

Method of Test for Sodium Oxalate of Industrial Grade

1. 適用範圍：本標準規定工業級草酸鈉之檢驗法。
2. 取樣：每一批不得超過 5,000 公斤，自每批選出百分之十容器為該批之代表而取樣，如每批少於 100 個容器，則至少取十個或將所有的容器均行取樣。取樣法可用杓子從已選定的每個容器中之不同部份取出少許樣品，使初選樣品共約重 $\frac{1}{4}$ 公斤。將此初選樣品混合均勻，再取出 100 公克放入一瓶子裡，把每個瓶子作記號以便能知道那個瓶子內的物質是從那個容器取出的。剩餘的各樣品，各秤取約 100 公克，把這些樣品混合均勻後，再四等分直至這合成的樣品差不多等於 $\frac{1}{4}$ 公斤。把合成的樣品放入具有橡皮塞子的瓶子內而註明標號，以便知道原料，製造商，工廠，合同或定貨單號碼，這批之數量，批號。
3. 檢查：除另有特別規定外，檢查應在交貨時施行之。
4. 試驗：下列試驗應在公立檢驗機構為之，除非合同或定貨單中另有特別規定。
 - 4.1 含水量：取大約 5 公克的樣品放入一玻璃稱瓶內，精確稱其重量。在 105°C 放一小時使之乾燥，再放入除濕器內使冷卻，然後再稱其重量，計算其失去之重量為樣品內含水量之百分率 (%)。
 - 4.2 草酸鹽之純度：在一 600 ml 燒杯內放 0.30 公克樣品，再加入 9% H_2SO_4 250 ml (此 H_2SO_4 必須要先使沸騰 10 至 15 分鐘，然後冷卻至 $27^{\circ} \pm 3^{\circ}\text{C}$) 攪拌之，直到草酸鹽已經溶解，當在慢慢攪拌時，以每分鐘 25 至 35 ml 的速率加入 39 至 40 ml 0.1 N 的 KMnO_4 溶液，放着使溶液粉紅色消失，假如粉紅色支持數分鐘而不消失，則表示 KMnO_4 過量這時則放棄這實驗，而再開始作另一個實驗，但是此時加較少數 ml 的 KMnO_4 溶液，當粉紅色消失後，把溶液加熱到 55°C 至 60°C ，然後再以 KMnO_4 標準溶液滴定，一直滴定到有微紅色出現而能保持 30 秒為止，在加最後 0.5 至 1 ml 滴定液時要特別注意，在加下滴定前要使前一滴顏色消失再加，測定需要多少超量的 KMnO_4 才能使樣品溶液染成粉紅色，須作一空白滴定，用等體積的稀硫酸溶液，在 55°C 至 60°C 滴定至使其顏色與滴定的樣品之溶液相配。以乾基計算 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 的百分率 (%)，其計算法如下：

$$\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4, \% = \frac{6.7 \text{VN}}{W}$$

式內，V = KMnO_4 溶液用于滴定正確體積 (ml)

N = KMnO_4 溶液之規定濃度。

W = 乾樣品重量 (公克)。

- 4.3 不溶物：在室溫之下溶 10 公克樣品於 400 ml 的蒸餾水中，在坩堝過濾器中過濾而收取不溶解物質在同樣溫度下以蒸餾水洗之，(差不多 100 ml H_2O) 將坩堝與其內的殘餘物在 105°C 之溫度下熱一小時。再放在除濕器內冷卻之，然後再稱其重量。計算其增加之重量為樣品中不溶物的重量百分率 (%)。
- 4.4 草酸氫鈉：溶將近約 10 公克的樣品在大約 350 ml 剛沸騰的熱蒸餾水中以 0.1 N NaOH 溶液滴定之，以酚酞為指示劑，計算草酸氫鈉在樣品中的百分率：

$$\text{草酸氫鈉}, \% = \frac{11.2 \text{VN}}{W}$$

式內，V = 所用 NaOH 的 ml 數

N = NaOH 之規定濃度

W = 樣品重量 (公克)

- 4.5 顆粒：精確的秤取約 100 公克樣品，將它放在指定的一組篩子上，並且疊在一有底的盤子上，在每一個篩子上放一金屬墊圈，加蓋後用手搖十分鐘或用機器振盪器搖五分鐘，(此振盪器要調節到每分鐘有 300 ± 5 旋轉及 150 ± 10 輕叩) 然後稱量在各篩子或通過篩子樣品的重量，而計算所要求的百分率。