

中華民國國家標準	<b>紙漿與紙中錳含量之檢驗法</b> (過碘酸鈉比色法與原子吸收光譜法)	總號	9 3 2 2
<b>CNS</b>		類號	P3054

Method for determination of manganese content in pulp and paper —  
Sodium periodate photometric and flame atomic absorption spectrometric  
methods

1. 適用範圍：本標準規定紙漿與紙中錳含量之檢驗法。本標準中包括紙漿與紙中錳含量之兩種測定方法——過碘酸鈉比色法以及原子吸收光譜分析法。這兩種方法適用於各種紙漿與紙，並且得到的結果相似。
2. 方法一：過碘酸鈉比色法
  - 2.1 原理：將紙漿或紙張試樣灰化中之灰分溶於鹽酸中，以存於磷酸中之過碘酸鈉，使灰分中二價錳(II)氧化成七價錳(VII)。在以分光光度計測定波長 525 nm 附近之吸光度。
  - 2.2 試藥
    - 2.2.1 亞硫酸鈉溶液( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ )：配製為 50 g/L 濃度。
    - 2.2.2 鹽酸溶液 (HCl)：配製為 6 N 之溶液。
    - 2.2.3 過碘酸鈉-磷酸溶液：每 1 L 中含有 50 g 之過碘酸鈉 ( $\text{NaIO}_4$ ) 與 200 mL 之 1.70 g/mL 磷酸 ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ )。
    - 2.2.4 標準錳(Mn)溶液：相當於每 1 L 中含有 0.1 g 之錳。稱取 0.2749 g 之硫酸錳 ( $\text{MnSO}_4$ )，在 300 °C 下乾燥，移至 1000 mL 之定量瓶中，以蒸餾水溶解，並稀釋至該刻度，均勻混合之。此時標準溶液 1 mL 中含有 0.1 mg 之錳。
    - 2.2.5 標準錳(Mn)溶液：相當於每 1 L 中含有 0.01 g 之錳。自第 2.2.4 節中之標準錳溶液中取 100 mL，移至 1000 mL 之定量瓶中，以蒸餾水溶解，並稀釋至該刻度，均勻混合之。此時標準溶液 1 mL 中含有 0.01 mg 之錳。  
備考：此溶液不穩定，應現場備用並置於暗色瓶中。
  - 2.3 儀器：一般實驗室儀器及分光光度計 (Spectrophotometer) 或光電吸收計 (Photoelectric absorptiometer)；分光光度計或光電吸收計須配備有在 515~535 nm 波長間，具有最大穿透度之濾鏡及有蓋石英槽(或相當功能之試樣槽)。
  - 2.4 試樣的取樣與製備：紙漿依 CNS 2952 [紙漿之取樣法] 之規定取樣，紙張依 CNS 1351 [紙之採樣及樣品調製法] 之規定取樣。將氣乾試樣撕成適當大小之片狀。裁切邊、打孔邊緣處或其他可能遭受金屬污染之部分不得作為試樣。

(共 5 頁)

公布日期  
71 年 8 月 19 日

**經濟部標準檢驗局印行**

修訂公布日期  
91 年 10 月 30 日

## 2.5 步驟

2.5.1 待測試樣數量及絕乾含量：稱取約 10 g 絕乾量試樣兩份，精確至 0.01 g，兩份測定須同時進行。

備考：若已知試樣中錳含量超過 5 mg/kg，稱取試樣約 5 g。

2.5.2 試樣灰化：小心清理矽質或白金坩堝皿，並用細砂紙磨除白金皿上的任何污點。紙漿試樣依 CNS 1356〔木材及紙漿內灰分檢驗法〕，紙張試樣依 CNS 6950〔紙及紙板內灰分檢驗法〕之規定，在坩堝皿中灰化試樣。

2.5.3 空白試驗：在測定試樣之同時，依相同步驟及使用相同數量的藥劑，在僅未加入試樣之條件下，進行空白試驗。

## 2.5.4 製作標準校正曲線圖

2.5.4.1 將標準比色溶液置入光學路徑為 1 cm 長之試樣槽中，測定其吸光度。

準備一系列具刻度之 25 mL 定量瓶，將標準錳溶液依表 1 中所示之不同體積分別裝入各定量瓶中。

表 1 製作標準校正曲線用標準溶液

錳標準溶液 (mL)	相當於錳的質量 (mg)
0*	0
1.0	0.01
2.0	0.02
3.0	0.03
4.0	0.04
5.0	0.05
8.0	0.08
10.0	0.10

\*補償溶液

2.5.4.2 呈色反應：在沒有進一步稀釋的情況下，將定量瓶置於蒸汽浴中加熱溶液，並加入 1 mL 的過碘酸鈉-磷酸溶液於每一個定量瓶中。放置定量瓶於蒸氣浴中達 5 分鐘後，稀釋到 25 mL 刻度線。然後冷卻到  $20 \pm 2$  °C，再一次調整其體積達於刻度線。定量瓶內溶液之溫度差不得超過  $\pm 3$  °C。

2.5.4.3 吸光度測定：以第 2.5.4.1 節中所準備之補償溶液將儀器之吸光度調整歸零後，利用分光光度計測定在 525 nm 波長處之吸光度；或以備有適當濾鏡之光電吸收計測定之。

2.5.4.4 校正標準曲線之繪製：繪製以錳質量(即 25 mL 標準比色溶液中所含錳量)為橫座標，而不同錳質量之相對吸光度值為縱座標之校正標準曲線圖。