|  |  |
| --- | --- |
| ICS  | 77.150.99 |
| CCS  |

|  |
| --- |
|   |

H62 |

团 体 标 准

T/HNNMIA XX—2023

酸泥

汞含量的测定

铜试剂滴定法

Acid mud-

Determination of mercury content -

Copper reagent titration method

2023 - XX - XX发布

2023 - XX - XX实施

河南省有色金属行业协会  发布

1. 前言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由河南省有色金属行业协会归口。

本文件起草单位：河南豫光金铅股份有限公司、 河南国之信检测检验技术有限公司、 河南豫光锌业有限公司、 安徽铜冠有色金属（池州）有限责任公司 、河南中原黄金冶炼厂有限责任公司。

本文件主要起草人：牛军民、 张全胜、 周君玲、 马金梅、 卫平、 刘家钦、 刘艳华 、牛鹏波、 徐淑敏、姚亚军、 麻瑞苡。

酸泥

 汞含量的测定

 铜试剂滴定法

* 1. 范围

本文件描述了铜试剂滴定法测定酸泥中汞含量的方法。

本文件适用于酸泥中汞含量的测定。测定范围：1.00%～70.00%。

* 1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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/T 6682 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

GB/T 601 标准滴定溶液的制备

* 1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

* 1. 方法原理

试料经混合酸溶解后，在pH=8～10的溶液中，汞与铜试剂生成白色沉淀，在四氯化碳中过量的铜试剂与铜离子生成黄色沉淀即为终点。

* 1. 试剂和材料

除非另有说明外,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂，所用水符合GB/T 6682规定的三级水。

四氯化碳（ρ=1.595 g/mL）

混合酸：3份盐酸（ρ=1.19 g/mL）+1份硝酸（ρ=1.42 g/mL）+4份水

硫酸铜溶液(2.5 g/L)：称取0.25g硫酸铜于100 mL水中，摇匀。

酒石酸(200 g/L)：称取20 g酒石酸于100 mL水中，摇匀。

三氯化铁溶液（10 g/L）

氨水（1+1）

汞标准溶液（1 mg/mL）

铜试剂（二乙基二硫代氨基甲酸钠）[c(C5H11NS2·Na)=0.0070 mol/L]

配制：称取1.7 g铜试剂（5.8）溶于50 mL水中溶解完全后，过滤于1000 mL容量瓶中，以氨水（ρ=0.91 g/mL）稀释至刻度，混匀。

标定：移取20.00 mL汞标准溶液（5.7）于锥形瓶中，滴加2滴三氯化铁溶液（5.5），加入5 mL混合酸(5.2)和5 mL酒石酸溶液（5.4）,2滴硫酸铜溶液（5.3），用氨水（5.6）调至黄色消失再过量2滴，加5 mL四氯化碳（5.1），用铜试剂标准滴定溶液（5.8）滴定至四氯化碳层出现稳定黄色即为终点。

按公式（1）计算铜试剂标准滴定溶液的浓度：

 $c=\frac{m×1000}{\left(V\_{1}-V\_{2}\right)×200.59}$ ()

式中：

$ c$——铜试剂标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

$V\_{1}$——滴定汞所消耗的铜试剂标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$V\_{2}$——滴定空白溶液所消耗的铜试剂标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$M$——汞的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol），M=200.59；

$m$——移取的汞标准溶液的质量，单位为克（g）。

平行标定四份，计算结果保留4位有效数字，其极差值不大于4×10-3 mol/L 时，取其平均值，否则重新标定。

注：铜试剂标准滴定溶液每隔一周必须重新标定一次。

* 1. 仪器和设备

电子天平，0.1mg。

* 1. 样品

样品应通过0.1000 mm筛。

样品预先在100 ℃～105 ℃烘2 h，置于干燥器中冷却至室温。

* 1. 分析步骤

试料

按表1称取样品，精确至0.0001g。

1. 试料质量

| 汞的质量分数/% | 试料质量/g | 移取体积/mL |
| --- | --- | --- |
| 1.00～5.00 | 1.0000 | 20 |
| 5.00～20.00 | 1.0000 | 10 |
| 20.00～40.00 | 0.7500 | 10 |
| 40.00～70.00 | 0.5000 | 10 |

测定次数

独立进行两次测定，取其平均值。

空白试验

随同试料做空白试验。

测定

将试料（8.1）置于250 mL烧杯中，用少量水润湿，加入20 mL混合酸（5.2），盖上表面皿，置于低温电炉上加热，待试料分解完全后，取下稍冷。

用少量水吹洗表面皿及杯壁，加入50 mL蒸馏水于低温电炉上加热煮沸，取下冷却，过滤于200 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

按表1移取溶液（8.4.2）于250 mL锥形瓶中，滴加2滴三氯化铁溶液（5.5），加入5mL酒石酸溶液（5.4）,2滴硫酸铜溶液（5.3），用氨水（5.6）调至黄色消失再过量2滴，加入5mL四氯化碳（5.1），用铜试剂标准滴定溶液（5.8）滴定至四氯化碳层出现稳定黄色即为终点。

**分析结果的表述**

8.5.1 试料中汞含量以*ω*Hg计，数值单位以%表示，按式（2）计算：

 $ω\_{Hg}=\frac{c·(V\_{4}-V\_{2})·V\_{0}×200.59}{m·V\_{3}}×100 $ ()

式中：

$ c$—— 铜试剂标准滴定溶液的浓度，单位为克每毫升（g/mL）；

$V\_{0}$——溶液的总体积，单位为毫升（mL）；

$V\_{3}$——测定时分取溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$V\_{4}$——滴定样品所消耗铜试剂标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$V\_{2}$——滴定空白溶液消耗铜试剂标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$M$——汞的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol），M=200.59；

$m$——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示至小数点后两位。数值修约按照GB/T 8170的规定进行。

* 1. 精密度

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:

表2 重复性限

| *ωHg* / % | 1.52 | 13.20 | 30.80 | 54.26 | 69.80 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| r / % | 0.08 | 0.15 | 0.25 | 0.35 | 0.45 |

再现性

在再现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大于再现性限(R)，超过再现性限(R)的情况不超过5%,再现性限(R)按以下表2数据采用线性内插法求得：

表3 再现性限

| *ωHg* / % | 1.52 | 13.20 | 30.80 | 54.26 | 69.80 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| R / % | 0.10 | 0.18 | 0.30 | 0.40 | 0.55 |

* 1. 质量保证和控制

采用国家级标准样品或行业级标准样品（当前两者没有时，也可用控制标样替代），每周或每两周校核一次本文件的有效性。当过程失控时应找出原因，纠正错误后，重新进行校核。

* 1. 试验报告

试样报告应包含以下信息：

a)样品的标识；

b)本文件的编号；

c)以质量分数表示的样品中汞含量；

d)分析日期；

e)在测定中发生的可能影响分析的现象。

