

ICS 71.080.40

# 中華民國國家標準

## C N S

### 硫酸 (工業用)

### Sulfuric acid (for industrial use)

CNS 22(草-修  
1120211):2023 K5143

中華民國 34 年 02 月 05 日制定公布  
Date of Promulgation:1945-02-05

中華民國 年 月 日修訂公布  
Date of Amendment: - -

本標準非經經濟部標準檢驗局同意不得翻印



## 目錄

節次	頁次
前言 .....	2
1. 適用範圍[JIS K1321 之 1].....	3
2. 種類[JIS K1321 之 2 +日本硫酸協會之硫酸辭典].....	3
3. 品質 .....	3
4. 取樣 .....	4
4.1 用語及定義[JIS K1321 之 4.1].....	4
4.2 取樣[JIS K1321 之 4.2] .....	5
4.3 樣品標示.....	5
4.4 取樣步驟.....	5
4.5 裝置及器具[JIS K1321 之 4.5].....	6
4.6 取樣步驟[JIS K1321 之 4.6] .....	7
4.7 取樣之注意事項[JIS K1321 之 4.7].....	7
5. 試驗方法.....	8
5.1 一般規定[JIS K1321 之 5.1] .....	8
5.2 比重與密度[JIS K1321 之 5.2].....	8
5.3 硫酸含量 .....	12
5.4 游離硫酸酐含量 .....	16
5.5 灼熱殘量.....	20
5.6 硝酸根離子(NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> )含量 .....	21
5.7 氯(Cl)含量 .....	22
5.8 銨離子 .....	29
5.9 鐵離子(Fe <sup>2+</sup> )含量 .....	32
5.10 銅離子(Cu <sup>2+</sup> )含量 .....	36
5.11 鉛離子(Pb <sup>2+</sup> )含量 .....	38
5.12 錳離子(Mn <sup>2+</sup> )含量 .....	40
5.13 砷離子(As <sup>2+</sup> )含量 .....	43
5.14 硒(Se)含量 .....	48
5.15 碘價 .....	53
5.16 高錳酸鉀還原物(O) .....	55
6. 檢查 .....	56
7. 標示 .....	56
附錄 A (參考)參考之國家標準.....	57
附錄 B (參考).....	58
參考之國際標準 .....	58

## 前言

本標準係依標準法之規定，經國家標準審查委員會審定，由主管機關公布之中華民國國家標準。CNS22:1985 已經修訂，由本標準取代。

依標準法第四條之規定，國家標準採自願性方式實施。但經各該目的事業主管機關引用全部或部分內容為法規者，從其規定。

本標準並未建議所有安全事項，使用本標準前應適當建立相關維護安全與健康作業，並且遵守相關法規之規定。

本標準之部分內容，可能涉及專利權、商標權與著作權，主管機關及標準專責機關不負責任何或所有此類專利權、商標權與著作權之鑑別。

譯注：本草案係參考 JIS K1321:1994 編定，該標準於 1999 年因日本「[硫酸協會](#)」制定其規格而廢止，硫酸之規格由該協會公告行之。硫酸的檢驗法係依據該協會出版之「[硫酸試驗方法-2023 年版](#)」，目前尚無法取得，惟化學分析技術由原理判斷，仍可依據 JIS K1321 之規定。（藍色部分有相關連結）

1. 適用範圍 [JIS K1321 之 1]

本標準規定工業用硫酸，並規定其特性、要求及分析方法。

備考 1. 本標準參考之國家標準參照附錄 A。

備考 2. 本標準參考之國際標準參照附錄 B。

2. 種類 [JIS K1321 之 2 + 日本硫酸協會之硫酸辭典]

硫酸之種類如下：

(a) 稀硫酸

硫酸( $H_2SO_4$ )含量為(60~80)%之硫酸，其產品標稱濃度為 62.5 %、70 %、75 % 及 78 %。早期為硝酸鹽法製備之硫酸，其雜質比接觸式(Contact process)製備之硫酸多，目前多以濃硫酸稀釋方式製備。

