



氯化汞、溴化汞及碘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 T302.11C



一、方法概要

樣品中之汞以還原劑還原成金屬汞後，再加入過量之碘溶液溶解金屬汞，並加入澱粉指示劑，以硫代硫酸鈉溶液逆滴定過剩之碘。到達滴定終點時，溶液之藍色消失轉為無色。

二、適用範圍

本方法適用於氯化汞、溴化汞及碘化汞中總汞之檢驗，濃度之有效測定範圍在1%以上者。

三、干擾

略。

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) 密閉乾燥器。
- (五) 濃硫酸乾燥器。
- (六) 燒杯：300mL。

五、試劑

- (一) 試劑水：去離子蒸餾水。
- (二) 10%氯化鈣溶液：溶解25g氯化鈣於250mL試劑水中。
- (三) 10%碘化鉀溶液：溶解25g碘化鉀於250mL試劑水中。
- (四) 福馬林：試藥級。
- (五) 30%氫氧化鈉溶液：溶解300g氫氧化鈉於1L試劑水中。
- (六) 醋酸溶液（1+2）：取200mL醋酸加入試劑水稀釋至600mL。
- (七) 澱粉指示劑：取2g可溶性澱粉於燒杯，加入約25mL試劑水攪拌成乳狀液，一面攪拌一面緩慢地倒入500mL沸騰之試劑水中，繼續煮沸1至2分鐘後靜置一夜，加入1g硼酸作為保存劑，使用時取其上層澄清液。
- (八) 0.1N硫代硫酸鈉滴定溶液：溶解約25g硫代硫酸鈉 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 於經煮沸且已冷卻至室溫之試劑水中，加入約0.2g碳酸鈉作為保存劑，用上述之試劑水稀釋至1L，貯存於棕色玻璃瓶。使用前標定。標定方法：取1-1.5g之碘酸鉀（ KIO_3 ）於120~140°C烘乾1小時，精秤至0.1mg，加試劑水稀釋至250mL，分取25mL於有栓蓋之三角錐瓶內，加入2g碘化鉀及5mL（1+5）硫酸，攪拌後置暗處5分鐘，以0.1N硫代硫酸鈉滴定溶液滴定至淡黃色時，加入適量（如5mL）澱粉溶液為指示劑，繼續加入硫代硫酸鈉溶液，直至藍色消失成無色即為滴定終點。

(九) 0.1N碘標準溶液：取40g碘化鉀，再加入25mL試劑水，溶解後加入13g碘，再以試劑水稀釋至1L。以硫代硫酸鈉標準溶液標定之，貯存於棕色玻璃瓶，並放置於暗處。標定方法：精取碘溶液25mL，以0.1N硫代硫酸鈉溶液滴定至淡黃色時，加入澱粉溶液作為指示劑，當藍色消失成無色時，即為滴定終點。

六、採樣及保存

溴化汞及碘化汞儲存時必需防止受光線的照射。碘化汞樣品需於濃硫酸乾燥器內乾燥4小時後於密閉乾燥器內保存。

七、步驟

(簡單分析流程圖如附錄)

待分析之含汞樣品包括：氯化汞、溴化汞及碘化汞

- 1.精取0.3g至0.5g樣品置於300mL燒杯中。
- 2.加入85mL試劑水。
- 3.加入100mL10%氯化鈣，10mL10%碘化鉀溶液，3mL福馬林及10mL30%氫氧化鈉溶液。
- 4.充分振盪3分鐘。
- 5.加入20mL (1+2) 醋酸溶液，及35mL0.1N碘溶液。
- 6.充分振盪使汞完全溶解。
- 7.加入澱粉溶液1~2mL。
- 8.以0.1N硫代硫酸鈉標準溶液逆滴定，當藍色消失至無色時，即為滴定終點。

八、結果處理

$$\text{汞化學品中汞含量 (\%)} = \frac{(N_1 \times V_1 - N_2 \times V_2) \times F \times 10^{-3}}{\text{樣品取量 (g)}} \times 100$$

N_1 ：0.1N碘溶液之確實濃度 (N)

V_1 ：0.1N碘溶液之添加量 (mL)

N_2 ：0.1N硫代硫酸鈉溶液之確實濃度 (N)

V_2 ：0.1N硫代硫酸鈉溶液之滴定量 (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JIS標準方法分析的結果

化學品	理論總汞含量 (%)	平均值 (%) (n=6)	重覆分析相對標準偏差 (%)
氧化汞	73.9	73.7	0.38
溴化汞	55.7	55.6	0.23
碘化汞	44.1	43.8	0.66

註1：氯化汞係劇毒化學品，溴化汞、碘化汞亦係有毒化學品，必需在排煙櫃內操作。

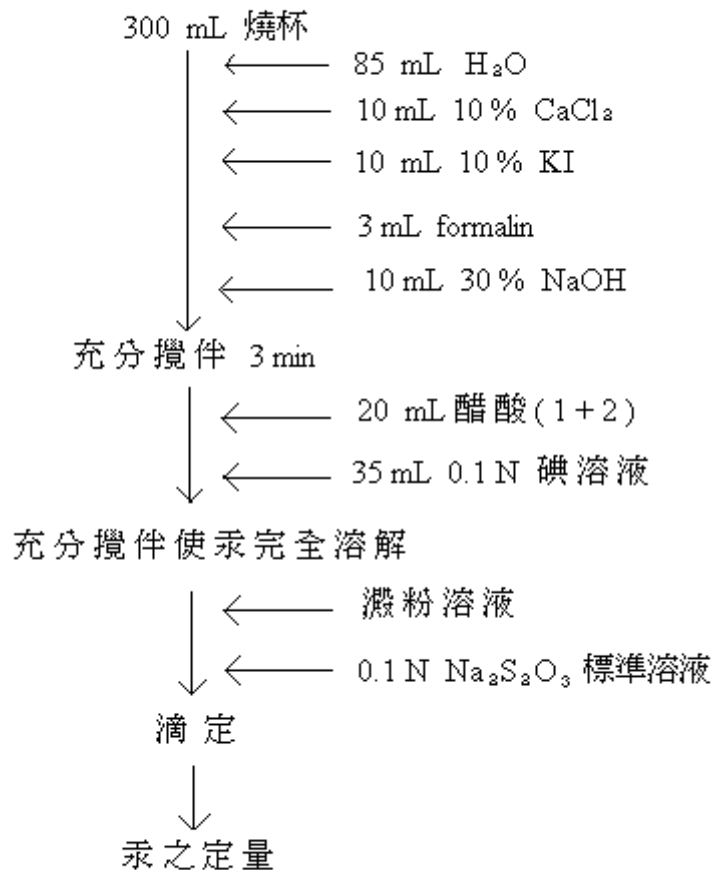
註2：實驗室廢棄物皆需依有害事業廢棄物方式處理。

十一、參考資料

- (一) 中華民國國家標準。1971。CNSK7303—化學試藥（氯化汞），CNSK7302—化學試藥（溴化汞），CNSK7305—化學試藥（碘化汞，紅色）
- (二) 日本國家標準。1961。JISK8139—鹽化水銀（II）（試藥），JISK8513—臭化水銀（II）（試藥）

附錄：

分析流程：



氯化汞、溴化汞及碘化汞中總汞之分析流程