

中華民國國家標準

CNS

## 磷酸鈉檢驗法

總號 3182

類號 K6293

## Method of Test for Sodium Phosphate

1. 適用範圍：本標準規定工業用磷酸鈉之檢驗方法。
2. 取樣方法：先從一堆樣品任意取二份，再從此二份樣品中各取 500 公克充分混合之，以四份法縮分取約 250 公克於廣口瓶中密封儲存，作為試驗用。
3. 純度及無水磷酸 ( $P_2O_5$ )

- (1) 重量分析法：正確稱取約 2 公克試樣，溶解於 250ml 水中，過濾後取濾液為試樣（試驗磷酸二氫鈉時應溶於 500ml 水中）。取試樣濾液 25ml 置於 300ml 高型燒杯內，加氨水 (1+10) 10ml，加硝酸（比重 1.38）中和，再加硝酸過量約 5ml 後加水稀釋至約 100ml，加熱保持於 60°C，慢慢加入鉬酸鉍溶液〔註 1〕約 50ml，激烈振盪 5 分鐘，靜置於 60°C 水浴中 30 分鐘使沉澱完成。將溶液過濾，並以微硝酸性硝酸鉍溶液（5%）洗之，（洗至洗液每 1ml 加數量的硫酸和酒精時不發生混濁為止。）沉澱物加約 20ml 的氨水 (1+10) 使溶解於燒杯中，濾紙再以氨水 (1+20) 洗數次，再用溫水洗滌。將濾液和洗液混合，加鹽酸（比重 1.18）使呈微酸性，液量應保持在 70ml 以下，一面冷卻一面加約 10ml 的鎂混合液〔註 2〕並攪拌之，次一面攪拌一面加氨水 (1+10) 至呈鹼性後激烈攪拌 5 分鐘以上，使結晶性沉澱完全析出，再加氨水（比重 0.9）10ml，靜置 2 小時以上（此時之液量勿超過 100ml），將溶液過濾，沉澱物用氨水 (1+10) 洗滌至濾液無氯離子為止。將沉澱物再與濾紙移入已知質量之瓷坩堝內，盡量以緩火將濾紙灰化，最後以 1050 至 1100°C 灼熱後冷卻後稱  $Mg_2P_2O_7$  質量，並依下列公式計算無水磷酸 ( $P_2O_5$ ) 百分率。

試樣為磷酸二氫鈉，正磷酸鈉時：

$$\text{無水磷酸 } (P_2O_5) \% = \frac{Mg_2P_2O_7 \text{ 之量 (g)} \times 0.6377}{\frac{1}{10} \times \text{試樣 (g)}} \times 100 \quad A$$

試樣為磷酸二氫鈉時：

$$\text{無水磷酸 } (P_2O_5) \% = \frac{Mg_2P_2O_7 \text{ 之量 (g)} \times 0.6377}{\frac{1}{20} \times \text{試樣 (g)}} \times 100 \quad B$$

按無水磷酸 ( $P_2O_5$ )，% 可由下列計算得其純度之百分率。

$$\text{磷酸氫鈉, \%} = B \times 2.1981$$

$$\text{磷酸鈉, \%} = A \times 5.046$$

$$\text{正磷酸鈉, \%} = A \times 5.356$$

註 1：鉬酸鉍溶液之配製法：將 150 公克粉狀鉬酸鉍用水溶解並稀釋至 750ml，然後一面攪拌一面慢慢加入於 500ml 之硝酸（比重 1.35）中，另將 600 公克之硝酸鉍溶解於水，使溶液成為 750ml 後加入上述溶液中，並攪拌混合，再用水稀釋至 2000ml，靜置於溫處 24 小時後貯於有色玻璃瓶內，使用時過濾之。

註 2：鎂混合溶液之配製法：稱取 50 公克氯化鎂和 100 公克氯化鉍，溶解於 800ml 水中，以酚酞為指示劑，加氨水（比重 0.9）至呈鹼性，靜置 48 小時。如發生沉澱時過濾之，濾液加鹽酸 (1+1) 至 pH 5 至 6 並用水稀釋至 1000ml。

- (2) 容量分析法：準確稱取 1.45 公克之  $Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$ （若  $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$ ）時為 1.45 公克或相當量（無水磷酸  $P_2O_5$ ）之  $NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$  的試樣於稱量瓶中，溶於水並移入 500ml 容量瓶中。稀釋至標線。吸取此溶液 25ml 入盛有  $HNO_3$  (1+15) 100ml 的 500ml 錐形燒瓶中，加入一或兩滴甲基橙指示劑，以  $NH_4OH$  溶液中和，再加入以體積計 5~10% 之  $HNO_3$ （比重 1.42）使之過量，加溫至 40~50°C 加入 60ml 鉬酸鉍溶液劇烈搖動 5 至 10 分鐘，靜置 10 至 30 分鐘後以吸濾的方式，使濾液通過填有紙漿濾墊 (Pulp-paper filter pad) 之古區坩堝，濾入 500ml 之吸濾瓶內 (Suction flask) 待錐形燒瓶內之溶液全部過濾後，用 25ml  $KNO_3$  洗液洗滌錐形燒瓶，並將洗液過濾，重覆洗滌操作五次最後用  $KNO_3$  溶液留意的洗滌沉澱物五次以上。將濾墊及沉澱物移入原錐形燒瓶內，加入約 150ml 水，滴加 0.324N  $NaOH$  標準溶液至黃色沉澱物溶解，並多加 5 至 8ml 使之過量，加 5 至 10 滴酚酞指

(共 3 頁)

公布日期  
59 年 12 月 21 日

經濟部標準檢驗局印行

修訂日期  
73 年 12 月 20 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)