(b) 濃硫酸

相對於稀硫酸，硫酸含量為(90~100)%，其為接觸式製備之硫酸，產品標稱濃度為 93 %、95 %及 98 %。

(c) 發煙硫酸

通常產生於接觸式生產設備的第 1 個吸收槽，溶於硫酸中的游離三氧化硫( $SO_3$ )高達 30 %，更高濃度(超過 30 %)的發煙硫酸，係為蒸餾發煙硫酸，其吸收之三氧化硫比發煙硫酸更多。發煙硫酸之游離硫酸酐(即  $SO_3$ )佔(16~35)%，產品標稱濃度為 22 %、25 %及 28 %。

(d) 精製硫酸

低雜質含量的硫酸，供試藥、醫藥、蓄電池等用途使用，通常以接觸式系統中所產生的氣體與純水製備，其製程使用耐酸陶瓷或特殊玻璃製的吸收槽、冷卻器與幫浦。

(1) 精製稀硫酸

硫酸含量為(27~50)%，產品標稱濃度為 34 %。

(2) 精製濃硫酸

硫酸含量為(90~100)%，產品標稱濃度為 95 %與 98 %。

譯注：各項說明係參考硫酸協會的品質表(2020)及日本硫酸協會之硫酸辭典。

3. 品質

依第 5 節試驗時，硫酸的品質應符合表 1 之規定。

[JIS K1321 之 3 + 日本硫酸協會規格]

表 1 硫酸種類及品質要求

要求項目	稀硫酸	濃硫酸	發煙硫酸	精製硫酸	
				稀硫酸	濃硫酸
硫酸或游離硫酸酐(SO <sub>3</sub> )含量(%)	高於標示含量				
加熱殘分(%)	0.05 以下	0.05 以下	0.05 以下	0.005 以下	0.001 以下
硝酸根離子(NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> )(%)	--	--	--	0.001 以下	0.0001 以下
氯離子(Cl <sup>-</sup> )(%)	--	--	--	0.001 以下	0.00005 以下
銨離子(NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> )(%)	--	--	--	0.001 以下	0.0001 以下
鐵(Fe)(%)	0.03 以下	0.03 以下	0.03 以下	0.001 以下	0.0001 以下
銅(Cu)(%)	--	--	--	0.001 以下	--
鉛(Pb)(%)	--	--	--	--	0.0003 以下
錳(Mn)(%)	--	--	--	0.00005 以下	--
砷(As)(%)	--	--	--	0.0001 以下	3×10 <sup>-6</sup> 以下
硒(Se)(%)	--	--	--	--	0.0001 以下
碘價(以 SO <sub>2</sub> 計)(%)	--	--	--	--	0.002 以下
過錳酸鉀還原物質(以氧計)(%)	--	--	--	0.0003 以下	--

#### 4. 取樣

##### 4.1 用語及定義 [JIS K1321 之 4.1]

(a) 代表性樣品

從整體取出部分的樣品，其能代表一批產品之平均品質。

(b) 頂部樣品

自液面下約 150 mm 處採取之樣品。

(c) 上層樣品

自容器內硫酸上層深度約 1/3 部位中央(亦即液面下方 1/6 處)所採取之樣品。

(d) 中層樣品

自容器內硫酸深度中間部位的中央(亦即液面下方 1/2 處)所採取之樣品。

(e) 底層樣品

自容器內硫酸下層深度約 1/3 部位中央(亦即液面下方 5/6 處)所採取之樣品。

(f) 全層樣品

自容器內硫酸所有層所採取之樣品。

4.2 取樣 [JIS K1321 之 4.2]

