(SO <sub>3</sub> ) $\omega/\%$ $\geq$	20.0 或 25.0	20.0 或 25.0	20.0 或 25.0 或 65.0
灰分 $\omega/\%$ $\leq$	0.02	0.03	0.10
铁(Fe) $\omega/\%$ $\leq$	0.005	0.010	0.030
砷(As) $\omega/\%$ $\leq$	0.000 1	0.000 1	—
铅(Pb) $\omega/\%$ $\leq$	0.005	—	—
注：指标中的“—”表示该类别产品的技术要求中没有此项目。			

## 5 试验方法

### 5.1 一般规定

本标准中所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682—2008 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

### 5.2 浓硫酸中硫酸质量分数的测定

#### 5.2.1 原理

以甲基红-亚甲基蓝为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液中和滴定,测得硫酸的质量分数。

#### 5.2.2 试剂

5.2.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.5 \text{ mol/L}$ 。

5.2.2.2 甲基红-亚甲基蓝混合指示剂。

#### 5.2.3 分析步骤

用已称量的带磨口盖的小称量瓶称取约 0.7 g 试样,精确到 0.000 1 g,将称量瓶和试料一起小心移入盛有 50 mL 水的 250 mL 锥形瓶中,冷却至室温。向试液中加入 2 滴~3 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示剂(5.2.2.2),用氢氧化钠标准滴定溶液(5.2.2.1)滴定至溶液呈灰绿色为终点。

## 5.2.4 结果计算

浓硫酸中硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )的质量分数  $w_1$  按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{VcM}{2\ 000m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$V$  ——滴定时耗用氢氧化钠标准滴定溶液(5.2.2.1)的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$  ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$M$  ——硫酸的摩尔质量的数值( $M=98.08$ ),单位为克每摩尔(g/mol);

$m$  ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值应不大于 0.20%。

## 5.3 发烟硫酸中游离三氧化硫质量分数的测定

### 5.3.1 原理

以甲基红-亚甲基蓝为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液中和滴定测得硫酸的质量分数,然后换算为游离三氧化硫的质量分数。

### 5.3.2 试剂

5.3.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.5\text{ mol/L}$ 。

5.3.2.2 甲基红-亚甲基蓝混合指示剂。

### 5.3.3 仪器

玻璃安瓿球:容积 2 mL~3 mL,球部直径约为 15 mm,毛细管长度约为 45 mm。

### 5.3.4 分析步骤

取一干燥安瓿球称量,精确到 0.000 1 g。在微火上小心将球部烤热,迅速将该球之毛细管插入试样中,吸取 0.4 g~0.7 g 试样,立即用火焰熔封毛细管的尖端,并用小火将毛细管外壁沾附的酸液烤干,冷却后称量,精确到 0.000 1 g。

将安瓿球置于盛有 100 mL 水的具磨口塞的 500 mL 锥形瓶中,塞紧瓶塞,强烈振荡使安瓿球破碎,继续振摇至雾状三氧化硫气体消失,打开瓶塞,用水冲洗瓶塞,再用玻璃棒轻轻压碎安瓿球的毛细管,用水冲洗瓶颈及玻璃棒,将溶液摇匀。

向试液中加入 2~3 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示剂(5.3.2.2),用氢氧化钠标准滴定溶液(5.3.2.1)滴定至溶液呈灰绿色为终点。

### 5.3.5 结果计算

发烟硫酸中游离三氧化硫( $\text{SO}_3$ )的质量分数  $w_2$  按式(2)计算:

$$w_2 = 4.444 \times \left( \frac{VcM}{2\ 000m} - 1 \right) \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$V$  ——滴定时耗用氢氧化钠标准滴定溶液(5.3.2.1)的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$  ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$M$  ——硫酸的摩尔质量的数值( $M=98.08$ ),单位为克每摩尔(g/mol);

$m$  ——试料的质量的数值,单位为克(g);

4.444——硫酸换算为游离三氧化硫的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值应不大于 0.60%。

## 5.4 灰分质量分数的测定

### 5.4.1 原理

试料蒸发至干,灼烧,冷却后称量。

### 5.4.2 仪器

5.4.2.1 石英皿(或铂皿):容量 60 mL~100 mL。

5.4.2.2 高温电炉:可控制温度 800 °C ± 50 °C。

### 5.4.3 分析步骤

称取 25 g~50 g 试样,置于已于 800 °C ± 50 °C 灼烧至恒量的石英皿(5.4.2.1)中,精确到 0.01 g,在沙浴或可调温电炉上小心加热蒸发至干,移入高温电炉(5.4.2.2)内,在 800 °C ± 50 °C 下灼烧 15 min。取出石英皿,稍冷后置于干燥器中,冷却至室温后称量,精确到 0.000 1 g。

### 5.4.4 结果计算

灰分的质量分数  $w_3$  按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$m_2$ ——石英皿和灰分的质量的数值,单位为克(g);

