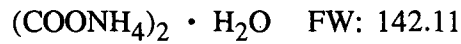


|            |               |    |       |
|------------|---------------|----|-------|
| 中華民國國家標準   | 化學試藥 (一水合草酸銨) | 總號 | 1557  |
| <b>CNS</b> |               | 類號 | K7057 |

## Ammonium Oxalate Monohydrate (Reagent)



1. 適用範圍：本標準適用於試藥級一水合草酸銨。
2. 共同事項：依 CNS 1501 [化學試藥試驗法通則]。
3. 種類：特級
4. 性質
  - 4.1 性狀：一水合草酸銨為白色結晶性粉末，稍易溶於水，難溶於乙醇。
  - 4.2 定性法
    - (1) 試樣 1g，加水 20mL 溶解之 (A 液)。A 液 10mL，加氯化鈣溶液 (100g/L) 1mL，即生成白色沉澱物。
    - (2) A 液 5mL，加氫氧化鈉溶液 (300g/L) 1mL 而加熱，即發生氨。
5. 品質：依第 6 節試驗，須符合表 1 之規定。

表 1 品質

| 項目  | 標準值      |
|---|----------|
| 純度 $[(\text{COONH}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}] \%$ | 99.5 以上  |
| 水溶解狀態   | 試驗合格     |
| 灼熱殘留分%  | 0.01 以下  |
| pH(50g/L, 25 °C)                                      | 6.0~7.0  |
| 氯化物 (Cl)ppm   | 5 以下     |
| 硝酸鹽 ( $\text{NO}_3$ )                                 | 試驗合格     |
| 磷酸鹽 ( $\text{PO}_4$ )ppm                              | 5 以下     |
| 硫酸鹽 ( $\text{SO}_4$ ) %                               | 0.003 以下 |
| 銅 (Cu)ppm   | 1 以下     |
| 鎂 (Mg)ppm   | 2 以下     |
| 鈣 (Ca)ppm   | 2 以下     |
| 鉛 (Pb)ppm   | 2 以下     |
| 砷 (As)ppm   | 1 以下     |
| 鐵 (Fe)ppm   | 3 以下     |
| 硫酸著色物質  | 試驗合格     |

## 6. 試驗法

6.1 純度  $[(\text{COONH}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$  99.5 % 以上

試樣 0.25g (精稱 0.1mg) + (水 200mL + 硫酸 10mL) → 使液溫為 25 ~ 35 °C，在緩慢攪拌混合之情形下 + 0.02mol/L 過錳酸鉀溶液 30mL (以約 1 分鐘之時間，由滴定管添

(共 4 頁)

|                       |            |                         |
|-----------------------|------------|-------------------------|
| 公布日期<br>51 年 7 月 12 日 | 經濟部標準檢驗局印行 | 修訂公布日期<br>85 年 7 月 25 日 |
|-----------------------|------------|-------------------------|

加) → 放置至脫色 → 加熱為 55 ~ 60 °C → 繼續以 0.02mol/L 過錳酸鉀溶液進行滴定 ( 溶液保持微紅色 30 秒鐘即為終點 ) 。 ( 終點前之 0.5 ~ 1mL , 係待前次滴加之過錳酸鉀顏色消失後 , 再加 1 滴之方式 , 逐滴添加 ) 。

另將水 200mL 加硫酸 10mL 加熱至 55 ~ 60 °C , 作空白試驗 , 以修正滴定量。

0.02mol/L 過錳酸鉀溶液 1mL , 相當於 0.007106g 之  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  。

#### 6.2 水溶解狀態

(1) 操作：試樣 1g + 水 ( → 20mL ) → 加熱溶解 → 冷卻 → 以下依 CNS 1501 第 5.2 節 ( 溶解狀態 ) 檢查濁度。

(2) 試驗結果：應為澄清。

#### 6.3 灼熱殘留分 0.01 % 以下

(1) 操作：依 CNS 8838 [ 化學製品減量及殘留分測定法 ] 第 4.4.4(4) 節 ( 使成為硫酸鹽灼熱之方法 ) 之規定。惟使用試樣 10g 及硫酸 0.5mL 。

