

中華民國國家標準

CNS

礦砂中鈷定量法

(極譜分析法)

總號 7518

類號 M3056

Method for Determination of Cobalt in Ores (Polarographic Method)

1. 適用範圍：本標準規定以極譜分析法定量鈷含量 0.1~2.0% 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 分析值之整理法：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：本定量法稱為極譜分析法。
 - 3.1 要點：準用 CNS 7516 (礦砂中鈷定量法——重量法) 將試樣處理所得之四氧化三鈷溶解於鹽酸加氨水使成鹼性，以極譜儀定量鈷。
 - 3.2 操作：以 CNS 7516 所得之四氧化三鈷⁽²⁾於鹽酸 (1+1) 約 5 ml 中溶解加硫酸 (1+1) 2~3 滴，蒸發乾涸之。將其溶解於鹽酸 (1+1) 15 ml，加水移入於燒杯 (200 ml) 以氨水中和後加 7 ml 過量及白明膠溶液 (2%) 5 ml 或 C. M. C. (羧甲基纖維素鈉) 溶液 (0.2%) 5 ml 冷卻至室溫後移入於 100 ml 之量瓶，加水使成 100 ml 之液量。
取此溶液之一部份依常法驅除溶存氧氣後，取 -1.1~-1.6V 間之始末電壓，測定發生於鈷之半波電位位置⁽³⁾之波高，扣除空白試驗值，依檢量線⁽⁴⁾算出鈷之含量。
註：2. 試樣中鈷含量在未滿 0.5% 者須實施下列之操作。
試樣 1~5 g (調節試樣稱取量使鈷含量為 10~30 mg) 於燒杯 (300 ml)，用硝酸 20~40 ml 與鹽酸 15~25 ml 準用 CNS 7516 之方法充分分解後，繼續加熱蒸發乾涸 (矽酸含量多時，須反覆添加鹽酸並蒸發乾涸，將矽酸完全脫水) 加鹽酸 20 ml 與溫水 50 ml 加溫溶解可溶性鹽，過濾二氧化矽等，並用溫水充分洗淨。濾液及濾洗液要加熱蒸發成約 20 ml，用流水冷卻後用少量之鹽酸 (1+5) 移入分液漏斗 (250 ml) 加乙醚鹽酸 (乙醚鹽酸製造法為裝鹽酸於燒瓶邊用流水冷卻邊澆加少量之乙醚，振盪混合直至飽和為止) 20~30 ml 與乙醚 50 ml，依常法振盪混合後靜置，將分離成二層之下層鹽酸溶液小心分取於原來之燒杯，靜置稍許後，分取聚集於下層之鹽酸溶液，澆加洗淨用乙醚鹽酸 [洗淨用乙醚鹽酸製造法係將鹽酸 (1+1) 裝於燒瓶，邊用流水冷卻邊澆加少量之乙醚，振盪混合直至飽和為止] 3~5 ml 於分液漏斗振盪混合，此洗滌操作須反覆實施合併所有鹽酸溶液。
鹽酸溶液須在水浴上小心加溫，揮散溶存於液中之乙醚後，使液量為約 150 ml 保持液溫約為 80°C 之下置入硫化氫 (如不含有砷及銅等時，得省略硫化氫處理)，使砷等沉澱後加以過濾，以下之操作準用 CNS 7516 之依氧化鋅乳液處理及 α -亞硝基- β -萘酚溶液等實施沉澱操作，並在瓷坩堝內強熱成爲四氧化三鈷。
3. 依本法處理時之鈷半波電位為約 -1.3V。
4. 檢量線之製成：有規律地取鈷標準溶液 (1 mgCo/ml)，於數個燒杯 (100 ml) 中使鈷含量於 0~2.0 mg 之範圍內，添加鹽酸 (1+1) 15 ml，以氨水中和後加 7 ml 過量，以下準用本文操作製成鈷含量與波高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，於硝酸 (1+1) 20 ml 中小心溶解，加硫酸 (1+1) 10 ml，加熱蒸發乾涸，將其溶解於溫水約 50 ml，於室溫放冷後移入於 1 l 之量瓶，加水使正確成 1 l 液量。
此溶液 1 ml 相當於 1mg 之鈷。

(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)