$m_1$ ——石英皿的质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的相对偏差应不大于 15%。

## 5.5 铁质量分数的测定

### 5.5.1 邻菲罗啉分光光度法(仲裁法)

#### 5.5.1.1 原理

试料蒸干后,残渣溶解于盐酸中,用盐酸羟胺还原溶液中的铁,在 pH 值为 2~9 的条件下,二价铁离子与邻菲罗啉反应生成橙色络合物,对此络合物作吸光度测定。

#### 5.5.1.2 试剂

5.5.1.2.1 硫酸溶液:1+1。

5.5.1.2.2 盐酸溶液:1+10。

5.5.1.2.3 盐酸羟胺溶液:10 g/L。

5.5.1.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH≈4.5。

5.5.1.2.5 邻菲罗啉盐酸溶液:1 g/L。

称取 0.1 g 邻菲罗啉溶于少量水中,加入 0.5 mL 盐酸溶液(5.5.1.2.2),溶解后用水稀释至 100 mL,避光保存。

5.5.1.2.6 铁(Fe)标准溶液:0.1 mg/mL。

5.5.1.2.7 铁(Fe)标准溶液:10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

量取 10.00 mL 铁标准溶液(5.5.1.2.6)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时现配。

## 5.5.1.3 仪器

分光光度计:具有 1 cm 比色皿。

## 5.5.1.4 分析步骤

## 5.5.1.4.1 工作曲线的绘制

取 5 只 50 mL 容量瓶,分别加入铁标准溶液(5.5.1.2.7)0 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL、10.00 mL。对每只容量瓶中的溶液做下述处理:加水至约 25 mL,加入 2.5 mL 盐酸羟胺溶液(5.5.1.2.3)和 5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(5.5.1.2.4),5 min 后加 5 mL 邻菲罗啉盐酸溶液(5.5.1.2.5),用水稀释至刻度,摇匀,放置 15 min~30 min,显色。

在 510 nm 波长处,用 1 cm 比色皿,以不加铁标准溶液的空白溶液作参比,用分光光度计测定上述溶液的吸光度。

以上述溶液中铁的质量(单位为微克)为横坐标,对应的吸光度值为纵坐标,绘制工作曲线或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

## 5.5.1.4.2 测定

称取 10 g~20 g 试样,精确到 0.01 g,置于 50 mL 烧杯中,在沙浴(或可调温电炉)上蒸发至干,冷却,加 2 mL 盐酸溶液(5.5.1.2.2)和 25 mL 水,加热使盐类溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管量取一定体积的试液置于 50 mL 容量瓶中,使其相应的铁质量在 10  $\mu\text{g}$ ~100  $\mu\text{g}$  之间,加水稀释至约 25 mL。然后按 5.5.1.4.1 中“加入 2.5 mL 盐酸羟胺溶液……显色”的步骤进行。

在 510 nm 波长处,用 1 cm 比色皿,以不加铁标准溶液的空白溶液作参比,用分光光度计测定试液的吸光度。

根据试液的吸光度值从工作曲线上查得相应的铁的质量或用线性回归方程计算出铁的质量。

## 5.5.1.5 结果计算

铁(Fe)的质量分数  $w_4$  按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的或用线性回归方程计算出的铁的质量的数值,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。铁的质量分数 $>0.005\%$ 时,平行测定结果的相对偏差应不大于 10%;铁的质量分数 $\leq 0.005\%$ 时,平行测定结果的相对偏差应不大于 20%。

## 5.5.2 原子吸收分光光度法

## 5.5.2.1 原理

将硫酸试料蒸干后,残渣溶解于稀硝酸中,用原子吸收分光光度计在波长 248.3 nm 处,以空气-乙炔火焰测定溶液的吸光度,用标准曲线法计算测定结果。

5.5.2.2 通则

本方法所用的水全部为符合 GB/T 6682—2008 规定的二级水。

5.5.2.3 试剂

5.5.2.3.1 硝酸溶液:1+2。

5.5.2.3.2 铁(Fe)标准溶液:1 mg/mL。

称取 8.635 g 硫酸铁铵,溶解于 600 mL 水中,加 65 mL 硝酸溶液(5.5.2.3.1),移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.3.3 铁(Fe)标准溶液:100 μg/mL。

量取 10.00 mL 铁标准溶液(5.5.2.3.2)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时现配。

5.5.2.4 仪器

5.5.2.4.1 滴瓶:容量约 30 mL。

5.5.2.4.2 原子吸收分光光度计(附有铁空心阴极灯)。

5.5.2.5 分析步骤

5.5.2.5.1 工作曲线的绘制

取 5 只 50 mL 容量瓶,分别加入铁标准溶液(5.5.2.3.3)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL,各加入 25 mL 硝酸溶液(5.5.2.3.1),用水稀释至刻度,摇匀。

在原子吸收分光光度计上,按仪器工作条件,用空气-乙炔火焰,以不加入铁标准溶液的空白溶液调零,于波长 248.3 nm 处测定溶液的吸光度。

以上述溶液中铁的质量(单位为微克)为横坐标,对应的吸光度值为纵坐标,绘制工作曲线,或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

5.5.2.5.2 测定

用装满试样的滴瓶,以差减法称取 4 g~10 g 试样,精确到 0.01 g,置于 50 mL 烧杯中,在沙浴(或可调温电炉)上缓慢蒸发至干,冷却,加 25 mL 硝酸溶液(5.5.2.3.1),加热溶解残渣,再蒸发至干,冷却,加 25 mL 硝酸溶液溶解残渣,移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

