

# 技術士技能檢定 化學職科 乙級術科測試試題第二站 第二題

## 試題名稱：試樣中鐵（Ⅲ）之比色定量。

### 一、操作說明：

試樣以酸溶解後，加入過氧化氫溶液氧化亞鐵離子，再加入硫氰酸鉀與生成之鐵離子反應形成紅色之硫氰化鐵離子錯合物，測定此溶液在波長 470 nm 下之吸光度，並由檢量線求得試樣鐵之含量。

### 二、試題步驟：

1. 依術科辦理單位提供之導電度計操作標準作業程序進行試劑水品質查核。
2. 鐵標準溶液之配製：
  - (1) 精秤約  $0.18 \pm 0.01$  g 六水硫酸亞鐵銨，溶於 10 mL 1 M 硫酸溶液中，稀釋至 250 mL，作為儲備溶液。
  - (2) 取 10 mL 儲備溶液與 10 mL 1 M 硫酸溶液，稀釋至 250 mL，作為儲備溶液。
3. 檢量線製作：
  - (1) 分別取 0、5、10、20、30 及 40 mL 鐵標準溶液，加入 0.5 mL 3% 過氧化氫溶液及 5 mL 硫氰酸鉀溶液顯色，稀釋至 50 mL。
  - (2) 放置 15 分鐘後，測定各標準溶液於波長 470 nm 下之吸光度，以最小平方迴歸。
4. 試樣前處理及展色：
  - (1) 精取約  $0.20 \pm 0.02$  g 試樣，移至適當容器，加水 20 mL 後覆蓋表玻璃。
  - (2) 以每次添加少量之方式加入 1+1 硫酸 4 mL。
  - (3) 反應轉為緩慢後，加熱使試樣完全分解。
  - (4) 溶液冷卻後，如有固體物先行過濾再稀釋至 100 mL，必要時參考術科辦理對提供之試樣濃度進行二次稀釋。
  - (5) 取試樣之樣品溶液，依步驟 3.(1) 展色，測定波長 470 nm 下之吸光度。
5. 分析結果：依試樣包裝上標示之單位表示，如 %Fe、%Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 或 ppm Fe 等。
6. 品質管制：
  - (1) 以術科辦理單位提供不同來源之固體硫酸亞鐵銨配製適當濃度之溶液或採用已知鐵濃度之溶液進行檢量線確認。
  - (2) 以試劑水進行試劑空白分析。
  - (3) 以試劑水依試樣處理步驟進行方法空白分析。
  - (4) 不同樣品溶液體積顯色所得之結果視為重複分析，應符合重複分析之品管要求，惟以吸光度接近檢量線最高點吸光度 50% 者出具數據。
  - (5) 以術科辦理單位提供已知含量之固體含鐵試樣或標示濃度之液體試樣依試樣處理步驟進行查核試樣分析，求出回收率。

(6) 依等量添加原則進行標準品添加分析。

廢液處理：將檢液依性質傾倒於術科辦理單位準備之廢液桶。

元素	Al	B	Ca	Cl	F	Fe	K	Cu
原子量	26.99	10.81	40.08	35.45	63.55	19.00	55.85	39.10
元素	I	Mg	Mn	Na	P	S	Si	Zn
原子量	126.90	24.31	54.94	22.99	30.97	32.07	28.09	65.41

### 三、設備及器皿、試藥及試樣：

類別名稱	材料名稱	單位	數量
藥品	硫酸亞鐵銨標準品	克	1
藥品	檢量線確認標準品	克或毫升	1 或 20
藥品	試劑水	毫升	無限
藥品	1M 硫酸溶液	毫升	100
藥品	1+1 硫酸	毫升	10
藥品	3%過氧化氫	毫升	10
藥品	20W/V%硫氰酸鉀溶液	毫升	90
藥品	含鐵試樣	克	1
藥品	查核試樣	克或毫升	1 或 20
器材	量筒	個	1
器材	藥勺	支	2
器材	50mL 量瓶	支	1
器材	100mL 量瓶	支	1
器材	250mL 量瓶	支	1
器材	500mL 量瓶	支	1
器材	玻棒	支	2
器材	滴管	支	2
器材	漏斗	個	2
器材	5mL 球形吸量管	支	1
器材	10mL 球形吸量管	支	1
器材	15mL 球形吸量管	支	1
器材	20mL 球形吸量管	支	1
器材	25mL 球形吸量管	支	1
器材	2mL 刻度吸量管	支	1
器材	5mL 刻度吸量管	支	1
器材	10mL 刻度吸量管	支	1
器材	電子天平	臺	1
器材	分光光度計	套	1
器材	加熱設備	組	1
器材	其他必要器皿	組	1