每批次應從下列容器中取樣。

(a) 小型容器：聚乙烯罐、桶

(b) 大型容器：濃酸罐拖車、濃酸罐車、運酸船、儲酸槽

4.3 樣品標示

每個樣品應於容器上以適當方式標示取樣日期、取樣批次，以供識別。

4.4 取樣步驟

自小型容器或大型容器中依下列步驟取樣。

(a) 小型容器

以亂數篩、亂數表或其他方式，隨機選取表 2 所列之容器數量，從中採集全層樣品並混合，以得到代表性樣品。

表 2 取樣數量

容器個數	取樣數
1~10	1
11~100	2
101~300	3
301~500	4
501 以上	5

(b) 大型容器

(1) 容器內取樣

由容器內取樣時，應分別從頂部、上層、中層與底層取樣。

應以取樣器(圖 1)分別於頂部、上層、中層、下層取樣，濃酸罐拖車、濃酸罐車取至少 1 個樣品，運酸船與槽車至少取 2 個樣品，當取 1 個樣品時，直接以此樣品為代表性樣品，如果取 2 個以上樣品，則將其混合作為代表性樣品。

(2) 從輸送管取樣

在管道中以取樣器於硫酸流動時取樣，濃酸罐拖車、濃酸罐車至少取樣 1 次，運酸船與槽車至少要在不同時間取樣 2 次，當取 1 個樣品時，直接以此樣品為代表性樣品，如果取 2 個以上樣品，則將其混合作為代表性樣品。

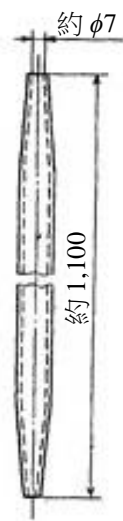
備考：從濃酸的上方取樣有許多安全措施上的問題，因此最好儘可能從輸送管中取樣。 [JIS K1321 之註 1]

4.5 裝置及器具 [JIS K1321 之 4.5]

儀器與裝置的形狀如圖 1~圖 3 所示，並應以適當的材料製成，例：鉛、聚氯乙烯、聚乙烯、聚乙炔、含氟聚合物、鋼或玻璃。

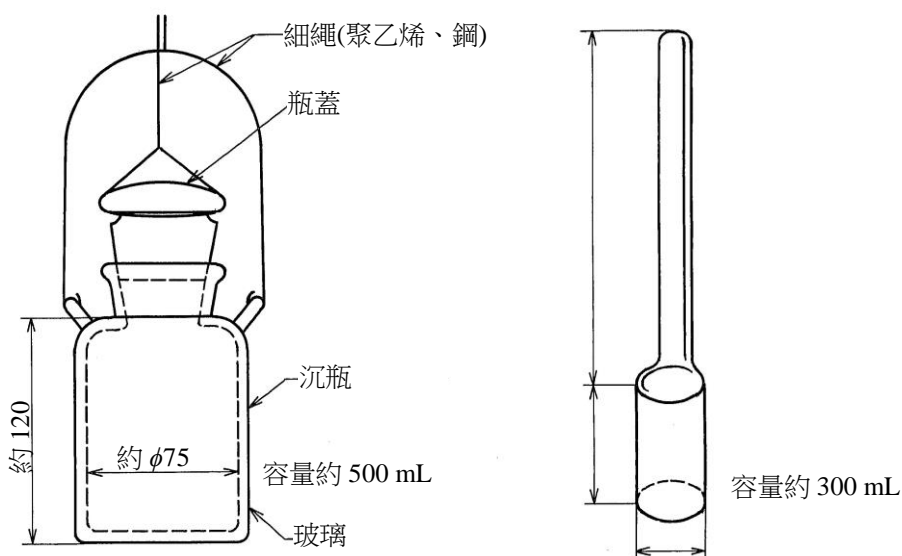
- (a) 小型容器取樣器：如圖 1 所示。
- (b) 大型容器取樣器：如圖 2 所示。
- (c) 輸送管取樣裝置：如圖 3 所示。

單位：mm



備考：容量約 130 mL

圖 1 小型容器取樣器示例(玻璃製)



(1) 廣口瓶採樣瓶(玻璃製)

(2) 長勺(氟樹脂)