在原子吸收分光光度计上,按仪器工作条件,用空气-乙炔火焰,以不加入铁标准溶液的空白溶液调零,于波长 248.3 nm 处测定溶液的吸光度。根据试液的吸光度值从工作曲线上查出或根据线性回归方程计算出被测溶液中铁的质量。

5.5.2.6 结果计算

铁(Fe)的质量分数  $w_5$  按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的或用线性回归方程计算出的铁的质量的数值,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。铁的质量分数 $>0.005\%$ 时,平行测定结果的相对偏差

应不大于 10%；铁的质量分数 $\leq 0.005\%$ 时，平行测定结果的相对偏差应不大于 20%。

## 5.6 砷质量分数的测定

### 5.6.1 原子荧光光度法(仲裁法)

#### 5.6.1.1 原理

在硫脲-抗坏血酸存在下，试液中的五价砷预还原为三价砷。在酸性介质中，硼氢化钾将砷还原生成砷化氢，由氩气作载气将其导入原子化器中分解为原子态砷。以空心阴极灯作激发光源，基态砷原子被激发至高能态，在去活化回到基态时，发射出特征波长的荧光，其荧光强度在一定范围内与被测溶液中的砷浓度成正比，与标准系列比较可测出样品中含砷量。

#### 5.6.1.2 通则

本方法所用的水全部为电阻率值 $\geq 18 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 的超纯水，所使用的玻璃器皿均需用(1+1)硝酸溶液浸泡 12 h 以上或用(1+3)硝酸溶液浸泡 24 h 以上，使用前用自来水反复冲洗后，再用超纯水冲洗干净。

#### 5.6.1.3 试剂和材料

5.6.1.3.1 盐酸：优级纯。

5.6.1.3.2 盐酸溶液：5+95。使用优级纯盐酸配制。

5.6.1.3.3 硼氢化钾溶液：15 g/L。

称取 0.5 g 氢氧化钾置于 150 mL 烧杯中，加入约 50 mL 水使其完全溶解。向其中加入称好的 1.5 g 硼氢化钾 $[\omega(\text{KBH}_4) \geq 95\%]$ ，用水稀释至 100 mL，摇匀。此溶液应避光保存，现用现配。

5.6.1.3.4 硫脲-抗坏血酸溶液：50 g/L。

分别称取 5 g 硫脲和抗坏血酸，用水微热溶解并稀释至 100 mL。

5.6.1.3.5 砷(As)标准溶液：0.1 mg/mL。

5.6.1.3.6 砷(As)标准溶液：1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

量取 1.00 mL 砷标准溶液(5.6.1.3.5)置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用时现配。

5.6.1.3.7 砷(As)标准溶液：0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

量取 10.00 mL 砷标准溶液(5.6.1.3.6)置于 100 mL 容量瓶中，加入 20 mL 硫脲-抗坏血酸溶液(5.6.1.3.4)和 5 mL 盐酸(5.6.1.3.1)，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用时现配。

5.6.1.3.8 氩气：纯度达到 99.99%以上。

#### 5.6.1.4 仪器

原子荧光光度计(附有砷空心阴极灯)。

#### 5.6.1.5 分析步骤

##### 5.6.1.5.1 工作曲线的绘制

根据试样中含砷量的多少，选作下列两曲线之一：含砷量 0  $\mu\text{g}$ ~0.5  $\mu\text{g}$ ，或含砷量 0  $\mu\text{g}$ ~5  $\mu\text{g}$ 。

取 5 只 50 mL 容量瓶，按表 3 分别加入砷标准溶液(5.6.1.3.6 或 5.6.1.3.7)，再依次加入 2.5 mL 盐酸(5.6.1.3.1)、10 mL 硫脲-抗坏血酸溶液(5.6.1.3.4)，用水稀释至刻度，摇匀。

表 3 加入砷标准溶液的体积及相应的砷浓度

标准曲线的含砷量 μg	砷标准溶液的浓度 μg/mL	砷标准溶液的体积 mL	相应的砷浓度 μg/L
0~0.5	0.1	0.50	1
		1.00	2
		2.00	4
		4.00	8
		5.00	10
0~5	1	0.50	10
		1.00	20
		2.00	40
		4.00	80
		5.00	100

将原子荧光光度计调至最佳工作条件,用盐酸溶液(5.6.1.3.2)作载流液、硼氢化钾溶液(5.6.1.3.3)作还原剂,以载流溶液为空白溶液,测定溶液的荧光强度。

注:仪器的最佳工作条件因仪器型号或其他因素不同而有差异,因此未作具体规定。

以上述溶液中砷的浓度(单位为微克每升)为横坐标,对应的荧光强度值为纵坐标,绘制工作曲线或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

5.6.1.5.2 测定

若试样为浓硫酸,称取 2 g~5 g 试样,精确到 0.01 g,小心缓慢地移入盛有少量水的 50 mL 烧杯中,冷却后转移至 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硫脲-抗坏血酸溶液(5.6.1.3.4),用水稀释至刻度,摇匀,放置 30 min 以上。

