

中華民國國家標準

CNS

礦砂中鉕定量法

總號 11842

類號 M3191

Method of Determination for Yttrium in Ores

1. 適用範圍：本標準規定礦砂中之鉕定量方法。
2. 一般事項：分析方法共同之一般事項，依 CNS 9179 [化學分析通則] 之規定。
3. 試樣及其稱量法
 - 3.1 試樣：將依照 CNS 7280 [銅、鉛、鋅、錫、金、銀等礦砂之採樣法] 所採取之試樣調製成使通過 106 μm CNS 386 [標準篩]，在 105~110°C 之電恆溫乾燥器中乾燥約 2 小時，於玻璃乾燥器內放冷至室溫，而作為成分分析試樣。
 - 3.2 試樣稱量法：成分分析試樣，使用化學天平稱取至 1 mg 之位數。
4. 分析值之修整法：分析結果以氧化鉕之百分率表示，依 CNS 2925 [規定極限值之有效位數指示法] 修整至小數點以下第 1 位。
5. 定量方法
 - 5.1 方法之種類：鉕之定量方法，依下列方法中之一種。
 - (1) 螢光 x 射線溶液法
 - (2) 螢光 x 射線固體法：本方法適用於明確能適用以鋇作為內標準之定量方法之精砂試樣⁽¹⁾。
註⁽¹⁾：適用以鋇為內標準之定量方法之必須條件為，試樣不含鋇，及試樣中之鉕以外之共存元素，對於鋇 $K\alpha-1$ 次射線及鉕 $K\alpha-1$ 次射線無光譜線重疊之干擾。是否已滿足此條件，可在定量分析之前，實施螢光 x 射線之定性分析，以確定之。
 - 5.2 螢光 x 射線溶液法
 - 5.2.1 方法概要：以硫酸分解試樣，加草酸使總稀土族沉澱，過濾後，加以灼熱使變成氧化物，然後溶解於氫氯酸，加硝酸鋇，使用螢光 x 射線分析裝置測定鉕 $K\alpha-1$ 次射線與鋇 $K\alpha-1$ 次射線之強度比，依內標準法定量之。
 - 5.2.2 試藥
 - (1) 氫氯酸
 - (2) 氫氯酸 (1+1)
 - (3) 硫酸
 - (4) 硫酸 (1+50)
 - (5) 草酸 (結晶)
 - (6) 草酸溶液 [3% (W/V)]
 - (7) 氫氧化銨 (1+1)
 - (8) 過氧化氫 [30% (W/V)]
 - (9) 酒石酸溶液 [2% (W/V)]
 - (10) 硫代乙醯胺 (Thioacetamide) 溶液 [2% (W/V)]
 - (11) 內標準用鋇溶液：將硝酸鋇 (無水) 在 110°C 乾燥，於玻璃乾燥器中放冷，稱取其 12.077 g，溶解於水 500 ml，移至 1000 ml 之量瓶，加水至標線，振盪混合之。本溶液 1 ml 中含鋇 5 mg。
 - (12) 氧化鉕：在使用時，先將純度 99.9% 以上者於 800°C 灼熱，在玻璃乾燥器中放冷之。
 - 5.2.3 試樣稱取量：稱取試樣 0.5 g。
 - 5.2.4 操作
 - (1) 稱取試樣，移至高型燒杯 (100 ml)，加硫酸 5 ml，充分搖動混合後，覆蓋表玻璃，在砂浴上邊偶爾搖動混合邊保持於 250~300°C⁽²⁾，加熱分解 1 小時⁽³⁾⁽⁴⁾。
 - (2) 將其冷卻至室溫，使用酒石酸溶液 100 ml 移入燒杯 (300 ml)。加水稀釋至約 150 ml，加硫代乙醯胺溶液 20 ml 而煮沸 2~3 分鐘。靜置後，使用濾紙 (II F) (CNS 5038 [化學分析用濾紙]) 過濾。以硫酸 (1+50) 充分洗淨之。
 - (3) 以每次添加少量之方式加草酸 8 g 於濾液及洗液，充分攪拌混合而溶解草酸後，以氫氧化銨 (1+1) 使 pH 為 1.2-1.4⁽⁵⁾。於水浴上加溫 1 小時，靜置 1 夜⁽⁶⁾。
 - (4) 使用濾紙 (IIG) 過濾沉澱物，以草酸溶液洗滌數次後，連濾紙一併移至坩堝，乾燥、灰化之。
(共 3 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

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)