

Methods of test for Phosphate ion in industrial Waste Water
—Stannous Chloride Method

1. 適用範圍：本標準規定工業（包括事業場所）所排放廢水中磷酸根離子之檢驗法。採用吸光光度法測定，將磷酸根離子與過剩之鉬酸鉍溶液反應，生成非均質聚合化合物（hetero-polymer compound）加氯化亞錫使之還原生成鉬青（molybdenum-blue）之發色基，測定吸光度加以定量之方法。有水溶液測定法及丁醇萃取後測定法二種。水溶液測定法定量範圍為 PO_4^{3-} 0.2ppm 以上，反復操作之標準偏差百分數為2%，萃取法定量範圍為 PO_4^{3-} 0.02~0.5ppm，反覆操作之標準偏差百分數為10~3%。
2. 試 藥：
 - (a) 硫酸（1+50）。
 - (b) 鉬酸鉍溶液：鉬酸鉍 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 15g 溶於水約 150 ml 於攪動中加入硫酸（取硫酸 182ml，加水稀釋至 800ml）溶液內，最後加水配成 1 ℓ，此液如有著色或混濁不得使用。
 - (c) 氯化亞錫溶液：取氯化亞錫（ $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）1 g 溶於鹽酸 5 ml，以水稀釋至 50ml，加入金屬錫小片，貯存於褐色瓶，放置於暗處，混濁時不得使用。
 - (d) 正丁醇（n-butyl alcohol）。
 - (e) 磷酸根離子標準液（ 0.05ppm ）：取 110°C 烘乾之磷酸一鉀 7.165 g 溶於水，注入 1 ℓ 量瓶，加水至標線。取此液 10 ml 稀釋至 1 ℓ。
3. 儀 器：
 - (a) 光度計：光電光度計或光電分光光度計
4. 試驗操作：
 - 4.1 磷酸根離子濃度 3ppm 以上時：取適量之水樣（含 PO_4^{3-} 0.02~0.15mg）注入 50 ml 量瓶內，使之呈中性後（約 pH7）加水稀釋至 40 ml，再加入鉬酸鉍溶液 5 ml 混合均勻，再加氯化亞錫溶液 0.25ml 搖動混合後加水至標線。靜置 15 分鐘後，移取部分溶液於 10 mm 吸光槽於 700 nm 波長附近測定吸光度，依預先製成之檢量線求得磷酸根離子含量，計算 ppm 數，同時進行空白試驗以補正試驗結果。
檢量線之製作：階序取磷酸根標準液（ $0.05\text{mg PO}_4^{3-}/\text{ml}$ ）0~5 ml，以下依本文同樣操作，作成磷酸根離子含量與吸光度之關係線為檢量線。
 - 4.2 磷酸根離子濃度 0.2~3ppm 時：以有栓比色管取適量之水樣（含 PO_4^{3-} 0.004~0.06 mg），以中性（pH約 7）之水配成 20 ml，加鉬酸鉍溶液 2.2 ml 搖動混合，再加氯化亞錫溶液 0.1 ml 混合後放置 10~15 分鐘，以下依 4.1 節操作測定吸光度，依預先製成之檢量線，求得磷酸根離子含量並計算其 ppm 數，同時進行空白試驗，補正試驗結果。
檢量線之製作：階序取磷酸根標準液（ $0.05\text{mg PO}_4^{3-}/\text{ml}$ ）0~1.5 ml，以下依本文操作，作成磷酸根離子含量與吸光度之關係線。
 - 4.3 磷酸根離子濃度 0.02~0.5 ppm 時：以 100 ml 分液漏斗取水樣 50 ml，調整水樣至呈中性（約 pH 7）後，加硫酸（1+50）1 ml 使呈微酸性，加入正丁醇約 15 ml 搖動混合，靜置待分離為兩層，移取底部水層於另一 100 ml 分液漏斗，加入鉬酸鉍溶液 6.5 ml 及氯化亞錫溶液 0.25 ml，搖動混合後靜置。加正丁醇 10.0 ml 充分搖動後靜置，待分為兩層後，振棄水層，移正丁醇於 10mm 吸光槽，以正丁醇為對照液，於 730 nm 波長附近測定吸光度，依預先製成之檢量線求磷酸根離子之含量並計算 ppm 數。同時進行一空白試驗以補正試驗結果。
檢量線之製作：階序取磷酸根離子標準液（ $0.05\text{mg PO}_4^{3-}/\text{ml}$ ）0~1 ml，以下依本文操作，求得磷酸根離子含量與吸光度之關係線。