若试样为发烟硫酸,称取 2 g~5 g 试样,精确到 0.01 g,置于 50 mL 烧杯中,在沙浴(或可调温电炉)上缓慢蒸发至干,冷却,加入 2.5 mL 盐酸(5.6.1.3.1)和 25 mL 水,加热溶解残渣,移入 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硫脲-抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 30 min 以上。

如果试样中的砷含量较高,可将试液用盐酸溶液(5.6.1.3.2)做适当稀释后进行测定。

在与标准溶液系列相同的测定条件下,用原子荧光光度计测定试液的荧光强度。

根据试液和空白试验溶液的荧光强度值从工作曲线上查出或用线性回归方程计算出砷的浓度。

5.6.1.6 结果计算

砷(As)的质量分数  $w_6$  按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{(\rho_1 - \rho_0)V \times 10^{-9}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

- $\rho_1$ ——试液中砷的浓度的数值,单位为微克每升(μg/L);
- $\rho_0$ ——空白试验溶液中砷的浓度的数值,单位为微克每升(μg/L);
- $V$ ——被测溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- $m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。砷的质量分数 > 0.000 05% 时,平行测定结果的相对

偏差应不大于 20%；砷的质量分数 $\leq 0.000\ 05\%$ 时，平行测定结果的相对偏差应不大于 30%。

## 5.6.2 砷斑法

### 5.6.2.1 原理

在硫酸介质中，金属锌将砷还原为砷化氢，砷化氢与溴化汞反应生成棕色砷斑，与标准色斑比较。

### 5.6.2.2 试剂和材料

5.6.2.2.1 硫酸溶液：2+3。

5.6.2.2.2 碘化钾溶液：150 g/L。

5.6.2.2.3 氯化亚锡盐酸溶液：400 g/L。

溶解 40 g 氯化亚锡于 100 mL(3+1)盐酸溶液中。

5.6.2.2.4 无砷金属锌：粒径 0.5 mm~1 mm 或 5 mm。粒径 5 mm 者使用前需用(1+1)盐酸溶液处理，然后用蒸馏水洗净。

5.6.2.2.5 溴化汞试纸。

5.6.2.2.6 砷标准溶液：0.1 mg/mL。

5.6.2.2.7 砷标准溶液：2  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

量取 2.00 mL 砷标准溶液(5.6.2.2.6)置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用时现配。

5.6.2.2.8 乙酸铅棉花：用 200 g/L 的乙酸铅溶液将脱脂棉浸透，取出在室温下晾干，保存在密闭容器中。

### 5.6.2.3 仪器

定砷仪：规格和装置应符合 GB/T 610 的规定。

### 5.6.2.4 分析步骤

#### 5.6.2.4.1 标准色斑的制作

取 7 个定砷用的锥形瓶，分别加入砷标准溶液(5.6.2.2.7)0 mL、0.25 mL、0.50 mL、0.75 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL，加入 10 mL 硫酸溶液(5.6.2.2.1)和一定量的水，使体积约为 50 mL，再分别加入 2 mL 碘化钾溶液(5.6.2.2.2)和 2 mL 氯化亚锡盐酸溶液(5.6.2.2.3)，摇匀，静置 15 min。加入 5 g 无砷金属锌(5.6.2.2.4)，立即按 GB/T 610 中的定砷装置图所示连接好仪器，使反应进行 45 min，取出溴化汞试纸并注明相应的砷质量，用熔融石蜡浸透，贮于干燥器中。

#### 5.6.2.4.2 测定

称取 20 g~30 g 试样(可根据试样中的含砷量酌情增减称样量，每份试液含砷量应不大于 4  $\mu\text{g}$ )，精确到 0.01 g，置于 50 mL 烧杯中，在沙浴(或可调温电炉)上缓慢加热，蒸发至约 5 mL，冷却后，将其转移至盛有适量水的定砷用锥形瓶中，加水使体积约为 50 mL，再分别加入 2 mL 碘化钾溶液和 2 mL 氯化亚锡盐酸溶液，摇匀，静置 15 min。加入 5 g 无砷金属锌，立即按 GB/T 610 中的定砷装置图所示连接好仪器，使反应进行 45 min，取出溴化汞试纸与标准色斑(5.6.2.4.1)比较，查出试样中的砷质量。

### 5.6.2.5 结果计算

砷(As)的质量分数  $w_7$  按式(7)计算：

$$w_7 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

$m_1$ ——与标准色斑比较，试料中的砷的质量的数值，单位为微克( $\mu\text{g}$ )；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的相对偏差应不大于 20%。

## 5.7 铅质量分数的测定

### 5.7.1 原理

试料蒸干后，残渣溶解于稀硝酸中，在原子吸收分光光度计上，于波长 283.3 nm 处，用空气-乙炔火焰测定含铅溶液的吸光度，用标准曲线法计算测定结果。硫酸中的杂质不干扰测定。

### 5.7.2 试剂

5.7.2.1 硝酸溶液：1+2。

5.7.2.2 铅(Pb)标准溶液：0.1 mg/mL。

### 5.7.3 仪器

5.7.3.1.1 滴瓶：容量约 30 mL。

5.7.3.1.2 原子吸收分光光度计(附有铅空心阴极灯)。

### 5.7.4 分析步骤

#### 5.7.4.1 工作曲线的绘制

取 5 只 50 mL 容量瓶，分别加入铅标准溶液(5.7.2.2)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL，各加入 25 mL 硝酸溶液(5.7.2.1)，用水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入铅标准溶液的空白溶液调零，于波长 283.3 nm 处测定溶液的吸光度。

