

中華民國國家標準

CNS

鐵礦中銅定量法

(雙環己酮乙二醯二脒(BCOD)吸光光度法)

總號 8047

類號 M3079

Method for Determination of Copper in Iron Ores (BCOD Absorptiometric Method)

1. 適用範圍：本標準規定銅含量未滿1%之鐵礦中銅定量法。
2. 一般事項：定量法通用之一般事項，依 CNS 5376 (鐵礦分析法總則) 之規定。
3. 定量法：本定量法稱為雙環己酮乙二醯二脒 (BCOD) 吸光光度法。
 - 3.1 要點：用鹽酸分解試樣，加硝酸及過氯酸，加熱至發生白煙。加水溶解鹽類，過濾不溶解殘渣，保留濾液為主溶液。將不溶解殘渣實施氫氟酸處理，加焦硫酸鈉熔解，將融塊放入主溶液溶解之。加檸檬酸以隱蔽鐵等，加氨水調整 pH，加乙醇以安定顯色，用 BCOD 使銅顯色，測定其吸光度。
 - 3.2 試藥：試藥如下所示。
 - (1) 鹽酸。
 - (2) 硝酸。
 - (3) 過氯酸。
 - (4) 氫氟酸。
 - (5) 硫酸 (1+1)。
 - (6) 氨水 (1+1)。
 - (7) 焦硫酸鈉。
 - (8) 檸檬酸溶液 [(50%) w/v]。
 - (9) 乙醇 [(95%) w/v]。
 - (10) BCOD [Bis-(cyclohexanone) oxalyl-dihydrazone] 溶液：稱取 BCOD ($C_{14}H_{22}O_2N_4$) 0.5 g，加少量水，以玻璃棒充分搗碎之。加乙醇 50 ml 及約 60°C 之熱水 400 ml，攪拌溶解，冷卻後加水調整液量為 500 ml，如有不溶解殘渣，則過濾後方可使用。此溶液在調製後約 1 個月仍為安定。
 - (11) 脫銅過氯酸鐵溶液 (6 mg Fe/ml)：稱取電解鐵 0.6 g 於燒杯 (300 ml)，加鹽酸 20 ml，覆蓋鈹玻璃，滴加過氧化氫水 (30%) 分解之。然後加過氧化氫水 (30%) 5 ml 過量，加熱濃縮至約 5 ml。冷卻後使用鹽酸 (10+6) 25 ml，將此溶液移至分液漏斗內，加甲基異丁酮 (MIBK, Methyl isobutyl ketone) 30 ml，搖動混合約 1 分鐘後靜置之。待分離為二層後，將下層 (即水溶液層) 放掉，加水 20 ml 於分液漏斗內，搖動混合約 1 分鐘，靜置至分離為二層後，移水溶液層於原來之燒杯。再加水 10 ml 於分液漏斗，實施同樣的操作，收集水溶液層於同一燒杯。加鹽酸 10 ml 於此燒杯，加熱揮散大部份有機物後，加硝酸 5 ml 及過氯酸 20 ml 加熱蒸發至發生濃厚的白煙而燒杯內部變為透明，繼續加熱約 3 分鐘，冷卻後加水溶解鹽類，加水調整液量為 100 ml。
 - (12) 銅標準溶液 (20 μ g Cu/ml)：稱取標準銅 (容量分析用標準試藥) 0.200 g 於燒杯 (300 ml) 覆蓋鈹玻璃，加硝酸 (1+1) 20 ml 分解，加熱以除去氮的氧化物 (NO_x) 後冷卻之。將此溶液移至容量 1000 ml 之量瓶，加水稀釋至標線，作為原液然後分取 25 ml 於容量 250 ml 之量瓶，加水稀釋至標線。
 - (13) 酚酞溶液 [(0.2%) w/v, 95% 乙醇溶液]。
 - 3.3 試樣稱取量：視銅含量多寡，依 (表 1) 之標準稱取試樣。

表 1

銅 含 量 (%)	試樣稱取量 (g)
未滿 0.2	0.5000
0.2 以上未滿 1	0.1000

(共 2 頁)

公 布 日 期
70 年 10 月 23 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)