(2) 試驗結果：殘留分應為 1mg 以下。

#### 6.4 pH(50g/L, 25 °C) 6.0 ~ 7.0

(1) 試樣溶液：試樣 5.0g + 水 (100mL) 。

(2) 操作：依 CNS 1501 第 5.5 節 (pH)(2) 之規定。

#### 6.5 氯化物 (Cl) 5ppm 以下

(1) 試樣溶液：試樣 1.0g + 硝酸 (1 + 2)10mL + 水 ( → 20mL ) 。

(2) 參比標準：氯化物標準液 (0.01mgCl/mL)0.50mL + 硝酸 (1 + 2)10mL + 水 ( → 20mL ) 。

(3) 操作：依 CNS 1501 第 5.7.1 節 ( 比濁法 ) (3) 之規定施行比濁。

(4) 試驗結果：試樣溶液之混濁，應不濃於參比標準。

#### 6.6 硝酸鹽

(1) 試樣溶液：試樣 1g + 水 ( → 10mL ) 。

(2) 操作：依 CNS 1501 第 5.10.1 節 ( 靛胭脂法 ) 之規定。此時，靛胭脂溶液 (1.8g/L) 為 0.1mL 。

(3) 試驗結果：應保持藍色 10 分鐘 ( $\text{NO}_3$  約 0.003 % 以下) 。

#### 6.7 磷酸鹽 ( $\text{PO}_4$ ) 5ppm 以下

(1) 試樣溶液：試樣 4.0g → 置於鉑皿 + 水 10mL + 碳酸鈉溶液 (100g/L)3mL → 於水浴上蒸發至乾涸 → 徐徐加熱 → 灼熱 + 水 10mL + 過氧化氫 1 mL → 煮沸數分鐘 + 氫氟酸 (2 + 1)2mL → 於水浴上蒸發至乾涸 + 水 10mL [ 必要時以濾紙 ( II 種 G 級 ) 過濾 → 水洗 → ( 濾液 + 洗液 ) ] + 水 ( → 20mL ) 。

(2) 參比標準：磷酸鹽標準液 (0.01mg $\text{PO}_4$ /mL)2.0mL + 碳酸鈉溶液 (100g/L)3mL + 過氧化氫 1mL + 氫氟酸 (2 + 1)2mL → 於水浴上蒸發至乾涸 + 水 ( → 20mL ) 。

(3) 操作：依 CNS 1501 第 5.13.1 節 ( 比色法 ) (3) 之規定施行比色。

(4) 試驗結果：試樣溶液之顏色，應不濃於參比標準之藍色。

#### 6.8 硫酸鹽 ( $\text{SO}_4$ ) 0.003 % 以下

(1) 試樣溶液：試樣 2.0g → 置於鉑皿 + 水 10mL + 碳酸鈉溶液 (100g/L)3mL → 於水浴上蒸發至乾涸 → 於高溫電爐中徐徐加熱 → 灼熱 + 水 10mL + 過氧化氫 1mL → 煮沸數分鐘 + 氫氟酸 (2 + 1)2mL → 於水浴上蒸發至乾涸 + 氫氟酸 (2 + 1)0.3mL + 水 10mL → 以洗淨濾紙 ( II 種 G 級 ) 過濾 → 水洗 → ( 濾液 + 洗液 ) + 水 ( → 25mL ) 。

(2) 參比標準：硫酸鹽標準液 (0.01mg $\text{SO}_4$ /mL)6.0mL + 碳酸鈉溶液 (100g/L)3mL + 過氧化氫 1mL + 氫氟酸 (2 + 1)2mL → 於水浴上蒸發至乾涸 + 氫氟酸 (2 + 1)0.3mL + 水