以上述溶液中铅的质量(单位为微克)为横坐标，对应的吸光度值为纵坐标，绘制工作曲线，或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

#### 5.7.4.2 测定

用装满试样的滴瓶，以差减法称取约 10 g~30 g 试样，精确到 0.01 g，置于 50 mL 烧杯中，在沙浴(或可调温电炉)上缓慢蒸发至干，冷却，加 5 mL 硝酸溶液(5.7.2.1)和 25 mL 水，加热溶解残渣，再蒸发至干，冷却，加 5 mL 硝酸溶液低温加热溶解残渣，冷却后移入 10 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入铅标准溶液的空白溶液调零，于波长 283.3 nm 处测定溶液的吸光度。根据试液的吸光度值从工作曲线上查出或根据线性回归方程计算出被测溶液中铅的质量。

### 5.7.5 结果计算

铅(Pb)的质量分数  $w_8$  按式(8)计算：

$$w_8 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中：

$m_1$ ——从工作曲线上查得的或用线性回归方程计算出的铅的质量的数值，单位为微克( $\mu\text{g}$ )；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。铅的质量分数 $>0.005\%$ 时，平行测定结果的相对偏差应不大于 $20\%$ ；铅的质量分数 $\leq 0.005\%$ 时，平行测定结果的相对偏差应不大于 $25\%$ 。

## 5.8 汞质量分数的测定

### 5.8.1 双硫脲分光光度法(仲裁法)

#### 5.8.1.1 原理

试料中的汞，用高锰酸钾氧化成二价汞离子。用盐酸羟胺还原过量的氧化剂，加入盐酸羟胺和乙二胺四乙酸二钠消除铜和铁的干扰。在 pH 值为 0~2 范围内，双硫脲与汞离子反应生成橙色螯合物，用三氯甲烷溶液萃取后，在 490 nm 处测定萃取溶液的吸光度。

#### 5.8.1.2 试剂

5.8.1.2.1 硫酸溶液：490 g/L。

5.8.1.2.2 乙酸溶液：360 g/L，用密度约为 1.05 g/mL 的无水乙酸(冰醋酸)配制。

5.8.1.2.3 乙二胺四乙酸二钠溶液：7.45 g/L。

5.8.1.2.4 高锰酸钾溶液：40 g/L。

5.8.1.2.5 盐酸羟胺溶液：100 g/L。

5.8.1.2.6 双硫脲三氯甲烷溶液：150 mg/L。

用三氯甲烷配制该溶液，并储存于密封、干燥的棕色瓶中，保存于 25 °C 以下的避光处，两周内有效。

注：双硫脲试剂的提纯参见附录 A。

5.8.1.2.7 双硫脲三氯甲烷溶液：3 mg/L。

量取 5.00 mL 双硫脲三氯甲烷溶液(5.8.1.2.6)置于干燥的 250 mL 容量瓶中，用三氯甲烷稀释至刻度，摇匀。该溶液使用时现配，置于避光、阴凉处。

5.8.1.2.8 汞标准溶液：1 mg/mL。

称取 1.354 g 氯化汞，溶解于 25 mL 盐酸中，然后转移至 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液置于阴凉处，两个月内有效。

5.8.1.2.9 汞标准溶液：20  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

量取 5.00 mL 汞标准溶液(5.8.1.2.8)置于 250 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用时现配。

5.8.1.2.10 汞标准溶液：1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

量取 5.00 mL 汞标准溶液(5.8.1.2.9)置于 100 mL 容量瓶中，加入 2.5 mL 盐酸，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用时现配。

#### 5.8.1.3 仪器

5.8.1.3.1 试验用常规仪器：凡未曾用于汞含量测定的仪器，包括盛放试剂和试样的玻璃瓶，在使用前应按下列方法顺序洗涤：

- 器壁上如有油污，则用肥皂和刷子刷洗；
- 用(1+1)硝酸溶液浸泡 12 h 以上或用(1+3)硝酸溶液浸泡 24 h 以上，用自来水冲洗干净；
- 用 4 体积浓度为 100 g/L 的硫酸溶液与 1 体积高锰酸钾溶液(5.8.1.2.4)混合配制的高锰酸钾

液洗涤,用自来水反复冲洗后,再用蒸馏水冲洗干净。

5.8.1.3.2 分光光度计:具有 3 cm 比色皿。

#### 5.8.1.4 分析步骤

##### 5.8.1.4.1 工作曲线的绘制

取 6 个 500 mL 分液漏斗,用棉花或滤纸擦干其颈部,并塞入一小团脱脂棉,向漏斗中分别加入汞标准溶液(5.8.1.2.10)0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL,然后对每一分液漏斗中的溶液作下述处理:加入 20 mL 硫酸溶液(5.8.1.2.1),用水稀释至约 200 mL,依次加入 1 mL 盐酸羟胺溶液(5.8.1.2.5)、10 mL 乙酸溶液(5.8.1.2.2)、10 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(5.8.1.2.3)和 20.0 mL 双硫脲三氯甲烷溶液(5.8.1.2.7),剧烈振荡 1 min,静置 10 min,使两相分层。