#### 四、操作說明：

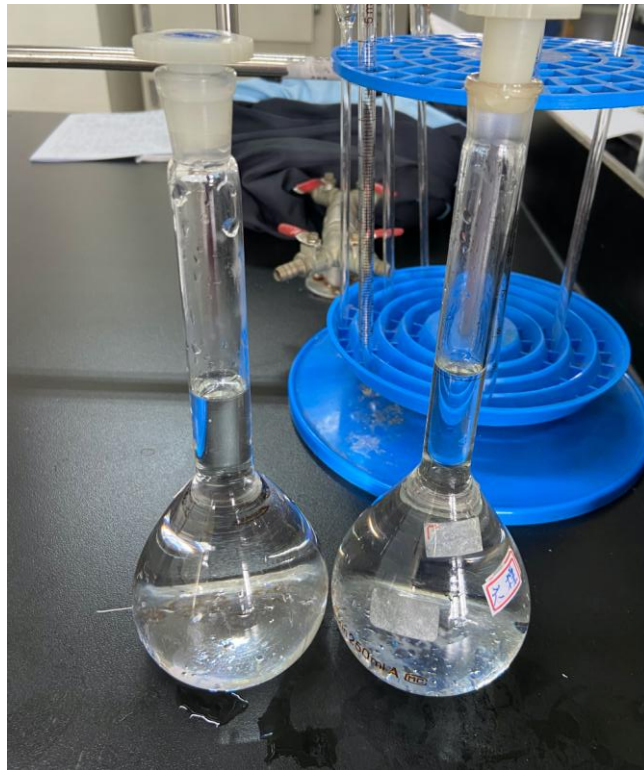
(一) 1.鐵標準溶液之配置、檢量線製作。

Step1：精秤六水硫酸亞鐵銨約  $0.18 \pm 0.01$  g。

Step2：溶於 10 mL 1 M 硫酸溶液中。

Step3：以試劑水配於 250 mL 量瓶中。

Step4：加試劑水至刻度，上下轉換搖動，混合均勻，作為儲備液。



(二) 標準（稀釋）液之配製。

1.檢量線標準液（稀釋液）之配製。

2.檢量線確認標準液（稀釋液）之配製。

Step1：精取儲備液 10 mL，移至另一 250 mL 量瓶中。

Step2：加入 10 mL 1 M 硫酸。

Step3：加試劑水至刻度，上下轉換搖動，混合均勻，作為標準液（稀釋液）。



- (三) 1.鐵試樣之配製。  
2.空白試樣之配製。  
3.查核試樣之配製。

Step1：分別精秤：

- (1) 鐵試樣約  $0.20 \pm 0.02$  g。  
(2) 空白試樣（無需秤取試樣）。  
(3) 查核試樣約  $0.20 \pm 0.02$  g，於於 250 mL 燒杯中。

