

中華民國國家標準

CNS

## 赤磷(工業級)檢驗法

總號 2 4 5 2

類號 K 6195

## Method of Test for Red Phosphorous of Industrial Grade

1. 適用範圍：本標準規定工業級赤磷檢驗法。
2. 篩試殘留，取試驗篩 0.071 CNS 336 號篩子其內徑約為 75 mm，深為 20 mm，重量在 50 g 以下者，用水洗淨，在 105° 至 110°C 烘箱中烘乾，置除濕器待冷，稱其重量，稱取試樣約 5 g 置於篩中，一面注入少量之水，一面震動篩子，使樣品充分通過，然後用酒精洗滌，再以乙醚沖洗一次，置於有五氧化二磷之真空除濕器內，放置過夜，稱其重量，所得重量為篩試殘留部份。

$$\text{篩試殘留, \%} = \frac{\text{殘留之重量 (g)}}{\text{試樣之重量 (g)}} \times 100$$

3. 水分：取 50 ml 平形秤量瓶，先在盛有五氧化二磷之真空除濕器內，經乾燥後，稱其重量，然後稱取試樣約 5 g，散佈於秤量瓶底部全面盡量使其厚度均勻，除去瓶蓋在五氧化二磷除濕器中，於真空常溫下，置放一夜，加蓋迅速稱量，其損失之重，即為水分之重量。

$$\text{水分, \%} = \frac{\text{損失之重量 (g)}}{\text{試樣之重量 (g)}} \times 100$$

4. 酸不溶物：稱試樣約 5 g 於 250 ml 燒杯中，用表面玻璃蓋上，加濃硝酸(比重 1.42) 約 50 ml 氧化之，然後加入結晶氨酸鉀約 1 g 置於蒸汽浴上蒸發，至溶液剩餘約 10 ml 待冷，加 1:4 HCl 100 ml，煮沸數分鐘，趁熱濾過，先以 1:10 熱 HCl 沖洗 2 至 3 次，再用熱水洗滌，將濾紙及殘渣置於已稱之瓷坩堝中，初用微火灼熱，繼用強火(約 700°C) 灼燒，在除濕器中冷後稱之。

$$\text{酸不溶物, \%} = \frac{\text{所稱殘渣之重量 (g)}}{\text{試樣之重量 (g)}} \times 100$$

5. 游離酸：稱取試樣約 5 g 於 300 ml 燒杯中，加 20% NaCl 冷溶液 10 ml 用玻璃攪拌成爲漿狀，冷卻後，再加 20% NaCl 溶液 50 ml，置放約 1 小時，濾過，以 20% NaCl 冷溶液洗滌數次，合併濾液及洗液，加瑞香草酚藍溶液(以 95% 酒精溶解 Thymol blue 0.1g 加水成爲 100 ml) 5 至 6 滴爲指示劑，以 0.1N NaOH 標準溶液(此溶液須用氫氧化鋇和鉛將碳酸根等沉澱，隔絕二氧化碳，重新用標準硫酸溶液標定) 滴定之，以磷酸計算之。

$$\text{游離酸 (H}_3\text{PO}_4\text{), \%} = \frac{\text{所耗 0.1N NaOH 標準溶液之 ml 數} \times 0.41}{\text{試樣之重量 (g)}}$$

6. 黃磷：稱試樣約 10 g 於 500 ml 燒杯中，加苯 50 ml，連結迴流冷凝器，置於蒸汽浴上加熱 3 小時，冷卻後以乾濾紙濾過，用苯洗滌 4 至 5 次，合併濾液及洗液於 200 ml 之分液漏斗中，加溴水 10 滴充分搖盪後，加水 20 ml，再激烈搖盪，分取水液層於 300 ml 之燒杯中，再以 20 ml 水洗滌，2 至 3 次後，將分液及洗液合併，加 10 ml 溴飽和硝酸溶液(比重 1.38 硝酸加溴飽和之)，置於蒸汽浴上，蒸發至約 10 ml，加水 20 ml 及 0.9 N H<sub>2</sub>O 10 ml 然後，以比重 1.38 之 HNO<sub>3</sub> 中和後，多加 1 ml 加熱至約 60°C，一面攪拌，一面緩緩加入已熱至約 60°C 之鉬酸鉍溶液(溶 40 g 鉬酸鉍於 30 ml 水及比重 0.9 N H<sub>2</sub>O 80 ml 冷後，一面攪拌一面慢慢注入約 600 ml 1:1 HNO<sub>3</sub> 溶液中，置於過夜，使用其上層澄清液體) 15 ml，攪拌約 15 分鐘，置於熱處(約 60°C) 約 1 小時，沉澱沉下濾過之，以 1% 之 NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> 溶液洗滌至無酸性爲止，將濾紙及沉澱移於 250 ml 有塞錐形瓶中，用滴管加過量之氫氧化鈉溶液塞住，激烈搖盪，至濾紙破碎，沉澱溶解，用水將瓶沖洗，加酚酞指示劑數滴，用 0.1N 標準 HCl 或 HNO<sub>3</sub> 將過量之 NaOH 溶液滴定至淡紅色消失爲止。

$$\text{黃磷, \%} = \frac{\text{實耗 0.1N NaOH 標準溶液之 ml 數} \times 0.01347}{\text{試樣之重 (g)}}$$

7. 赤磷：稱試樣約 0.5 g 於 300 ml 之錐形瓶中，加溴飽和硝酸溶液(比重 1.38 之 HNO<sub>3</sub> 以溴水飽和之) 30 ml 以漏斗插入瓶口靜置 1 小時，移於蒸汽浴上加熱，至溴所呈之赤色消失爲止，冷後加氯酸鉀約 1g 及比重 1.18 HCl 30 ml，置放 10 分鐘，將漏斗除去，慢慢加熱煮沸，濃縮至 5 ml 爲止，加水 200 ml，微熱後冷卻，濾過，用水沖洗，聚濾液及洗液於 500 ml 量瓶中，加水至滿刻度，用量管移取溶液 25 ml 於 200 ml 之燒杯中加檸檬酸(Citric acid) 0.5 g 以溴瑞香草酚藍(溶 0.1 g Bromthymol blue 於 20 ml 95% 酒精中，加水至 100 ml) 數滴爲指示劑，用 NH<sub>4</sub>OH (比重 0.9) 中和，一面攪拌，一面緩緩加入鎂劑混合液(溶 MgCl<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O 約 50g 及 NH<sub>4</sub>Cl 約 100 g 於 800 ml 之水中，以酚酞爲指示劑，加比重 0.9 NH<sub>4</sub>OH 至呈濃紅色爲止，放置兩天，沉澱生成時濾過，濾液加 1:1 HCl 至紅色

(共 2 頁)

公布日期  
54 年 4 月 28 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)