

中華民國國家標準

CNS

鉛 錠 分 析 法

總號 11112

類號 H2071

Methods of Chemical Analysis for lead Ingot

1. 適用範圍：本標準規定 CNS 7 鉛錠中化學成分（銀、銅、鉍、銻、砷、錫、鐵、銻）之分析方法。
2. 一般事項：分析方法中通用之一般事項依 CNS 9179 化學分析通則、CNS 6494 吸光光度分析法通則及 CNS _____ 原子吸光分析方法總則之規定。
3. 分析試樣之採取及處理方法
 - 3.1 試樣之採取方法
 - (1) 試樣之採取法原則上依 CNS 4196 基體金屬之試驗及檢驗通則之規定，但用鑽具鑽取之試樣，須用乾淨之剪刀切斷成大小約 5 mm 以下。
 - (2) 試樣之採取法不能依上述規定實施時，由買賣雙方協議另定之。
 - 3.2 試樣之處理方法
 - (1) 分析試樣，為防止被異物污染，須裝入附有適當蓋子之玻璃容器，密封保存之。
 - (2) 分析試樣，如其表面有附著油等之虞時，須預先用純淨之乙醇或乙醚洗淨去除之。
 - (3) 在調製試樣時，若所使用機械之鐵分會污染試樣或有污染試樣之疑慮，鐵分定量用試樣，須預先作下述處理。取分析試樣之需要量於燒杯中，加鹽酸（1+10）至試樣淹沒之程度，加熱之而煮沸 5 分鐘，或於 80°C 加熱約 30 分鐘。溶解附着於表面或混進之鐵分後，水洗，再用純淨之乙醇及乙醚進一步洗淨乾燥之。
 - 3.3 試樣之稱取方法
 - (1) 稱取分析試樣時，須充分混合，注意使所取試樣能代表平均組成。
 - (2) 原則上採用化學天平稱取試樣。
4. 分析值之表示法及操作上應注意事項
 - 4.1 分析值之表示法：分析值以百分率表示之，計算至 CNS 7 鉛錠所規定之數值有效最低位之次一位，再依 CNS 2925 規定極限值之有效位數指示法整理至所規定之位數。
 - 4.2 操作上應注意事項
 - (1) 對於同一試樣實施 2 次以上分析，以證實分析結果。
 - (2) 分析時，必須對全操作實施空白試驗，以校正測定值。
 - (3) 在原子吸光法測定吸光度時，如無特別規定者火焰要用空氣—乙炔焰。但如確認可滿足其精密度及準確度時，亦可採用空氣—氫或其他種類之火焰。
5. 銀定量分析方法
 - 5.1 種類
 - (1) 乾式試金法：本法適用於銀含量 0.00005 % 以上之試樣。
 - (2) 狄西脛 (Dithizone) 銅吸光光度法：本法適用於銀含量 0.0001 % 以上之試樣。
 - (3) 原子吸光法：本法適用於銀含量 0.0002 % 以上之試樣。
 - 5.2 乾式試金法
 - 5.2.1 原理：將試樣移入燒熔皿，散布少量之試金用二氧化矽及硼砂玻璃等量混合物，裝入於已預熱之高溫電爐 (Muffle furnace) 內使其熔融後，使流入少量之空氣將試樣之大半熔渣化，澆鑄於鐵製鑄模內製成約 30 g 之鉛鈕，然後實施除鉛操作 (cupellation) 以試金天平稱其所得銀粒之質量。
 - 5.2.2 試藥
 - (1) 試金用二氧化矽：使用已粉碎之二氧化矽，(95%以上) 通過 CNS 386 試驗篩 150 μ m (相當於 100 篩目) 之細粉者，但在使用前需確認其銀含量。
 - (2) 硼砂玻璃：硼砂玻璃，將硼酸鈉 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7, 10\text{H}_2\text{O}$) 在乾淨之鐵板上煨燒後融化於石墨坩堝或鐵製坩堝內，然後倒至乾淨之鐵板上，冷卻後加以粉碎並通過 CNS 386 試驗篩之 425 μ m (相當於 40 篩目) 之細粉。
 - 5.2.3 試樣稱取量：稱取試樣 100 g 精秤至 0.1 g。
 - 5.2.4 操作

(共15頁)

公布日期
73年11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)