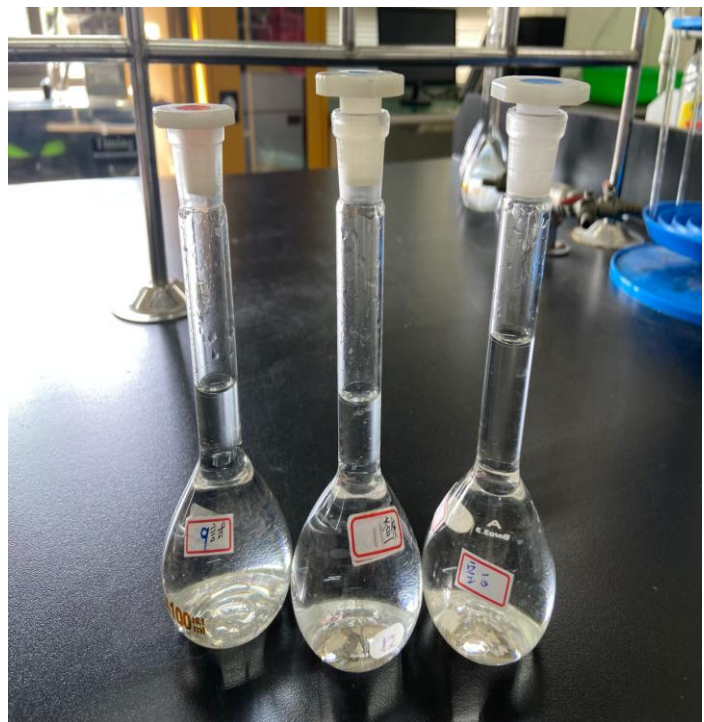
Step2：分別加水 20 mL 溶解後覆蓋表玻璃。

Step3：每次添加少量之方式加入 1+1 硫酸 4 mL。

Step4：反應轉為緩慢後，加熱使試樣完全分解。

Step5：溶液冷卻後，如有固體物先行過濾再稀釋至 100 mL。

Step6：加試劑水至刻度，上下轉換搖動，混合均勻。



- (四) 1.鐵試樣 (稀釋液) 之配製。  
2.空白試樣 (稀釋液) 之配製。  
3.查核試樣 (稀釋液) 之配製。

Step1：分別精取適量儲備液，移至另一 250 mL 量瓶中。

Step2：加入 10 mL 1 M 硫酸。

Step3：加試劑水至刻度，上下轉換搖動，混合均勻，作為標準液 (稀釋液)。



## (五) 試樣呈色

### Step1 :

- (1) 精取 0、5、10、20、30 及 40 mL 鐵標準溶液，分別置於 1~6 號 50 mL 量瓶中。
- (2) 檢量線確認 20 mL 於 8 號量瓶中。
- (3) 空白試樣（稀釋液）20 mL 於 7 號量瓶中。
- (4) 鐵試樣（稀釋液）20 mL 及 20 mL（或 30 mL）分別置於 9、10 號量瓶中。
- (5) 查核試樣（稀釋液）20 mL 於 11 號量瓶中。
- (6) 等量添加：精取鐵試樣（稀釋液）20 mL 及等量添加標準液，例如：檢量線標準液（稀釋液）或考場提供檢量線確認標準液，或查核試樣溶液 20 mL 於 12 號量瓶中。

### Step2：分別加入

- (1) 0.5 mL 3% 過氧化氫溶液。
- (2) 5 mL 硫氰酸鉀溶液。

Step3：再加試劑水至刻度，上下轉換搖動，混合均勻。

Step4：靜置 15 分鐘，在波長 470 nm 下測定各瓶之吸光度。





## 五、結果報告表：

5 結果報告表 試樣中鐵(III)之比色定量

姓名	黃璿汶	檢定日期	110 年 11 月 05 日		
術科測試編號		考場	第 站	第 崗位	

一、試劑水品質查核 0.01 M KCl 標準溶液之導電度測值 1390  $\mu\text{mho/cm}$   
 試劑水導電度 1.0  $\mu\text{mho/cm}$ ；符合 CNS 3699 A1 級規範？是 否。如否，報告監評人員

二、檢量線標準液配製  
 硫酸亞鐵銨重 0.1804 g，製備 250 mL，取 10 mL，稀釋至 250 mL

三、檢量線確認標準液配製 如為液體溶液，其鐵濃度為 5.0086  $\frac{\text{mg}}{\text{L}}$   
 硫酸亞鐵銨重 X g，製備 X mL，取 X mL，稀釋至 X mL

四、檢量線製作，迴歸採用 濃度 質量

量瓶編號	1	2	3	4	5	6
標準體積 mL	0	5.00	10.00	20.00	30.00	40.00
$\mu\text{g/mL}$ ( $\mu\text{g}$ )	0	20.56	41.11	82.22	123.33	164.48
吸光度	0.008	0.071	0.127	0.237	0.359	0.466

檢量線方程式 吸光度 =  $2.78 \times 10^{-3} \times \text{濃度(質量)} + 0.0118$ ，R 值 = 0.9999 *Good*  
 二者選一 濃度(質量) = X  $\times$  吸光度 + X，R 值 = X

五、試樣製備 試樣編號          濃度範圍 6~22% 查核試樣濃度 (固體 液體) 14.24%  
 試樣重 0.2008 g，製備 100 mL，取 5 mL，稀釋至 250 mL  
 查核試樣 0.1904 g (mL) 製備 100 mL，取 5 mL，稀釋至 250 mL  
 添加標準品(後添加) 樣品體積 15 mL，標準添加體積 15 mL

六、顯色結果

樣品類別	試劑空白	空白樣品	檢量線確認	試樣顯色 1	試樣顯色 2	查核樣品	標準品添加
量瓶編號	1	7	8	9	10	11	12
取樣體積 mL	0	15	15	15	15	15	15+15 檢
吸光度	0.008	0.001	0.227	0.264	0.253	0.234	0.482

