

中華民國國家標準

**CNS****錳礦中氧化鈣定量法**

(過錳酸鉀滴定法)

總號 7835

類號 M3070

Method for Determination of Calcium Oxide in Manganese Ores  
(Potassium Permanganate Titration Method)

1. 適用範圍：本標準規定過錳酸鉀滴定法定量錳礦中氧化鈣含量。
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：本定量法稱為過錳酸鉀滴定法。
  - 3.1 要點：將試樣以鹽酸及過氧化氫分解後，以硫酸置換並加亞鐵後，依磁力汞陰極電解法分離大部份之鐵及錳等。將其溶液加氯化銨，用氨水使其成弱鹼性後，再加過硫酸銨與氨水以完全分離錳、鐵、鉛、鈦等，次加草酸銨使鈣成爲草酸鈣沉澱過濾，以過錳酸鉀滴定。
  - 3.2 試藥：
    - (1) 鹽酸。
    - (2) 鹽酸 (1 + 1)。
    - (3) 硫酸 (1 + 1, 1 + 19, 1 + 50)。
    - (4) 過氧化氫 (30%)。
    - (5) 氨水。
    - (6) 氨水 (1 + 1, 1 + 50)。
    - (7) 氯化銨。
    - (8) 草酸銨溶液 [(4%)w/v]。
    - (9) 硫酸銻。
    - (10) 硫酸亞鐵銨溶液：將硫酸亞鐵銨  $[\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$  20 g 溶解於適量之水，加硫酸 (1 + 1) 2 ml 後，加水使成 100 ml。
    - (11) 過硫酸銨。
    - (12) 甲基紅溶液 [(0.2%)w/v, 乙醇溶液]。
    - (13) 氫氟酸 (46%)。
    - (14) 過硫酸鈉。
    - (15) 0.1 N 過錳酸鉀標準溶液 (3.161 g/l  $\text{K MnO}_4$ )：調製及標定法依 CNS \_\_\_\_\_ (試藥之含量試驗中有關滴定之基本事項) 之溶液之調製、標定及保存法實施。
  - 3.3 試樣稱取量：試樣稱取 0.50 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 20 ml 及過氧化氫 5 ml 加熱分解。加硫酸 (1 + 1) 5 ml 加熱蒸發，使激烈發生硫酸白烟 10 分鐘後冷卻之。
    - (2) 加溫水約 80 ml 加熱溶解可溶性鹽後，立即用濾紙 (II F) 過濾<sup>(1)</sup>，並用溫水充份洗淨。
    - (3) 將濾洗液移至燒杯 (300 ml)，調節液量成約 120 ml，冷卻後加硫酸亞鐵銨溶液 5 ml，並用水洗移至磁力汞陰極之電解槽 (300 ml) 實施電解<sup>(2)</sup>。  
電解中錳被氧化爲高錳酸之紫紅色時，加少量硫酸銻予以還原，並繼續電解。溶液中如有鐵之黃綠色褪色後，分數次加入硫酸亞鐵銨溶液 5 ml，再繼續電解到溶液變爲無色後約 10 分鐘停止電解，將此溶液洗入原來燒杯內<sup>(3)</sup>。
    - (4) 加氯化銨 1 g 與甲基紅溶液 2~3 滴後，加氨水中和，再加過硫酸銨 1 g 與氨水 5 ml，煮沸約 5 分鐘，用濾紙 (II G) 過濾，用溫氨水 (1 + 50) 充份洗淨。
    - (5) 將濾洗液移至燒杯 (500 ml)，加鹽液使成酸性，煮沸約 10 分鐘後，加溫草酸銨溶液 100 ml 與氨水 (1 + 1) 使成弱鹼性，煮沸約 2 分鐘後靜置一夜時間。
    - (6) 用濾紙 (II G) 過濾沉澱，以冷水充份洗淨。
    - (7) 於濾紙上之沉澱灌注溫硫酸 (1 + 19) 100 ml，以溶解沉澱，並用溫水充份洗淨。
    - (8) 加溫水使液量成約 200 ml，加熱保持 60~80°C，用 0.1 N 過錳酸鉀標準溶液滴定，以最後之 1 滴溶液呈微紅色之點作爲終點。

(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)