

中華民國國家標準

CNS

錳礦中鐵定量法

(重鉻酸鉀滴定法)

總號 7830

類號 M3065

Method for Determination of Iron in Manganese Ores
(Potassium Dichromate Titration Method)

1. 適用範圍：本標準規定重鉻酸鉀滴定法定量錳礦中鐵含量。
2. 一般事項：定量法通用之一般事項依 CNS 284 (錳礦分析法總則) 之規定。
3. 定量法：本定量法稱為重鉻酸鉀滴定法。
 - 3.1 要點：將試樣以鹽酸分解，過濾殘渣後將濾液保存作為主液，殘渣經氫氟酸處理揮散二氧化矽後，以焦硫酸鉀融解，並將融成物以含有少量鹽酸之溫水溶解，將其溶液加氨水使其成為弱鹼性沉澱氫氧化鐵並予過濾後，將其用鹽酸溶解合併於主液。加氯化亞錫還原其鐵，再加氯化汞氧化過剩之亞錫，並加混合酸以調節酸之濃度後加二苯胺磺酸鈉為指示劑以重鉻酸鉀標準溶液滴定。
 - 3.2 試藥
 - (1) 鹽酸
 - (2) 鹽酸 (1+10, 1+20, 1+50)
 - (3) 氫氟酸 (46%)
 - (4) 硫酸 (1+1)
 - (5) 混合酸 (硫酸 3, 磷酸 3, 水 14)
 - (6) 氨水
 - (7) 氯化亞錫溶液：將鹽酸 200 ml 放進燒杯 (1000 ml)，在水浴上加熱中一點點地加氯化亞錫 ($S_nCl_2 \cdot 2H_2O$) 至加足 100 g 予以溶解，冷卻後並加冷水稀釋成 1000 ml。
此溶液再加少量之粒狀或花瓣狀金屬錫後放進褐色瓶保存。
 - (8) 氯化汞溶液 (飽和，約 5% w/v)
 - (9) 焦硫酸鉀
 - (10) 0.1N 重鉻酸鉀標準溶液 (4.903 g/l $K_2Cr_2O_7$)：正確量取重鉻酸鉀 (容量分析用標準試藥) 4.903 g，加水約 100 ml 溶解，移進 1000 ml 之量瓶，加水稀釋至標線並搖動混合，此時以標準試藥所表示的純度作為對於 0.1N 之修正因素予以使用而不作標定。
 - (11) 二苯胺磺酸鈉溶液：將二苯胺磺酸鈉 0.2 g 溶解於少量之水，加水使其成為 100ml。此溶液以褐色瓶保存。
 - 3.3 試樣稱取量：試樣稱取 1.0 g
 - 3.4 操作
 - (1) 正確稱取試樣於燒杯 (300 ml)，覆蓋錶玻璃，加鹽酸 30 ml 緩慢加熱分解之，停止加熱後加溫水使液量成為約 50 ml，不溶解之殘渣用濾紙 (II F) 過濾，用溫鹽酸 (1+50) 洗淨至濾紙檢不出氯化鐵之黃色為止，再用溫水作 6~8 次之洗淨。濾液收集於燒杯 (500 ml) 加熱濃縮作為主液予以保存。
 - (2) 殘渣與濾紙一起放進白金坩堝，乾燥後，強熱灰化，冷卻後，殘渣以硫酸 (1+1) 使之濕潤，加氫氟酸約 5 ml，緩緩加熱以揮散二氧化矽與硫酸。冷卻後加焦硫酸鉀約 3 g，最初緩慢加熱後漸漸提高溫度加熱至暗赤熱狀，融解殘渣。冷卻後將白金坩堝放進燒杯 (300 ml)，加溫水約 100 ml 與鹽酸 5 ml 緩緩加熱溶解融成物後，用溫水洗白淨金坩堝後取出。將此溶液加少量氨水便成微鹼性，並加熱作短暫煮沸後停止加熱，待沉澱沉降後將氫氧化鐵之沉澱用濾紙 (II E) 過濾並用溫水洗淨數次，此時之濾液及洗淨液須捨棄。從濾紙上灌注熱鹽酸 (1+2) 以溶解沉澱，最初用溫鹽酸 (1+50) 洗淨數次，次用溫水洗淨至洗液不含酸為止。濾液與(1)保存之主液合併。
 - (3) 將此溶液加熱蒸發使液量成約 20 ml，趁熱用少量之熱鹽酸 (1+10) 洗掉附着於燒杯內壁之氯化鐵，並立即邊滴加氯化亞錫邊緩慢搖動之，俟氯化汞之黃色消失再滴加 1 滴之過量，用冷水充分冷卻，再一次添加氯化汞溶液 8 ml 後立即搖動混合，放置約 5 分鐘。
 - (4) 將此溶液加混合酸 30 ml，加水使成約 300 ml，加二苯胺磺酸鈉數滴立即以 0.1N 重鉻酸鉀標準溶液滴定，接近終點時溶液之綠色會變成藍綠色，以最後之 1 滴呈紫色為終點。

(共 2 頁)

公布日期
70 年 8 月 20 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)