

## Method of Test for Potassium Chromate (Technical Grade)

1. 適用範圍：本標準規定工業級鉻酸鉀之檢驗法。
2. 游離鹼 (以 KOH 計)：稱準試樣約 1 公克於燒杯中，加已沸之水 50 公撮，冷至 15°C 時，加酚酞指示劑 2 滴，以 N/10 標準鹽酸溶液滴定之，其消耗量應不超過 0.6 公撮。  
N/10 鹽酸 1 公撮 = 0.0056 公克 KOH。
3. 氯：稱準約 2 公克試樣於燒杯中，加水 60 公撮，煮沸，加 10% 醋酸鉍 4 公撮，及 1:2 醋酸 0.2 公撮，滴入 25% 醋酸鉛溶液至沉澱完成，煮沸，冷後，濾過，聚濾液於 100 公撮量瓶中，加水恰至刻度，取濾液 25 公撮 (= 0.5 公克試樣) 加 1:2 硝酸 5 公撮，2% 糊精溶液 0.2 公撮及 2% 硝酸銀 1 公撮，放置 15 分鐘，與標準溶液比較，標準液用 10% 醋酸鉍 1 公撮，1:2 醋酸 1 滴，醋酸鉛溶液 (醋酸鉛 1.5 公克 + 水 6 公撮)，每公撮含 0.01 公絲 (mg) 氯之 NaCl 溶液 2.5 公撮及水 25 公撮與上試液同樣操作後，比較其混濁度，應不超過標準液。
4. 硫酸鹽：稱準試樣約 2.5 公克，加水 25 公撮，2:1 鹽酸 13 公撮，95% 酒精 13 公撮，於迴流冷凝器下加熱 1 小時。煮沸至乙醛味消失為止。加熱水 200 公撮，再加 2:3 氫氧化鉍 25 公撮，冷卻後，移入 500 公撮量瓶中，加水恰至刻度，用乾濾紙濾過，取濾液 40 公撮 (相當 0.2 公分試樣)。置熱水鍋上蒸發乾涸，再置電熱器上至鉍鹽揮發殆盡。加 2:1 鹽酸 0.3 公撮，再加水至 25 公撮，加 95% 酒精 3 公撮，10% 氯化鉍溶液 2 公撮，置放 30 分鐘後與標準溶液比較混濁度。標準液用 2:1 鹽酸 1 公撮，95% 酒精 1 公撮，2:3 氫氧化鉍 2 公撮，置熱水鍋上蒸發至乾，再於電熱器上揮發鉍鹽，加硫酸鹽每公撮含硫酸根 0.01 公絲標準溶液 12 公撮，再加水至 25 公撮後，依照上項方法配製，於 30 分鐘後，比較其混濁度，應不超過標準液。
5. 鋁：稱準試樣約 5 公克，加水 90 公撮，溶解後，取試液 30 公撮 (= 1.67 公克試樣)。煮沸，加 2:3 氫氧化鉍 8 公撮。置熱水鍋上加熱，至無氨臭。濾過，用熱水沖洗。沉澱用 2:1 鹽酸 2 公撮，及水 8 公撮溶解，上用 1/10 鹽酸溶液沖洗。將濾液及洗液蒸發至乾，加水溶解，沖洗於 100 公撮量瓶中，加水恰至刻度，取試液 10 公撮 (0.167 公克試樣) 加 25% 醋酸鉍溶液 5 公撮，醋酸 1.5 公撮，加水至 20 公撮，加 1% 鋁試劑 (aluminon) 溶液 2 公撮，5 分鐘後，加醋酸鉍溶液 10 公撮，與標準溶液作比色檢驗。標準溶液用 2:3 氫氧化鉍 0.8 公撮，及 2:1 鹽酸 3 公撮，置熱水鍋上蒸發乾涸，加水 5 公撮，加每公撮含鋁 0.01 公絲之標準溶液 5 公撮，25% 醋酸鉍溶液 5 公撮，醋酸 1.5 公撮，加水至 20 公撮，以下按照上述手續作比色檢驗，應不超過標準溶液之色度。
6. 鈣：稱準試樣約 0.5 公克，加水 600 公撮，煮沸，加 10% 醋酸钠溶液 2 公撮，1:2 醋酸 0.2 公撮，一面攪拌，一面滴加硝酸銀溶液 (1.5 公克 + 水 20 公撮)，煮沸，冷後加水至 0.70 公撮稀釋，濾於 200 公撮量瓶中，加水恰至刻度。取試液 100 公撮 (= 0.25 公克試樣)，蒸發至約為 25 公撮，加 2:1 鹽酸 2 公撮，置熱水鍋上加熱並慢慢攪拌之，冷後濾過，用 1/1000 鹽酸溶液沖洗。將濾液及洗液蒸發至乾加醋酸 1 公撮及水 30 公撮，濾過，取濾液 15 公撮 (= 0.125 公克試樣) 用 2:3 氫氧化鉍中和後，多加 2 公撮，加水至 20 公撮，加 95% 酒精 5 公撮，4% 草酸鉍溶液 2 公撮，1 小時後與標準液比較混濁度。取每公撮標準溶液含鈣 0.01 公絲 5 公撮，加 10% 醋酸钠溶液 1 公撮，1:2 醋酸 0.1 公撮，硝酸銀 0.75 公克，加水 20 公撮，煮沸，加 2:1 鹽酸 2 公撮，在熱水鍋上慢慢攪拌加溫，冷後濾過，用 1/1000 鹽酸沖洗。將濾液及洗液置熱水鍋上蒸乾，加醋酸 1 公撮，加水至 30 公撮後，以下按照上述手續而後比色，其白濁度應不超過標準試液。
7. 純度：稱準試樣約 1 公克，加水 100 公撮，取 20 公撮 (0.2 公克) 於有塞之錐瓶中，加碘化鉀 3 公克，2:1 鹽酸 6 公撮，蓋住，置於暗處約 10 分鐘，加水 200 公撮，以澱粉溶液為指示劑，用 N/10 硫代硫酸鈉標準溶液滴定之。同時須作空白試驗，加以補正。N/10 硫代硫酸鈉溶液 1 公撮等於 0.006474 公克  $K_2CrO_4$ 。