

中華民國國家標準

CNS

礦砂中鈷定量法

(吸光光度法)

總號 7519

類號 M3057

Method for Determination of Cobalt in Ores (Absorptiometric Method)

1. 適用範圍：本標準規定以吸光光度法定量鈷含量未滿 0.5% 之礦砂中鈷含量。
2. 總則：
 - 2.1 試樣之稱取法及處理法：
 - 2.1.1 試樣之稱取要用化學天平。
 - 2.1.2 試樣將其粉碎通過 CNS 386 (試驗篩) 0.16 mm 乾燥後⁽¹⁾保存於玻璃乾燥器內供稱取之。
註：1. 此時得採用不乾燥稱取分析，同時另行測定水分再換算成無水分之數值。
 - 2.2 分析操作之注意事項：
 - 2.2.1 對同一試樣之分析須實施二次以上。
 - 2.2.2 分析時，須對全操作實施空白試驗，以修正含量。
 - 2.2.3 試藥要用純淨良好者，除特別規定者外，要用中國國家標準所規定者。
 - 2.2.4 分析用玻璃器具及陶瓷器類，除有特別規定者外，須用中國國家標準所規定者。
 - 2.3 分析之整理法：分析結果以百分率表示，依 CNS 2925 (規定極限值之有效位數指示法) 整理至小數點以下第二位。
3. 定量法：本定量法稱為吸光光度法。
 - 3.1 要點：將試樣⁽²⁾準用 CNS 7516 (礦砂中鈷定量法——重量法) 實施酸分解，加硫酸蒸發乾涸後加混合酸，溶解後稀釋，過濾不溶物，並稀釋至定量分取一定量之本溶液加醋酸鈉溶液及亞硝基R鹽溶液，使鈷顯色，其次添加硝酸去除鐵之影響後，稀釋至定量以測定其吸光度。
 - 3.2 操作：將試樣 0.5~2 g ⁽³⁾於燒杯 (200 ml) 稱取，用硝酸 15~20 ml 與鹽酸 10~15 ml，準用 CNS 7516 方法充分分解後加硫酸 (1+1) 10~15 ml，繼續加熱使蒸發乾涸，將其加入混合酸 (硫酸 3 + 磷酸 5 + 水 12) 10 ml 及水約 50 ml，加熱溶解可溶性鹽，過濾二氧化矽並用溫水充分洗淨之。
 冷卻後，將濾液移入於 200 ml 之量瓶以水正確稀釋成 200 ml。
 分取此溶液各 20 ml 於 (A)，(B) 2 個之燒杯 (200 ml)。順次加醋酸鈉溶液 (30%) 2.0 ml，亞硝基R鹽溶液 (0.5%) 10 ml ⁽⁴⁾於(A)，煮沸 1~2 分鐘，使鈷充分顯色將其加入硝酸 10 ml，再煮沸 1~2 分鐘，分解鐵等之錯鹽並冷卻至室溫，移入於 100 ml 之量瓶，用水正確稀釋成 100 ml。對(B)亦實施上述操作但不添加亞硝基R鹽溶液，以水正確稀釋成 100 ml。
 以(B)液為對照液，測定 530 nm 附近(A)之吸光度，由預先製成之檢量線⁽⁵⁾決定鈷之含量。
 註：2. 如試樣中含有鎳、銅等多量而有妨礙鈷顯色之慮時 (例如在顯色時之溶液中單獨含有鐵 50 mg，銅 20 mg 及鎳 20 mg 以上時，或共存鐵 50 mg，銅 10 mg 及鎳 10 mg 以上時) 須將試樣經酸分解後準用 CNS 7516 去除不純物，依 α -亞硝基- β -萘酚製成鈷之沉澱，將其依常法變成四氧化三鈷後，依本文實施操作。
 3. 調節試樣稱取量，使鈷含量為 1~4.5 mg。
 4. 此時之 pH 值為 5.5~6.0，但實施試樣之酸處理時，如硫酸，充分乾涸，即 pH 值變小要加以注意，此時要用氨水 (1+10) 調節 pH 值。
 5. 檢量線之製成：有規律地取鈷標準溶液 (20 $\mu\text{gCo/ml}$) 於數個燒杯 (200 ml) 使鈷含量於 μg 之範圍內，加混合酸 (硫酸 3 + 磷酸 5 + 水 12) 1 ml 及醋酸鈉溶液 (30%) 20 ml，加水 0~250 使全液量成約 50 ml，加亞硝基R鹽溶液 (0.5%) 10 ml，以下準用本文使其顯色，以水為對照液測定 530 nm 附近之吸光度，製成鈷含量與吸光度之關係線，作為檢量線。
 鈷標準溶液之調製：稱取金屬鈷 (99.5%以上) 正確等於鈷 1 g 之量，小心溶解於硝酸 (1+1) 20 ml，冷卻至室溫移入於 1 l 之量瓶，以水正確稀釋成 1 l，將此溶液 20 ml 分取於 1 l 之量瓶，以正確稀釋成 1 l。此溶液 1 ml 相當於 20 μg 之鈷。
 - 3.6 許可差：對同一試樣同一人之反覆分析結果之差，如在下列許可差之範圍外時，須實施再分析。

(共 2 頁)

公布日期
70年6月18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)