

中華民國國家標準

CNS

白雲石中氧化磷定量法

(甲基異丁基酮吸光光度法)

總號 9 4 2 7

類號 M3109

Method for Determining Phosphorus Pentoxide in Dolomite
(MIB K Absorptiometric Method)

1. 適用範圍：本標準規定白雲石中氧化磷之定量方法。
2. 一般事項：本定量方法之一般事項，依 CNS 9179 (化學分析通則) 及 CNS 6494 (吸收光度分析法通則) 之規定。
3. 試樣：將試樣粉碎，使全部通過試驗篩 0.149 mm CNS 386 (相當於 100 目)，並在 105~110°C 之電恒溫乾燥箱中乾燥約 1 小時。
4. 分析值之整理方法：分析值以百分率表示，並依 CNS 2925 (規定極限值之有效位數指示法) 整理至小數點下三位。
5. 定量法：本定量法依甲基異丁基酮萃取吸光光度法實施。
 - 5.1 要點：將試樣用過氯酸處理，除去二氧化矽後，加鈳酸鉍及鉬酸鉍使其呈色，以光度計測定波長 460 nm 之吸光度。若氧化磷之含量在 0.03% 以下時，分取顯色液之一部份，用甲基異丁基酮萃取磷、鈳、鉬酸鹽，以測定波長 420nm 之吸光度。
 - 5.2 試藥：
 - (1) 過氯酸 (60%)。
 - (2) 鈳酸鉍溶液：將間一鈳酸鉍 5 g 溶解於熱水 500ml 中，冷卻後，加過氯酸 20ml，用水使稀釋成 1 ℓ。
 - (3) 鉬酸鉍溶液 (5w/v%)
 - (4) 甲基異丁基酮。
 - (5) 磷標準溶液 (1 ml = 0.20 mg P₂O₅)：將磷酸二氫鉀 0.384 g 溶解於水，使成正確 1 ℓ 之量。磷酸二氫鉀使用前需在 110°C 之溫度下乾燥 3 小時。
 - 5.3 試樣之稱取量：試樣視氧化磷之含量，依下表稱取。

氧化磷含量 (%)	試樣稱取量 (g)
未滿 0.5	1 g
0.5 以上未滿 1.0	0.5 g
1.0 以上	0.25 g

- 5.4 操作：定量操作依下列步驟實施。
 - (1) 將試樣⁽¹⁾稱取於燒杯 (100 ml) 中，加少量之水使成漿狀，用錶玻璃加蓋，將過氯酸 10ml 從燒杯之邊緣慢慢注入，待激烈的反應完成後，將錶玻璃用少量之水洗後，取去，在砂浴上加熱蒸發，當過氯酸之濃白煙發出時，以錶玻璃加蓋，並繼續加熱約 10 分鐘。
 - (2) 稍為冷卻後，加水約 30ml，立即用濾紙 (II F 11cm) 過濾，用水洗淨數次，濾液用 100ml 量瓶收集，加過氯酸 8 ml，加鈳酸鉍溶液 5 ml，加水使稀釋成 80ml，加鉬酸鉍溶液 10ml，振動混合使其呈色，加水至標線為止。
放置約 30 分鐘後，將溶液之一部份取於光度計之吸收槽⁽²⁾，在波長 460nm 附近，以空白試驗液為對照液，測定其吸光度。
 - (3) 氧化磷之含量在 0.03% 以下時，將呈色液 50ml，正確的分取於分液漏斗 (100 ml)，並將磷標準溶液之一部份正確的稀釋成 10 倍 (1 ml = 0.02 mg P₂O₅) 將其於 0~20ml 間階梯式正確分取於 100ml 之量瓶，將過氯酸 8ml 鈳酸鉍溶液 5 ml，用水稀釋成約 80 ml，加鉬酸鉍溶液 10ml，振動混合，使其顯色，並加水至標線為止，放置約 30 分鐘後，將呈色液 50ml，正確

(共 2 頁)

公布日期
71 年 9 月 8 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)