

中華民國國家標準

CNS

工業用磷酸三甲苯游離酚含量測定法  
(滴定法)

總號 6199

類號 K6554

Determination of Apparent Free Phenols Content of Tritolyl Phosphate  
for Industrial Use (Volumetric Method)

1. 適用範圍：本標準規定以滴定法測定工業用磷酸三甲苯  $[(CH_3)_3C_6H_2PO_4]$  之游離酚。  
本方法僅測定能於 2, 4, 6 位置反應之酚。
2. 原理：以氫氧化鈉溶液萃取試樣游離酚，在酸介質中以溴化鉀—溴酸鉀溶液將游離酚溴化，與碘化鉀反應後，用硫代硫酸鈉標準溶液滴定以測定過量溴。
3. 試藥：
  - 3.1 蒸餾水。
  - 3.2 氯仿。
  - 3.3 濃鹽酸：密度約為 1.19 g/ml 或 12 N。
  - 3.4 氫氧化鈉溶液：25 g/l。
  - 3.5 碘化鉀溶液：100 g/l。
  - 3.6 溴化鉀—溴酸鉀溶液：將 0.6 g 溴酸鉀與 3.0 g 溴化鉀溶於水中，稀釋至 1000 ml。
  - 3.7 硫代硫酸鈉標準溶液：0.02 N。
  - 3.8 澱粉糊溶液：2.5 g/l。
4. 儀器：
  - 4.1 一般實驗室儀器。
  - 4.2 碘瓶。
5. 步驟：
  - 5.1 試樣：稱準約 10.0 g 之試樣（精確至 0.01 g）。
  - 5.2 空白試驗：測定檢驗同時作一空白試驗，亦即以 50 ml 蒸餾水取代 50 ml 之過濾萃取液，其餘步驟與第 5.3 節 5.4 節相同。
  - 5.3 試樣溶液之製備：將試樣（5.1）與 50 ml 氫氧化鈉溶液（3.3）置於容量 100 ml 之刻度量瓶內，激烈搖盪 3 分鐘，以蒸餾水稀釋至刻度後混合，以濕濾紙過濾水溶液層（必要時重覆過濾直到濾液澄清）。
  - 5.4 測定檢驗：
    - 5.4.1 取 50.0 ml 之過濾萃取液，置於碘瓶（4.2）中，加入 20.0 ml 之溴化鉀—溴酸鉀溶液（3.6），以 5 ml 之鹽酸溶液（3.3）酸化，立即蓋上瓶蓋，徹底搖盪後，加水至全標線，靜置 15 分鐘。
    - 5.4.2 將瓶蓋謹慎打開，加入 10 ml 碘化鉀溶液（3.5），搖盪並沖洗碘瓶瓶蓋與瓶壁，若有白色沉澱，加入 1 ml 氯仿（3.2），以硫代硫酸鈉標準溶液（3.7）滴定，接近滴定終點時，搖盪碘瓶，並加澱粉糊溶液（3.8）為指示劑。藍色之消失即為滴定終點。
6. 檢驗結果表示法：游離酚含量（以酚之重量百分率計）可由下式求出：
 
$$\frac{9}{50} \times 31.3 \times 10^{-6} (V_1 - V_2) \times 100 = 0.005643 \times (V_1 - V_2)$$
 式中：
  - $V_1$  為空白試驗時所耗之硫代硫酸鈉標準溶液（3.6）體積（ml）。
  - $V_2$  為檢驗時所耗之硫代硫酸鈉標準溶液（3.7）體積（ml）。
  - $31.3 \times 10^{-6}$  為與 1 ml 之 0.02 N 硫代硫酸鈉標準溶液相當之酚重量(g)。
7. 檢驗報告：報告應包含下列資料：
  - 7.1 檢驗方法之參考資料。
  - 7.2 檢驗結果及其表示方法。
  - 7.3 檢驗過程中顯著之異常現象。
  - 7.4 本標準未包含之操作步驟，或認為非必要之步驟，應予註明。

公 布 日 期  
69 年 8 月 13 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)