

中華民國國家標準

CNS

## 鉻礦砂中之氧化鎂定量法

總號 1 2 3 1 8

類號 M 3 2 0 1

## Method of Determination for Magnesium Oxide in Chrome Ores

1. 適用範圍：本標準規定鉻礦砂中之氧化鎂定量方法。
2. 一般事項：定量方法共同之一般事項，依 CNS 12314 [鉻礦砂分析法通則] 之規定。
3. EDTA 滴定法
  - 3.1 方法概要：以硫酸及過氯酸分解試樣而將鉻氧化，使用氫氯酸將大部份之鉻變成氯氧化鉻揮發之。過濾二氧化矽，加過氧化氫還原濾洗液中之鉻，以氫氧化銨使鐵、鋁、鉻等沉澱，過濾之。將濾洗液之一定量分取 2 個，其中一個，以氫氧化鈉調節 pH，再以氰化鉀及氫氯酸脛胺隱蔽干擾元素後，以 NN 作為指示劑使用 EDTA 標準溶液滴定鈣。另一個分取液，以氯化銨緩衝溶液調節 pH，再以氰化鉀及氫氯酸脛胺隱蔽干擾元素後，以 EBT 作為指示劑，使用 EDTA 標準溶液滴定鎂與鈣之合量，減去鈣滴定量。
  - 3.2 試藥
    - (1) 氫氯酸
    - (2) 氫氯酸 (1+1)
    - (3) 硝酸
    - (4) 過氯酸
    - (5) 氫氟酸
    - (6) 硫酸 (1+1)
    - (7) 氫氧化銨
    - (8) 氫氧化銨 (1+1, 1+50)
    - (9) 氫氧化鈉溶液 [20% (W/V)]
    - (10) 過氧化氫 (1+9)
    - (11) 過硫酸銨
    - (12) 焦硫酸鈉
    - (13) 氯化銨溶液 [2% (W/V)]：以氫氧化銨使成微鹼性。
    - (14) 硝酸銨溶液 [2% (W/V)]：以氫氧化銨使成微鹼性。
    - (15) 緩衝溶液：溶解氯化銨 10 g 於氫氧化銨 500 mL 及水，稀釋成 1000 mL。
    - (16) 氰化鉀溶液 [10% (W/V)]
    - (17) 硫化鈉溶液 [10% (W/V)]
    - (18) 氫氯酸脛胺 (NH<sub>2</sub>OH · HCl) 溶液 [10% (W/V)]
    - (19) 0.05 M 乙二胺四醋酸二鈉 (C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>O<sub>8</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub> · 2H<sub>2</sub>O 18.612 g/L) 標準溶液：調製及標定方法，依 CNS 1518 [化學試藥 (容量分析用標準溶液調製及標定)] 第 2 (19) 節之規定。
    - (20) 藍光酸性鉻黑 T (Eriochrome black T, EBT) 溶液：調製及保存方法，依 CNS 1519 [化學試藥 (容量分析用指示劑)] 第 3 節之規定。
    - (21) 2-羥基-1-(2'-羥基-4'-磺基-1'-萘基偶氮)-3-萘酚酸 (NN) 指示劑：將 2-羥基-1-(2'-羥基-4'-磺基-1'-萘基偶氮)-3-萘酚酸 [2-hydroxy-1-(2'-hydroxy-4'-sulfo-1'-naphthylazo)-3-naphthoic acid, C<sub>21</sub>H<sub>14</sub>O<sub>7</sub>N<sub>2</sub>S] 1 分與硫酸鉀 200 分粉碎混合。
  - 3.3 試樣稱取量：稱取試樣 0.50 g 至 0.1 mg 之位數。
  - 3.4 操作
    - 3.4.1 試樣溶液之調製：稱取試樣 (第 3.3 節)，移至燒杯 (300 mL)，覆蓋表玻璃，加硫酸 (1+1) 20 mL 及過氯酸 15 mL，加熱使發生濃厚之白煙而分解之。若鉻被氧化而呈紅色，則邊繼續加熱邊加氫氯酸 2~3 mL，使鉻變為氯氧化鉻而揮發。繼續加熱而再將被還原之鉻氧化<sup>(1)</sup>，加氫氯酸 2~3 mL 而將鉻揮發。反覆施行此操作至不再發生氯氧化鉻之茶褐色氣體後，繼續加熱而使過氯酸之濃厚白煙發生約 10 分鐘。放冷後，加水約 100 mL 及氫氯酸 10 mL，加熱溶解可溶性鹽類，使用濾紙 (II F) 予以過濾，以溫水洗滌至酸消失。收集濾、洗液於燒杯 (300 mL)，作為主液保存之。  
註<sup>(1)</sup>：過氯酸因揮發而變為不足時，追加 5~10 mL 後處理之。

(共 2 頁)

公 布 日 期  
77 年 5 月 12 日

經 濟 部 標 準 檢 驗 局 印 行

修 訂 日 期  
年 月 日

印行日期94年10月

本標準非經本局同意不得翻印

甲4 (210×297)