

中華民國國家標準

CNS

天然及人造冰晶石與工業用氟化鋁中磷定量法

(還原鉬磷酸鹽吸光光度法)

總號 10123

類號 M3124

Method for Determining Phosphorus Content in Natural and Artificial  
Cryolite and Aluminium Fluoride for Industrial Use  
(Reduced Molybdophosphate Photometric Method)

1. 適用範圍：本標準規定以還原鉬磷酸鹽光度法定量天然及人造冰晶石及用於生產鋁之氟化鋁中之磷含量。  
本法亦可應用於磷（以  $P_2O_5$  表之）含量等於或大於 0.002%（%）之產品。
2. 要 點：加碳酸鈉及硼酸之混合劑，使試樣成鹼性熔化，以硝酸溶解熔化物。  
使用氫氧化鈉溶液中和適量之原試液，於 pH 為 0.3 或稍低之情況下，使前述溶液與酸性鉬酸鉍溶液反應以生成鉬磷酸鹽錯合物。  
以偏亞硫酸鈉與 4-胺基-3-羥基茶-1-磺酸混合液還原錯鹽，再於波長約 662 nm 處做吸光度測定。
3. 試 藥：使用 CNS 試藥級試藥及蒸餾水或其相當純度之水。
  - 3.1 碳酸鈉：無水者。
  - 3.2 硼酸。
  - 3.3 硝酸：約 515g/l 之溶液  
以水稀釋 540 ml 硝酸溶液（ $\rho$  約 1.40g/ml，約 68%），並使全量為 1000 ml 混勻之。
  - 3.4 鉬酸鉍：25 g/l 酸性溶液  
以約 60°C 200 ml 冰溶解四水鉬酸鉍  $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$  25 g，冷卻後以約 490 g/l 之硫酸溶液稀釋至 1000 ml，將所得溶液移入不含磷之材料所製之試藥瓶中備用。
  - 3.5 還原溶液：將 1.75 g 之亞硫酸鈉 ( $Na_2SO_3$ ) 溶於 20 ml 之水中，再加 0.35 g 之 4-胺基-3-羥基茶-1-磺酸 ( $C_{10}H_9NO_4S$ )。  
另以 200 ml 水溶解 22.5 g 之無水二亞硫酸鈉 ( $Na_2S_2O_5$ ) 將上述二溶液移入 250 ml 量瓶中，稀釋至標線並混勻。
  - 3.6 氫氧化鈉：約 400 g/l 之溶液。
  - 3.7 磷標準溶液：相當於每公升含  $P_2O_5$  0.100 g 稱取，0.1944 g（至 0.0001 g）之一水磷酸二氫鈉 ( $NaH_2PO_4 \cdot H_2O$ ) 溶於水中，將全部溶液移入 1000 ml 量瓶中，稀釋至標線並混勻。本標準溶液 1 ml 含  $P_2O_5$  0.100 mg。
  - 3.8 磷標準溶液：相當於每公升含  $P_2O_5$  0.010 g  
量取 50 ml 標準磷溶液 (3.7) 置於 500 ml 量瓶中稀釋至標線並混勻。  
本標準溶液 1 ml 含  $P_2O_5$  0.010 mg。
  - 3.9 酚酞：10g/l 溶液，以 95% (V/V) 乙醇製成。
4. 設 備：
  - 4.1 一般實驗室設備。
  - 4.2 鉑坩堝或鉑皿：底部直徑約 60 mm，上部直徑約 80 mm，深約 35 mm，附鉑蓋。
  - 4.3 瓦斯燃燒器，能達 800°C 者。
  - 4.4 分光光度計。
  - 4.5 光吸收計：配以濾光器以使波長約 662 nm 處有最大透光。
5. 分析程序：
  - 5.1 檢量線之製作：
    - 5.1.1 標準比色溶液（使用 4 或 5 cm 厚之吸收槽實施測光之用）之調製：取六個 100 ml 量瓶，按下表所示劑量分別加入標準磷溶液 (3.8)。

(共 2 頁)

公 布 日 期  
72 年 3 月 10 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)