放出部分有机相,置于 3 cm 的比色皿中,在分光光度计 490 nm 波长处,以不加汞标准溶液的空白溶液作参比,测定溶液的吸光度。

以上述溶液中汞的质量(单位为微克)为横坐标,对应的吸光度值为纵坐标,绘制工作曲线或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

##### 5.8.1.4.2 测定

称取约 10 g 试样,精确到 0.01 g,小心缓慢地移入盛有 15 mL 水的 100 mL 烧杯中,冷却至室温。滴加高锰酸钾溶液(5.8.1.2.4)使溶液呈紫红色。盖上表面皿,在 60 °C 水浴中放置 30 min。冷却至室温,逐滴加入盐酸羟胺溶液使紫红色褪尽。

将试液移入颈部已预先擦干、并塞入一小团脱脂棉的 500 mL 分液漏斗中,加水至约 200 mL,然后按 5.8.1.4.1 中“加入 1 mL 盐酸羟胺溶液……测定溶液的吸光度”步骤进行。根据试液的吸光度值从工作曲线上查得相应的汞的质量或用线性回归方程计算出汞的质量。

若试样中的汞含量大于 10 μg,应适当减少取样量,在将试液移入 500 mL 分液漏斗后,添加硫酸溶液使硫酸总量约为 10 g 后再按上述步骤进行测定。

#### 5.8.1.5 结果计算

汞(Hg)的质量分数  $w_9$  按式(9)计算:

$$w_9 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的或用线性回归方程计算出的汞的质量的数值,单位为微克(μg);

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。汞的质量分数 >0.005% 时,平行测定结果的相对偏差应不大于 20%;汞的质量分数 ≤0.005% 时,平行测定结果的相对偏差应不大于 25%。

### 5.8.2 冷原子吸收分光光度法

#### 5.8.2.1 原理

试料中的汞,用高锰酸钾氧化成二价汞离子。过量的氧化剂用盐酸羟胺还原,二价汞离子由氯化亚锡还原成汞,用空气或氮气作载气携带汞蒸气通过测量池,用原子吸收分光光度计或紫外吸收式测汞仪,在 253.7 nm 波长处测定其吸光度。

## 5.8.2.2 试剂

5.8.2.2.1 硫酸溶液:490 g/L。

5.8.2.2.2 高锰酸钾溶液:40 g/L。

5.8.2.2.3 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

5.8.2.2.4 氯化亚锡盐酸溶液:100 g/L。

称取 25 g 氯化亚锡溶于 50 mL 热的盐酸中,冷却后移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

5.8.2.2.5 碘溶液:2.5 g/L。

5.8.2.2.6 汞标准溶液:1 mg/mL,配制方法同 5.8.1.2.8。

5.8.2.2.7 汞标准溶液:10  $\mu\text{g/mL}$ 。

量取 5.00 mL 汞标准溶液(5.8.2.2.6)置于 500 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸,用水稀释至刻度,摇匀。1 mL 该溶液中含有 10  $\mu\text{g}$  汞。此溶液使用时现配。

5.8.2.2.8 汞标准溶液:1  $\mu\text{g/mL}$  或 0.1  $\mu\text{g/mL}$ 。根据试样中含汞量的多少,决定采用哪种浓度的汞标准溶液。此溶液使用时现配。

用移液管量取一定量的汞标准溶液(5.8.2.2.7),用(1+105)盐酸溶液准确稀释至相应的体积,摇匀。

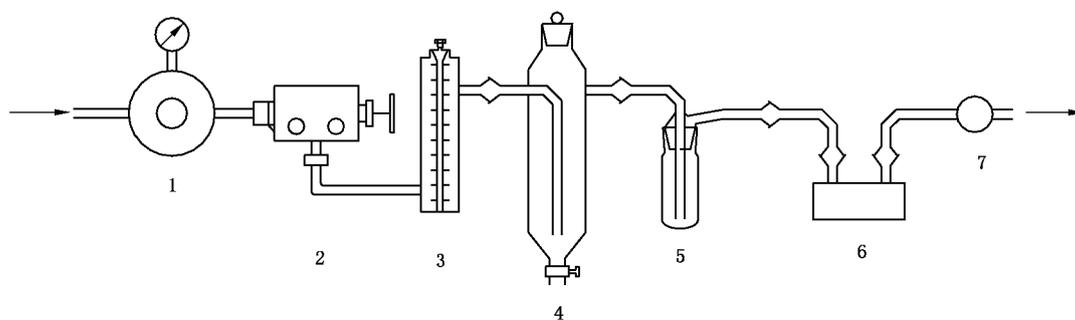
## 5.8.2.3 仪器

5.8.2.3.1 试验用常规仪器:同 5.8.1.3.1。

5.8.2.3.2 滴瓶:容量约 30 mL。

5.8.2.3.3 原子吸收分光光度计或紫外吸收式测汞仪:具低压汞灯或空心阴极灯。

5.8.2.3.4 吹气(或吸气)测定系统装置:如图 1 所示。



说明:

1——稳压器;

2——针形阀;

3——流量计:0 L/min~2.5 L/min;