重要數據經確認無誤 監評人員簽名：\_\_\_\_\_ 操作時間：\_\_\_\_\_ 時 \_\_\_\_\_ 分

試：  $0.2008 \text{ g} \times \frac{6.1 + 22.2}{2} \% \times \frac{1}{100 \text{ mL}} \times \frac{5 \text{ mL}}{250 \text{ mL}} \times \frac{10^3 \text{ mg}}{19} \times \frac{10^3 \text{ mL}}{1 \text{ L}} = 5.6826 \frac{\text{mg}}{\text{L}} (\frac{\text{mg}}{\text{mL}})$   
 查：  $0.1904 \text{ g} \times 14.24 \% \times \frac{1}{100 \text{ mL}} \times \frac{5 \text{ mL}}{250 \text{ mL}} \times \frac{10^3 \text{ mg}}{19} \times \frac{10^3 \text{ mL}}{1 \text{ L}} = 5.4226 \frac{\text{mg}}{\text{L}} (\frac{\text{mg}}{\text{mL}})$

6 結果計算表

試樣中鐵(III)之比色定量

姓名	黃璿汶		檢定日期	110 年 11 月 05 日	
術科測試編號			考場	第 站 第 崗位	
標準配製	儲備溶液	$0.1804 \text{ g} \times \frac{55.85 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{392.14 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \times \frac{1}{0.250 \text{ L}} \times \frac{10^3 \text{ mg}}{1 \text{ g}} = 102.77$			mg/L
	標準溶液	$102.77 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times \frac{10 \text{ mL}}{250 \text{ mL}} = 4.11$			mg/L
檢量線確認	溶液直接計算				5.0086
檢量線製備	<input type="checkbox"/> 濃度 <input checked="" type="checkbox"/> 質量	$4.11 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times \frac{10^3 \text{ Mg}}{1 \text{ mg}} \times \frac{1}{10^3 \text{ mL}} \times 20 \text{ mL} = 82.22$			$\frac{\mu\text{g}}{\text{mL}}$ ( $\mu\text{g}$ )
	迴歸結果	$Y = \text{吸光度}, \text{濃度} \quad a = 0.0118 \quad b = 2.78 \times 10^3 \quad R = 0.9999$			
20 mL 為例	感應因子	$\frac{0.237 - 0.008}{82.22 \text{ Mg}} = 2.79 \times 10^{-3} \frac{\text{mL}/\mu\text{g}}{(\mu\text{g})}$	回算值	$\frac{0.237 - 0.0118}{2.78 \times 10^3} = 81.31 \frac{\mu\text{g}}{(\mu\text{g})}$	
	回收率	$\frac{81.31 \text{ Mg}}{82.22 \text{ Mg}} \times 100\% = 98.89\%$	與原標準差值	$(81.31 - 82.22) \text{ Mg} = -0.91 \text{ (}\mu\text{g)}$	
	莫耳吸光係數	$2.78 \times 10^3 \frac{1}{\text{Mg}} \times \frac{1}{1 \text{ cm}} \times \frac{1000000 \text{ mg}}{1 \text{ g}} \times 55.85 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times \frac{0.05 \text{ L}}{1} = 7755.27 \text{ L}/\text{cm} \cdot \text{mol}$			
查核試樣配製	$0.1904 \text{ g} \times \frac{14.24}{100} \times \frac{1}{100 \text{ mL}} \times \frac{10^3 \text{ mL}}{1 \text{ L}} \times \frac{10^3 \text{ mg}}{1 \text{ g}} \times \frac{5 \text{ mL}}{250 \text{ mL}} = 5.4226 \text{ mg/L}$				
試樣	顯色液 1 濃度(質量)	$\left( \frac{0.264 - 0.001 - 0.0118}{2.78 \times 10^3} \right) \frac{\mu\text{g}}{\text{mL}} = 90.67 \text{ (}\mu\text{g)}$	原濃度(質量)	90.67 $\frac{\mu\text{g}}{(\mu\text{g})}$	
	試樣中鐵質量	$90.67 \text{ Mg} \times \frac{1 \text{ Mg}}{1000 \text{ Mg}} \times \frac{250 \text{ mL}}{15 \text{ mL}} \times \frac{100 \text{ mL}}{5 \text{ mL}} = 30.22 \text{ mg}$			
	試樣中鐵含量	$30.22 \text{ mg} \times \frac{1 \text{ g}}{1000 \text{ mg}} \times \frac{1}{0.20089} \times 100\% = 15.05\%$			
溶液	顯色液 2 求得之結果(可採逐步或直接計算)	$\left( \frac{0.253 - 0.001 - 0.0118}{2.78 \times 10^3} \right) \text{ Mg} \times \frac{1 \text{ g}}{1000000 \text{ Mg}} \times \frac{250 \text{ mL}}{15 \text{ mL}} \times \frac{100 \text{ mL}}{5 \text{ mL}} \times \frac{1}{0.20089} \times 100\% = 14.39\%$			
	試樣平均濃度	$\frac{15.05\% + 14.39\%}{2} = 14.72\%$	重複試樣相對差異	$\frac{15.05\% - 14.39\%}{14.72\%} \times 100\% = 4.48\%$	
品管	試劑空白	$\left( \frac{0.008 - 0.0118}{2.78 \times 10^3} \right) = -4.03 \frac{\mu\text{g}}{(\mu\text{g})}$	空白樣品	$\left( \frac{0.001 - 0.0118}{2.78 \times 10^3} \right) = -3.67 \frac{\mu\text{g}}{(\mu\text{g})}$	
	檢量線確認直接計算	$\left( \frac{0.227 - 0.0118}{2.78 \times 10^3} \right) \text{ Mg} \times \frac{1}{15 \text{ mL}} = 5.18 \frac{\mu\text{g}}{(\mu\text{g})}$	回收率	$\frac{5.18 \text{ Mg}}{5.0086 \text{ Mg}} \times 100\% = 103.44\%$	
項目	查核試樣直接計算	$\left( \frac{0.234 - 0.001 - 0.0118}{2.78 \times 10^3} \right) \text{ Mg} \times \frac{1}{15 \text{ mL}} = 5.32 \frac{\mu\text{g}}{(\mu\text{g})}$	回收率	$\frac{5.32 \text{ Mg}}{5.4226 \text{ Mg}} \times 100\% = 98.11\%$	
	添加質量	$5.0086 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 15 \text{ mL} = 75.13 \text{ }\mu\text{g}$	標準品添加濃度	$\left( \frac{0.482 - 0.001 - 0.0118}{2.78 \times 10^3} \right) \frac{\mu\text{g}}{(\mu\text{g})} = 169.17 \text{ (}\mu\text{g)}$	
	添加試樣總質量	169.17 $\mu\text{g}$	所含試樣質量	$\frac{90.67 \text{ Mg} + 86.71 \text{ Mg}}{2} = 88.69 \text{ }\mu\text{g}$	
目	回收率	$\frac{169.17 \text{ Mg} - 88.69 \text{ Mg}}{75.13 \text{ Mg}} \times 100\% = 107.12\%$			

