



硫酸汞、硝酸汞、醋酸汞及氧化汞中總汞檢測方法—滴定法

中華民國94年11月30日環署檢字第0940097070號公告
自公告日起實施
NIEA T301.11C



一、方法概要

將樣品酸化溶解後，加入硝酸鐵為指示劑，以硫氰化鉍溶液進行滴定。汞的滴定終點以硫氰離子與鐵離子形成紅棕色複合物之沈澱加以判定。

二、適用範圍

本方法適用於硫酸汞、硝酸汞、醋酸汞及氧化汞中總汞之檢驗，濃度之有效測定範圍在1%以上者。

三、干擾

硝酸中不得含亞硝酸，因他會破壞硫氰化鉍。欲去除干擾，可將樣品溶解於硝酸後短暫煮沸再冷卻並進行下一步驟。

四、設備

- (一) 滴定裝置：滴定管或自動滴定裝置。
- (二) 分析天平：可精秤至0.1mg。
- (三) 排煙櫃（具有廢氣處理功能）。
- (四) 烘箱。
- (五) 密閉乾燥器。
- (六) 燒杯：300mL。

五、試劑

- (一) 試劑水：去離子蒸餾水。
- (二) 濃硝酸。
- (三) 0.1N硝酸銀標準溶液：將適量之標準級試藥之硝酸銀於105°C乾燥2小時，冷卻至室溫後精取17.2g，加入試劑水使之溶解，再移入1L量瓶中，稀釋至刻度混合均勻，由所稱之重量，正確計算其濃度。
- (四) 硝酸鐵溶液：溶解7g硝酸鐵（ $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ ）於100mL2%硝酸溶液。
- (五) 0.1N硫氰化鉍標準溶液：溶解8g硫氰化鉍（ NH_4SCN ）於試劑水中並稀釋濃度至1L，以硝酸銀標準溶液標定之，以得到確實之濃度標定方法：取25mL0.1N硝酸銀標準溶液放入三角錐瓶中，加入約25mL的試劑水，再加入2mL硝酸鐵溶液作為指示劑，然後加入2mL硝酸及10mL硝基苯（Nitrobenzene），以硫氰化鉍溶液作為滴定劑，其滴定終點為褐色。

六、採樣及保存

本方法所測汞化學品之特性如下，故樣品皆需儲存於密閉之乾燥器中，且防止受光線之照射。這些樣品具有劇毒，採樣時避免直接接觸。

- (一) 硫酸汞為有毒之白色顆粒結晶粉末，受水分潮解可溶於稀酸。
- (二) 硝酸汞 $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 為有毒之白色或淡黃色易潮解結晶粉末，具硝酸臭。
- (三) 醋酸汞為有毒之白色結晶或結晶粉末，融點 $178\sim 180^\circ\text{C}$ （過高溫會分解）。水溶液在置放時會分解，形成黃色沈澱。
- (四) 氧化汞（黃色）：有毒之黃色或橘黃色粉末。加熱時即變紅色，冷卻時又變黃色。樣品於 110°C 重複烘乾至恆重。
- (五) 氧化汞（紅色）：有毒之紅色或橘紅色結晶粉末或鱗片。磨成細粉時呈黃色，曝光後分解成汞及氧。樣品於 110°C 重複烘乾至恆重。

七、步驟

（簡單分析流程圖如附錄）

待分析之含汞化學品包括：硫酸汞（ HgSO_4 ）硝酸汞（ $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ ）氧化汞（ HgO ）（黃色或紅色），醋酸汞（ $\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ ）。

- 1.精取上述化合物0.2g至0.3g置於300mL燒杯中。
- 2.加入2.5mL濃硝酸及100mL試劑水攪拌使之溶解。
- 3.加入2mL硝酸鐵溶液作為指示劑。
- 4.以0.1N硫氰化鉍標準溶液滴定至溶液呈紅棕色。

八、結果處理

$$\text{汞化學品中汞含量}(\%) = \frac{N \times V \times F \times 10^{-3}}{\text{樣品取量}(g)} \times 100$$

N：0.1N硫氰化鉍溶液之確實濃度（N）

V：0.1N硫氰化鉍溶液滴定量（mL）

F：汞之克當量（g）

九、品質管制

- （一）所使用之標準溶液必須要以純化的標準試藥做濃度之標定。
- （二）每批樣品分析時，須同時進行試劑空白實驗以檢測樣品是否遭受污染
- （三）樣品分析時每個樣品取三個，同時分析，求其平均值。

十、精密度與準確度

各種含汞化學品依照現行CNS標準方法分析之結果

化學品	理論總汞含量(%)	平均值(%) (n=6)	重覆分析相對標準偏差(%)
硫酸汞	67.6	66.6	0.86
硝酸汞	58.6~60.1	59.5	0.34
氧化汞（黃色）	92.6	92.6	0.22
氧化汞（紅色）	92.6	92.5	0.21
醋酸汞	62.9	62.8	0.40

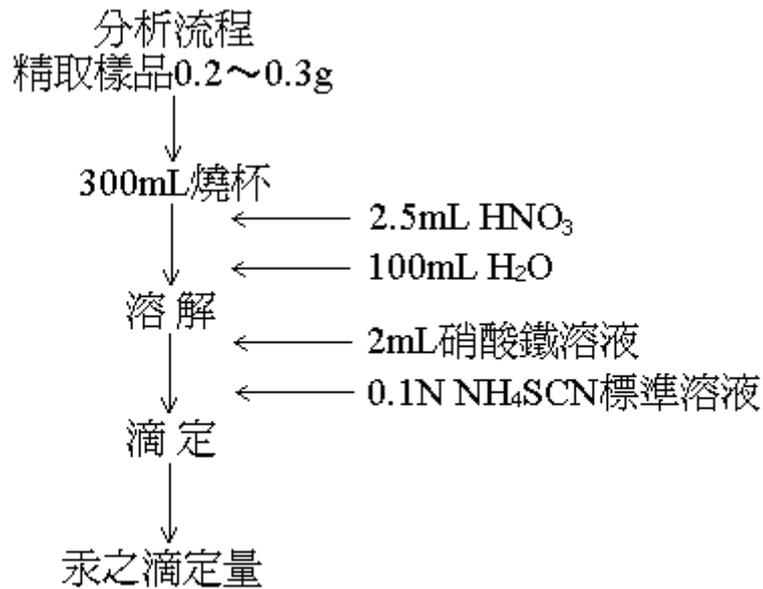
註1：硫酸汞、硝酸汞、醋酸汞及氧化汞（黃色），氧化汞（紅色）皆屬有毒化學品，必需在排煙櫃內操作。

註2：實驗廢棄物皆需依有害事業廢棄物方式處理。

十一、參考資料

- (一) 中華民國國家標準。1971。CNSK7301- 化學試藥（醋酸汞），K7306- 化學試藥（硝酸汞），K7307- 化學試藥（氧化汞，紅色），K7308- 化學試藥（氧化汞，黃色），K7309- 化學試藥（硫酸汞）。
- (二) 日本國家標準。1961。JISK8369- 醋酸水銀（II）（試藥），K8418- 酸化第二水銀（黃色）（試藥），K8419- 酸化第二水銀（赤色），K8980- 硫酸水銀（II）（試藥），K8558- 硝酸第二水銀（試藥）。
- (三) G.Jander,K.F.Jahr and H.Knoll,,"Masanalyse."Sammlung Goschen de Gruyter,218-220,1973.

附錄：



硫酸汞、硝酸汞、醋酸汞及氧化汞中總汞之分析流程