- (1) 將試樣秤取於燒熔皿⁽¹⁾散布約 1 g 之試金用二氧化矽與硼砂玻璃之等量混合物，裝入於已預熱至約 1000°C 之高溫電爐內關閉爐門加熱，使充分溶解之。
- (2) 約經 5 分鐘後稍開爐門，使空氣流入溫度下降至約 900°C 以防止燒熔皿過度被侵蝕，並將試樣之大半熔渣化。
- (3) 待表面之圓圈消失後，再經數分鐘，即關閉爐門使溫度上升至約 950°C 約 5 分鐘後取出燒熔皿，將皿中之熔化物，緩慢搖轉數次，以聚集鉛粒，再緩慢澆鑄於鐵鑄模⁽²⁾之中心部。
- (4) 冷卻後取出鉛鈕⁽³⁾用鎚及錘子敲打之，盡可能在去除熔渣中打成立方體。
- (5) 將鉛鈕迅速裝入於已在高溫電爐內，約 850°C 預熱 5 分鐘之骨灰皿⁽⁴⁾中，並關閉爐門加熱至約 820°C 而調節通風，使約 30g 之鉛鈕能在約 45 分鐘內，可完成除鉛操作⁽⁵⁾，用經預熱之新骨灰皿蓋覆，完成除鉛操作之骨灰皿，緩慢取出放冷之。
- (6) 冷卻後取出銀粒，使用刷子完全刷落附著之骨灰，用鎚子輕打成薄片，以試金天平秤量之。

5.2.5 計算：試樣中之銀含量以下式算出⁽⁶⁾。

$$\text{銀 (\%)} = \frac{W_1 + W_2}{W} \times 100$$

上式之 W_1 ：銀粒之質量 (g)

W_2 ：校正量 (g)

W ：試樣秤取量 (g)

- 註：(1) 燒熔皿為粘土質，原則上採用高約 25mm，內徑 60mm，容量 30 ml 者。
- (2) 鐵鑄模要用徑 40 mm，深 25 mm 之有錐形圓底之孔者，但在使用前，須預先處理乾淨加熱至約 100°C，塗抹少量之機械油或氧化鐵後充分乾燥之。
- (3) 鉛鈕之質量定為 30 g，如過大時須反復第 5.2.4 (1)~(3) 節之步驟使成約 30g。
- (4) 骨灰皿通常約為 50 g，使用製造後至少經過自然乾燥 3 個月以上者。骨灰須用經粉碎通過 CNS 386 試驗篩之 300 μm (相當於 50 篩目) 之粒度，並不含有碳酸鹽之純淨者。將此骨灰加水約 8% 製成骨灰皿使用。但可混合 20% 以下之水泥使用。
- (5) 特殊光澤消失之時，即為除鉛操作之終點。
- (6) 依本法時，因有相當之銀損失，故須實施熔渣及除鉛操作後之骨灰皿之再試金，以回收銀作為校正值。

5.3 狄西脛 (Dithizone) 銅吸光光度法

5.3.1 原理：試樣溶解於硝酸後，分取之溶液之一定量，稀釋於水後，加狄西脛 (Dithizone) 銅四氯化碳振盪混合，使狄西脛銅錯鹽之銅與銀置換，測定殘存之狄西脛銅錯鹽之吸光度。

5.3.2 試藥

- (1) 硝酸 (1+4)
- (2) 狄西脛銅四氯化碳溶液：將銅 (99.9% 以上) 0.500g 溶解於硝酸 (1+1) 10 ml 及硫酸 (1+3) 10ml，加熱蒸發乾涸之，放冷後溶解於水，移入 500ml 之容量瓶，用水稀釋至標線，取此溶液之 1 ml (相當於銅量 1 mg) 於分液漏斗 (100 ml) 加硫酸 (1+3) 0.5 ml 與水 20 ml，其次狄西脛四氯化碳溶液 (狄西脛 5 mg/100ml) 50 ml 激烈振盪混合靜置使分離成二層後，將四氯化碳層移入別的分液漏斗 (100ml)，加水約 20ml 振盪混合而洗淨之。將其靜置分離為二層後，將四氯化碳層移入乾淨之容器，加約 2 倍量之四氯化碳稀釋之⁽²⁾。本溶液須於每次使用時配製之。
- (3) 四氯化碳：必要時，加氧化鈣實施再蒸餾精製之。
- (4) 銀標準溶液 (Ag 1 $\mu\text{g}/\text{ml}$)：將銀 (99.9% 以上) 0.100g 溶解於硝酸 (1+1) 20 ml¹，冷卻後移入 1,000 ml 之容量瓶，用水稀釋至標線。本溶液須裝入褐色瓶內保存之。於每次使用時，只取出其必要量用水正確稀釋成 100 倍作為標準銀溶液。

狄西脛 [Dithizone; 二苯基代硫羧醯二脛 (Diphenylthiocorbazone)]。

註：(1) 將二苯硫味啉 (Dithizon) 50 mg 溶解於四氯化碳 100 ml，用氨水 (1+10) 及鹽酸 (1+10) 作反覆萃取洗淨之操作加以精製，作為保存原液，於每次使用時，用四氯化碳稀釋成 10 倍。

(2) 本溶液在波長 540 nm 附近之吸光度為 0.6~0.7。

5.3.3 試樣秤取量：秤取試樣 10 g，精秤至 10 mg。

5.3.4 操作

- (1) 秤取試樣於燒杯 (300 ml) 用錶玻璃覆蓋，加硝酸 (1+4) 70ml，緩慢加熱分解後，再加熱蒸發濃縮⁽³⁾至接近乾涸程度。
- (2) 放冷後加水約 30 ml 溶解後，移入 100 ml 之容量瓶，用水稀釋至標線。由本溶液正確分取其 20 ml⁽⁴⁾於分液漏斗 (100ml)。

