

中華民國國家標準	礦砂中硒定量法	總號	1 1 8 3 8
CNS		類號	M 3 1 8 7

Method of Determination for Selenium in Ores

1. 適用範圍：本標準規定礦砂中之硒定量法。
2. 試樣稱量法及處理法
 - 2.1 試樣以化學天平稱量之。
 - 2.2 將試樣粉碎使通過 150 μm CNS 386 [試驗篩]，乾燥後保存於玻璃乾燥器中。
3. 分析操作上之注意事項
 - 3.1 對於同一試樣須作 2 次以上之分析。
 - 3.2 當分析時，須對於整個操作施行空白試驗，以校正含量。
 - 3.3 試藥須使用品質優良者，若未特別規定，使用中國國家標準所規定者。
 - 3.4 分析用玻璃器具及陶瓷器類，若未特別規定，使用中國國家標準所規定者。
4. 分析值之修整法：分析結果係以百分率表示，依 CNS 2925 [規定極限值之有效位數指示法] 之規定修整至小數點以下第 3 位。
5. 定量方法
 - 5.1 方法之種類：礦砂中之硒定量法，依下列方法中之一種。
 - (1) 吸光光度法
 - (2) 極譜圖分析法
 - 5.2 吸光光度法
 - 5.2.1 方法概要：以硝酸分解試樣後分取其一定量，加 EDTA 溶液，使用氫氧化鉍及蟻酸調整 pH，加 3,3'-二胺基聯苯胺溶液使之顯色。再加氫氧化鉍調整 pH，以甲苯萃取硒，依常法測定吸光度。
 - 5.2.2 操作
 - (1) 稱取試樣 0.5~1.0 g，移至燒杯(約 300 ml)覆蓋表玻璃，小心加硝酸約 30 ml⁽¹⁾，徐徐加熱分解，而濃縮至約 5 ml⁽²⁾。
 - (2) 加少量水過濾於 100 ml 之量瓶，以水洗淨後正確稀釋至標線，充分振盪混合之。
 - (3) 分取此溶液之適量⁽³⁾於燒杯(約 200 ml)，加 0.1 M EDTA 溶液 15 ml⁽⁴⁾ 及水使液量為 30~40 ml⁽⁵⁾，使用氫氧化鉍及蟻酸精確調整 pH 為 2.5⁽⁶⁾，加 3,3'-二胺基聯苯胺溶液⁽⁷⁾ 2 ml，搖動混合後放置 40 分鐘。
 - (4) 加氫氧化鉍將 pH 調整為約 6，移至分液漏斗(約 150 ml)，加水使液量為約 50 ml⁽⁸⁾。
 - (5) 正確加甲苯⁽⁹⁾ 10 ml，激烈振盪混合約 30 秒鐘，放置片刻使水與甲苯兩液層分離，使用光度計波長 420 nm 附近測定甲苯溶液⁽¹⁰⁾ 之吸光度。
 - (6) 依據事先製成之檢量線⁽¹¹⁾ 算出硒含量。

註(1)：試樣為氧化物而不易溶解於硝酸時，添加氫氯酸。

(2)：將游離出來之硫儘可能溶解。

(3)：使分取量中含硒 5~20 μg 。分取量為約 25 ml 以上時，蒸發至 25 ml 以下。但銀之存在為 500 μg 以上時，會對於吸光度產生正誤差，故試樣中含多量銀時，加氫氯酸(1+1) 數滴，使成 100 ml，充分振盪混合後靜置而使氯化銀沉澱物沉降，分取其上澄液之適量。

(4)：含多量鐵等之鹽類而 EDTA(乙二胺四醋酸二鈉)為不足時，再添加之。

(5)：此時硫酸鹽之 SO_4^{2-} 之存在為 150 mg 以上時，加氯化鉍約 5 g。

(6)：使用氫離子計(pH meter)。

(7)：使用 3,3'-二胺基聯苯胺四氫氯酸(3,3'-diaminobenzidine tetrahydrochloride, $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{N}_4\text{Cl}_4$) 之 0.5% 水溶液。本溶液於使用時調製之。

(8)：宜常使液量為一定。

(9)：可使用苯代替甲苯。

(10)：此溶液發生混濁時，使用乾燥濾紙過濾之。

(11)：檢量線之製作：精確稱取硒標準溶液 0.5~3 ml 於燒杯(200 ml)，加 0.1 M EDTA 溶液 15 ml，以下操作依照本標準條文之規定施行，依常法製成檢量線。

(共 2 頁)

公 布 日 期 76 年 2 月 17 日	經 濟 部 標 準 檢 驗 局 印 行	修 訂 日 期 年 月 日
--------------------------	---------------------	------------------