4——洗气瓶:容积约为 100 mL,标示有 50 mL 容积的刻度,且具有磨口塞和底端排液管,尺寸如图 2 所示;

5——安全瓶:容积为 100 mL。也可用装有高氯酸镁的干燥管更换此安全瓶,此时,测量池无需用灯泡或径向加热器加热;

6——测量池:长度应适当(1 cm 或 10 cm),两端窗口应为石英玻璃,用以透过波长约 253.7 nm 的紫外光。为防止蒸气凝结,必要时可用灯泡或径向加热器稍微加热测量池;

7——吸收器:内盛碘溶液(5.8.2.2.5),用以吸收排出气中的汞蒸气。

图 1 吹气(或吸气)测定系统装置示意图

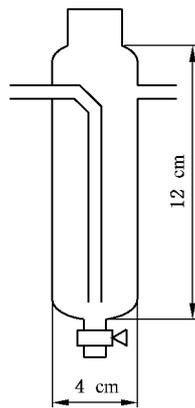


图 2 洗气瓶

5.8.2.4 分析步骤

5.8.2.4.1 工作曲线的绘制

根据含汞量的多少,选作下列两曲线之一:含汞量  $0\ \mu\text{g}\sim 1\ \mu\text{g}$ ,或含汞量  $0\ \mu\text{g}\sim 10\ \mu\text{g}$ 。

取 6 个 50 mL 烧杯,按表 4 分别加入汞标准溶液(5.8.2.2.8),再分别依次加入 20 mL 水、1 mL 硫酸溶液(5.8.2.2.1)和 0.5 mL 高锰酸钾溶液(5.8.2.2.2)。盖上表面皿,加热煮沸数秒钟,冷却至室温。逐滴加入盐酸羟胺溶液(5.8.2.2.3),使紫红色褪尽。

表 4 加入汞标准溶液的体积及相应的汞质量

标准曲线的含汞量 $\mu\text{g}$	汞标准溶液的浓度 $\mu\text{g}/\text{mL}$	汞标准溶液的体积 $\text{mL}$	相应的汞质量 $\mu\text{g}$
0~1	0.1	0	0
		2.0	0.2
		4.0	0.4
		6.0	0.6
		8.0	0.8
		10.0	1.0
0~10	1	0	0
		2.0	2.0
		4.0	4.0
		6.0	6.0
		8.0	8.0
		10.0	10.0

按图 1 所示,连接整套测汞装置,如使用原子吸收分光光度计,则把测量池置于光路中。依原子吸收分光光度计或紫外吸收式测汞仪的使用说明,将仪器调整至最佳工作状态,通入空气或氮气,调节其流量为 1 L/min。

将每一标准溶液做如下处理:将溶液全部移入洗气瓶中,用水准确稀释至 50 mL 标线处,加入 2 mL 氯化亚锡盐酸溶液(5.8.2.2.4),迅速盖上瓶塞,测定溶液的吸光度。

从每一标准溶液的吸光度值减去不加汞标准溶液的空白溶液的吸光度值,得到相应的吸光度值差。以上述溶液中汞的质量(单位为微克)为横坐标,相应的吸光度值差为纵坐标,绘制工作曲线,或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

#### 5.8.2.4.2 测定

用装满试样的滴瓶,以差减法称取约 2 g 试样,精确到 0.01 g,小心缓慢地移入盛有 20 mL 水的 50 mL 烧杯中,加入 0.5 mL 高锰酸钾溶液(5.8.2.2.2),盖上表面皿,加热煮沸数秒钟,冷却至室温。

注:如果试样中的汞含量较高,应作适当稀释,取部分稀释液添加 1 mL 硫酸溶液作汞含量的测定。

按照与测定标准溶液相同的仪器条件与操作步骤,测定试液的吸光度。

根据试液的吸光度值从工作曲线上查出或根据线性回归方程计算出被测溶液中汞的质量。

#### 5.8.2.5 结果计算

汞(Hg)的质量分数  $w_{10}$  按式(10)计算:

$$w_{10} = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的或用线性回归方程计算出的汞的质量的数值,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m$ ——分取试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。汞的质量分数  $>0.005\%$  时,平行测定结果的相对偏差应不大于 20%;汞的质量分数  $\leq 0.005\%$  时,平行测定结果的相对偏差应不大于 25%。

### 5.9 透明度的测定

#### 5.9.1 仪器

5.9.1.1 玻璃透视管:如图 3 所示。

5.9.1.2 方格色板:于 40 mm  $\times$  40 mm  $\times$  3 mm 毛玻璃上,用黑油漆或黑色贴纸绘制 4 mm  $\times$  4 mm 的小格,如图 4 所示。

5.9.1.3 光源:于 160 mm  $\times$  160 mm 木匣内装 220 V、60 W 灯泡一只,上盖开口,紧密地装上方格色板,色板与灯泡距离约为 10 mm。