- (3) 加水稀釋成 50ml 液量⁽⁵⁾，正確加狄西脲銅四氯化碳溶液 10 ml，激烈振盪混合約 2 分鐘，靜置使分離成 2 層。
- (4) 去除四氯化碳層之水分⁽⁶⁾，取其一部份於光度計之吸收槽內，測定波長 540 nm 附近之吸光度，從同一波長處之狄西脲銅四氯化碳溶液之吸光度扣減，求出試樣溶液之吸光度。

5.3.5 計算：由第 5.3.6 節製成之檢量線求出銀量，並由下式算出試樣中之銀含量。

$$\text{銀 (\%)} = \frac{A}{W \times B} \times 100$$

上式之 A：分取試樣溶液中之銀檢出量 (g)

W：試樣之稱取量 (g)

B：試樣溶液之分取比。

5.3.6 檢量線之製作：規則地將銀標準溶液之各種液量（銀量為 0~15 μg）取於數個分液漏斗（100ml），加硝酸（1+4）3 ml 以下依照第 5.3.4 (3) 以下之步驟與試樣同樣操作，製成所得之吸光度與銀量之關係線作成檢量線。

註(3) 如在加熱濃縮中析出硝酸鉛時，則移至低溫處（約 150°C）繼續濃縮，由熱源拿下放冷時剛變為乾涸狀態者最佳。

(4) 銀含量多時，則減少分取量，而使銀量為 5~15 μg。

(5) 此時水溶液之 pH 為 0.8~1.0。

(6) 用脫脂棉或濾紙脫水。

5.4 原子吸光法

5.4.1 原理：以硝酸分解試樣後，用水稀釋成一定量，以原子吸光光度計測定吸光度。

5.4.2 試藥

(1) 硝酸（1+4）

(2) 鉛（無金銀之鉛）使用含銀量為 0.00002 % 以下者

(3) 銀標準溶液（Ag 20 μg/ml）將銀（99.9 % 以上）0.100g 溶解於硝酸（1+1）20ml，冷卻後移入於 1000 ml 之容量瓶，用水稀釋至標線。本溶液要保存於顏色瓶內，於每次使用時只取其必要量，正確用水稀釋成 5 倍作為標準銀溶液。

5.4.3 試樣稱取量：稱取試樣 10 g，需精秤至 10 mg。

5.4.4 操作

(1) 稱取試樣於燒杯（300 ml），用鍍玻璃覆蓋，加硝酸（1+4）70 ml 緩慢加熱分解之。

(2) 冷卻後移入 100 ml 之容量瓶，用水稀釋至標線⁽¹⁾⁽²⁾。

(3) 用原子吸光光度計，測定波長 328.1 nm 之吸光度。

5.4.5 計算：由第 5.4.6 節製得之檢量線，求銀量，依下式算出試樣中之銀含量。

$$\text{銀 (\%)} = \frac{A}{W \times B} \times 100$$

上式之 A：分取試樣溶液中之銀檢出量 (g)

W：試樣之稱取量。(g)

B：試樣溶液之分取比。

5.4.6 檢量線之製作：稱取鉛 10.00 g 於數個燒杯（300 ml），以鍍玻璃蓋覆，各加硝酸（1+4）70 ml 分解之，冷卻後，移入 100 ml 之容量瓶，規則地加標準銀之各種液量（銀量為 0~300 μg 者）加入於前述之各容量瓶，用水稀釋至標線⁽³⁾。以下依第 5.4.4 (3) 節之步驟，與試樣同樣操作，製成與試樣並行測定之吸光度與銀量之關係線，做為檢量線。

註：(1) 銀含量多時，分取適量於 100 ml 之容量瓶使銀量為 50~300 μg，用水稀釋至標線。

(2) 如發生偏錫酸〔(H₂SnO₃)₂, Metastannic acid〕等之混濁物者，用乾燥濾紙(IG) 過濾之。

(3) 實施於(1)之分取操作時，將試樣溶液分取量之相同量分取於數個 100 ml 之容量瓶，規則地加入標準銀溶液之各種液量（銀量為 0~300 μg）於前述之量瓶，用水稀釋至標線。

6. 銅定量分析方法

6.1 種類

(1) 新枯普洛因 (Neocuproine) 吸光光度法：本法適用於銅含量 0.0001 % 以上之試樣。

(2) 原子吸光法：本法適用於銅含量 0.0001 % 以上之試樣。

6.2 新枯普洛因吸光光度法：

6.2.1 原理：將試樣分解於硝酸後，加醋酸鉍及鹽酸、羥胺再用氨水調節 pH，加新枯普洛因，將生成之新枯普洛因銅錯鹽用三氯甲烷 (chloroform) 萃取，測定其吸光度。

6.2.2 試藥