試:  $5.6826 \frac{\text{Mg}}{\text{mL}} \times 15 \text{ mL} = 85.24 \text{ Mg}$

查:  $5.4226 \frac{\text{Mg}}{\text{mL}} \times 15 \text{ mL} = 81.34 \text{ Mg}$

11/6

## 六、心得：

還記得三年級剛開學那時候知道要考乙級檢定時蠻緊張的，因為都聽說乙級檢定很難，所以讓我更覺得之後一定要加倍的練習。我們有一整個學期都在練習乙級的題目，老師非常用心地教我們實驗的步驟及計算，一開始聽老師解說時真的都一頭霧水，開始練習第一次的時候也怎麼做都做不好，計算也都不會寫，但第一次剛接觸不熟悉是難免的，失敗為成功之母，第二次、第三次.....之後就慢慢上手了，熟能生巧，就愈來愈熟悉整個過程，從一開始的手忙腳亂到可以背起來如何操作和計算？這之中真的是體會到了不少痛苦。

依稀記得每次一到實習課就和時間賽跑，從教室快步的走到實驗室裡做實驗，同學各個也都會快速地穿起實驗衣和立即清洗器材、搶著裝去離子水和秤藥品，每次都好怕自己沒有在指定的時間內做完，所以都是很緊張的在做，就算熟悉，有時也會出現實驗不成功的事情發生，實驗不成功這部分出現時，真的讓人深感崩潰，都會開始不停的回想剛剛是哪個部分出錯了，但最後的結果還是決定認真的重做一次，並且深刻地記住不能再犯同樣的錯誤，就這樣練習了好幾次，但在考檢定前，我的計算還是會出現幾次計算錯誤，所以回家花了很多時間，算了好多次的實驗計算。

在考試的那天，上考場前也一直在複習實驗步驟和計算，在考試時，也一直很緊張地做實驗，深怕哪個環節出錯被扣分，從開始考試手抖到寫完計算，走出考場那刻，也算是鬆了一大口氣，考完試在回家的路上也一直心神不寧的害怕會不會算錯，在等待成績公布的時間裡，一直希望成績快點公布，後來知道可以查詢成績時，整個心跳跳超快，一直想著自己會不會通過，在看到成績出現通過的那刻，眼淚都在眼眶裡打轉，心裡一直懸著的大石也終於落地了。對我來說這個學期真的特別充實，也因為都很勤奮的練習，所以如願的也有考上乙級的證照，很開心自己的努力沒有白費。