单位为毫米

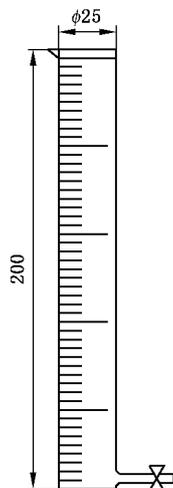


图 3 玻璃透视管

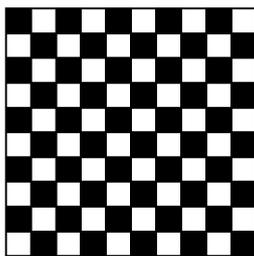


图4 方格色板

### 5.9.2 分析步骤

将盛满试样的透视管置于光源的方格色板上,从液面上方观察方格的轮廓,并从排液口小心放出试样,直至能清晰辨别方格并黑白分明,停止排放,记录试样的液面高度值。

取测得的试样液面的高度值为透明度的测定结果。

## 5.10 色度的测定

### 5.10.1 试剂

5.10.1.1 氨水。

5.10.1.2 硫化钠溶液:20 g/L。

5.10.1.3 明胶溶液:10 g/L。

5.10.1.4 铅标准溶液:0.1 mg/mL。

称取 0.183 1 g 乙酸铅,用水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,如果浑浊可加几滴乙酸,然后用水稀释至刻度。

### 5.10.2 分析步骤

#### 5.10.2.1 标准色度的制备

向 50 mL 比色管中依次加入 10 mL 水、3 mL 明胶溶液(5.10.1.3)、2 滴~3 滴氨水(5.10.1.1)、3 mL 硫化钠溶液(5.10.1.2)及 2.0 mL 铅标准溶液(5.10.1.4),再用水稀释至 20 mL,摇匀。

#### 5.10.2.2 测定

向另一支 50 mL 比色管中加入 20 mL 试样,目视比较试样和标准溶液比色管的色度,试样色度不深于标准色度为合格。

## 6 检验规则

6.1 工业硫酸应由生产企业的质量监督检验部门负责按批检验,生产厂应保证每批出厂的产品符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书或产品合格证,内容包括:生产企业名称、地址、产品名称、产品等级、生产日期或批号、本标准编号等。

6.2 对由冶炼烟气为原料生产的工业硫酸,本标准所列的全部项目均为出厂检验项目。

对由其他原料生产的工业硫酸,本标准所列的全部项目均为型式检验项目,其中硫酸或游离三氧化硫的质量分数、灰分的质量分数、铁的质量分数、透明度和色度为出厂检验项目。在正常生产情况下,每季度至少进行一次型式检验。

检验项目中的砷、铅和汞的质量分数可委托有资质的检验机构进行检验。

6.3 产品按批检验,以每一贮罐或日产量为一批。按 GB/T 6680 的规定进行采样,取样总量不得少于 500 mL。将取得的试样混合均匀后,立即装入两个清洁、干燥、具磨口塞的玻璃瓶中,瓶上应贴有标签,注明生产企业名称、产品名称、等级、批号、采样日期、采样者姓名等。一瓶用于检验,另一瓶应保存不少于 15 d,以备查用。

6.4 检验结果按 GB/T 8170 中规定的修约值比较法判定是否符合本标准。若检验结果有一项指标不符合本标准的要求,应重新自贮罐中取两倍量样品进行复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品为不合格。

6.5 使用单位有权按照本标准的规定对收到的工业硫酸进行验收,核准其质量是否符合本标准的要求。当供需双方对产品质量发生异议时,应由有资质的第三方检验机构仲裁检验。

## 7 标志、运输和贮存

7.1 每批出厂硫酸的包装容器上应有清晰的符合 GB 190—2009 规定的“腐蚀性物质”标志。

7.2 工业硫酸应装于专用的槽车(船)内运输,槽车(船)应定期清理。工业硫酸也可装于其他耐酸包装容器(如塑料桶)内运输,其容器大小视需要而定,容器应用耐酸材料的盖密封。

7.3 工业硫酸应与易燃和可燃物、还原剂、碱类、金属粉末等分开存放,不可混贮。

## 8 安全

8.1 硫酸是一种强酸,具有强腐蚀性、灼伤性,操作时应穿戴防护眼镜、手套和防护服,工作现场应具备有应急水源。

8.2 严格遵守国家有关消防、危险品的安全条例。

8.3 硫酸应避免与有机物、金属粉末等接触。当用槽车(船)运输时,禁止在容器附近抽烟或动用明火。

附 录 A  
(资料性附录)  
双硫脲试剂的提纯

溶解 1 g 双硫脲于 75 mL 三氯甲烷中,过滤,滤液收集于 250 mL 分液漏斗中。向盛有滤液的分液漏斗中加入 100 mL 氨水溶液(1+75),剧烈振荡,静置分层,排出有机相,收集水相于另一分液漏斗中。重复此操作 3 次,每次使用 100 mL 氨水溶液。双硫脲进入碱性水相中呈橙色,而氧化产物留在有机相中不同程度地呈现深红黄色。

弃去有机相,合并橙色萃取水相,过滤并移入 1 000 mL 烧杯中,用二氧化硫饱和溶液稍加酸化,使双硫脲沉淀,用烧结玻璃坩埚过滤,以水洗涤沉淀至无酸性反应。将沉淀放入盛有浓硫酸的真空干燥器中,真空避光干燥 3 d~4 d。迅速研磨经干燥的双硫脲,立即置于棕色小瓶中。经过这样提纯且避光贮藏的双硫脲可以保存至少 6 个月。

---