

Method of Test for Tricresyl Phosphate (99% Grade)

1. 適用範圍：本標準適用於磷酸三甲苯酯(99%級)檢驗法。

2. 檢驗法：

2.1 比重：依 CNS 2618 工業用乙酸(醋酸)酯溶劑檢驗法第 10 節比重檢驗法。

2.2 顏色：依 CNS 2618 第 3 節顏色檢驗法。

2.3 揮發物檢驗法：

2.3.1 儀器：

2.3.1.1 烘箱：溫度控制在 $105 \pm 5^\circ\text{C}$ 。

2.3.1.2 培養皿：直徑 100 mm 之平底鋁皿、玻璃皿、或瓷皿。

2.3.2 方法：

2.3.2.1 取一平底鋁皿、玻璃皿、或瓷皿於 $105 \pm 5^\circ\text{C}$ 之烘箱內 1 小時，然後取出於乾燥器內放冷後，稱重稱準至 0.01 g。取約 25 g 樣品均勻分散於皿底，兩稱重之，稱準至 0.01 g，再將此置於 $105 \pm 5^\circ\text{C}$ 之烘箱內 3 小時，取出於乾燥器內放冷，再稱重之，稱準至 0.01 g。

2.3.2.2 計算：

$$\text{揮發物 (\%)} = \left(\frac{S - R}{S} \right) \times 100$$

S = 樣品重 (g)

R = 加熱後樣品重 (g)

2.4 高錳酸鉀試驗：依 CNS 1419 丙酮檢驗法第 2.10 節高錳酸鉀試驗。

2.5 不皂化物檢驗：

2.5.1 儀器：

2.5.1.1 回流裝置：—250 ml 附有 24/40 標準磨砂接頭之錐形瓶再接到一回流冷凝管 (Allihn type reflux Condenser)，此回流冷凝管。也附有一 24/40 標準磨砂接頭。

2.5.1.2 分液漏斗：250 ml。

2.5.1.3 蒸發皿：120 ml 瓷皿或玻璃皿。

2.5.1.4 蒸汽浴。

2.5.1.5 烘箱：溫度可控制，並能保持溫度在 $75 \pm 5^\circ\text{C}$ 。

2.5.2 試劑：用試藥級：

2.5.2.1 石油醚—沸點範圍 $30 \sim 65^\circ\text{C}$ 。

2.5.2.2 氫氧化鈉(粒)。

2.5.3 方法：

2.5.3.1 取約 30 ml 水置於 250 ml 錐形瓶，小心地加約 10 g 氫氧化鈉，慎搖錐形瓶使溶解後冷卻至室溫。

2.5.3.2 稱 10 g 樣品稱準至 0.01 g 放入錐形瓶，再放入少許沸石，將此瓶接到回流冷凝管，並回流 1 小時。

2.5.3.3 作用完後，移開熱源，用 50 ml 水洗冷凝管並收集洗液於錐形瓶。

2.5.3.4 將錐形瓶放冷至室溫後，將其內容物放入—250 ml 分液漏斗。每次用 25 ml 石油醚萃取皂化物，共萃取三次，分離石油醚層時，勿使水層滲入。

2.5.3.5 收集萃取物，並置於—120 ml 蒸發皿，稱準至 0.01 g 在蒸汽浴上蒸發至乾。將蒸發皿之底部擦乾，並置於溫度保持在 $75 \pm 5^\circ\text{C}$ 之烘箱內 1 小時。然後在乾燥器內放冷，再稱重，稱準至 0.01 g。

2.5.4 計算：

$$\text{不皂化物 (重量\%)} = \left(\frac{R}{S} \right) \times 100$$

R = 蒸發後之殘渣重 (g)

S = 樣品重 (g)

2.6 水分：依 CNS 2618 第 7 節水分檢驗法。

2.7 酸度：依 CNS 2618 第 8 節酸度檢驗法。

2.8 嗅味：依 CNS 2618 第 6 節嗅味檢驗法。