

中華民國國家標準	苯中二硫化碳檢驗法	總號	6835
CNS		類號	K6620

Method of Test for Carbon Disulfide in Benzene

- 適用範圍：本法適用於苯中二硫化碳^{註(1)(2)}含量之檢驗，其可檢出量為0.1至4.0 mg/kg。

註：(1) 苯中二硫化碳含量若超過本法規定之範圍(4.0 mg/kg)，應用本法將無法獲致準確之結果。遇此情形時需用不含二硫化碳之苯稀釋至本法規定之濃度內，再行檢驗之。

註：(2) 氣體中之二硫化碳可用適當溶劑(純化苯)萃取而檢驗之。
- 方法概要：在特定情況下，二乙胺一醋酸銅(Diethylamine cupric acetate)試藥與二硫化碳反應，生成橙黃色之二乙基一二硫代胺基甲酸銅(Cupric Diethyl-di thiocarbamate)。所生顏色之強度，使用分光光度計測定之。其化學反應式如下：

$$(C_2H_5)_2NH + CS_2 \rightarrow (C_2H_5)_2NCS_2H$$

(二乙基一二硫代胺基甲酸)

$$2(C_2H_5)_2NCS_2H + Cu(C_2H_3O_2)_2 \rightarrow ((C_2H_5)_2NCS_2)_2Cu + 2CH_3COOH$$
- 干擾：硫化氫、二氧化硫及黃原酸鹽(或脂)(Xanthates)會干擾而造成偏低之結果。噁吩濃度即使高達100 mg/kg，也不會干擾檢驗，而光線、溫度、及放置時間之一般性變化亦不影響結果。
- 儀器：
 - 分光光度計：適合在波長430 nm測定者，其帶幅不得大於35 nm。
 - 吸光槽(cells)：長5 cm，由耐化學玻璃製成。
 - 秤量球(weighing bulb)。
 - 摩爾吸量管：容量5 ml，並附安全吸球。
- 試藥及材料：
 - 試藥純度：使用試藥級。
 - 水：使用符合CNS 3699規範之精製水。
 - 純化苯：不含二硫化碳。純化時在—2公升分液漏斗中，盛入1000 ml 苯及200 ml 氫氧化鈉甲醇溶液，並充分搖盪之，在放置1小時(每隔15分鐘搖盪1次)之後，放出下層液體並予捨棄，再用清水洗滌上層液體，每次300 ml，共四次，每次洗滌後均放出水液層並予捨棄。然後將處理過之苯通過乾燥之濾紙，濾入附有玻璃塞之1公升瓶內，以便依第7節測定二硫化碳之存在。若尚有二硫化碳存在，需重覆上述之純化步驟。如此再處理過之苯，在430 nm波長下之吸光度將不會有顯著之降低。
 - 二硫化碳：依CNS 1634規範。
 - 醋酸銅甲醇溶液：在一盛有約600 ml 甲醇之1000 ml量瓶(附玻璃塞)中，加入1.0 ± 0.001 g 粉狀一水合醋酸銅中性結晶體，振盪使完全溶解，再用甲醇稀釋至標線位置，並充分混合之。本試藥應保持新鮮，至少每月配製一次，如有少量之銅鹽自溶液中析出，應立即重新配製。
 - 二乙胺一醋酸銅試藥^{註(1)}：在盛有約50 ml 純化苯(不含二硫化碳)之100 ml量瓶(附玻璃塞)中，使用摩爾吸量管^{註(2)}加入2.5 ml 之二乙胺，再用量筒量取20 ml 之醋酸銅溶液加入其中，繼用純化苯稀釋至100 ml，然後翻轉量瓶使充分混合之。

註：(1) 本試藥不安定，每日須配製新鮮者。

註：(2) 不得用嘴附於吸量管吸取溶液，尤其是苯或二乙胺均有毒性，須小心操作。
 - 氫氧化鈉甲醇溶液(40 g/l)，稱取40 ± 1 g 之氫氧化鈉小粒，移入盛有50 ml 水之300 ml錐形瓶中，使之溶解，並冷卻至室溫，然後移入一容積為1000 ml 之量瓶中。繼用甲醇(95%)稀釋至標線位置，然後振盪使充分混合，將溶液靜置過夜，而於翌日過濾，其濾液盛入1 l 之瓶中備用。
- 校準與標定：調配二硫化碳與純化苯(不含二硫化碳)之混合液，使二硫化碳之濃度落在1.0至4.0 mg/kg之間，然後使之顯色，作成濃度對吸光度之檢量曲線(或表)。配製標準液時，可將二硫化碳盛於秤量球中稱取之，再置於純化苯中予以打破，然後用同等級之苯稀釋至適當濃度^{註(3)}。

註：(3) 稀釋時之濃度計算，可用秤量法，但為方便計，亦可使用容積法(即將所加稀釋劑(苯)之體積乘以苯之密度而得其重量)。

7. 檢驗步驟：

(共2頁)

公 佈 日 期 69年12月30日	經 濟 部 標 準 檢 驗 局 印 行	修 訂 日 期 年 月 日
----------------------	---------------------	------------------