圖 2 大型容器取樣器示例



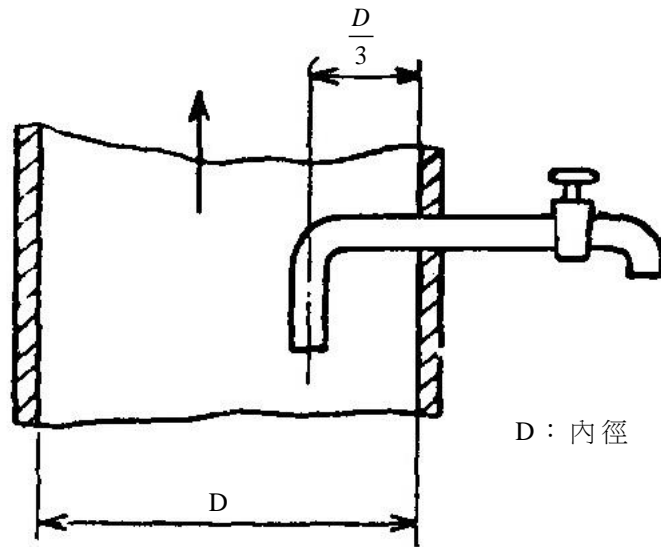


圖 3 大型容器輸送管取樣器示例

#### 4.6 取樣步驟 [JIS K1321 之 4.6]

取樣步驟如下，應取 200 mL 代表性樣品。

##### (a) 從小型容器中取樣

將小型容器取樣器(圖 1)上端開放，垂直放進容器中，觸及容器底部後，堵住取樣器上端開口並抽出，移至樣品容器中，並將容器蓋緊。再重複此操作 2 次。

##### (b) 從大型容器中取樣

###### (1) 容器內取樣

打開瓶蓋，將大型容器取樣器連蓋一併浸至規定的深度位置，俟裝滿硫酸樣品後，**閉上蓋將其拉起**，移入樣品容器中並蓋緊容器蓋，如果是精製硫酸，則可用勺子浸入硫酸中，取勺上的樣品。

備考：一般而言，禁止由濃酸罐車與濃酸罐拖車的抽酸管取樣。

###### [JIS K1321 之註 2]

*譯注：底線部分請技術委員會時討論是否應加入*

###### (2) 從輸送管取樣

從輸送管取樣時，應先旋開閥門，讓硫酸流出並將閥門與管道充分沖洗後。將閥門微開，以樣品容器搜集樣品並封閉容器。

備考：硫酸在低溫下會結晶。 [JIS K1321 之註 3]

#### 4.7 取樣之注意事項 [JIS K1321 之 4.7]

取樣時應注意下列事項：

##### (a) 在高處作業，例：濃酸儲存裝置的取樣，應注意墜落風險。

如果是堆疊容器，也會有坍塌的風險，因此要小心。

- (b) 如果從輸送管取樣，會有硫酸洩漏的風險，所以要確認取樣的體積，並要適當調整流速。
  - (c) 如果發生意外，要確保取樣場所的安全，要考慮使用閥或類似裝置提供留宿的調整。
  - (d) 要有盛接裝置，可蒐集任何洩漏的硫酸，並防止硫酸噴濺，以保護取樣者。
  - (e) 取樣容器應適合運輸，且要為不易碎的構造。
  - (f) 低濃度的硫酸會腐蝕鐵並產生氫氣，氫氣會產生爆炸，所以要小心。
- 備考：硫酸在許多法規列為有害物質、特定化學物質及腐蝕性物質，需要非常小心。

## 5. 試驗方法

### 5.1 一般規定 [JIS K1321 之 5.1]

除下列規定外，尚應符合 CNS 9179 與 CNS 1501 之規定。

- (a) 原則上使用稱量瓶稱取試樣。

除硫酸含量及游離硫酸酐含量的測定外，試樣質量可用吸量管或類似裝置，取特定體積並量測該試樣比重決定。

- (b) 通常，同一樣品應進行兩次平行試驗。

### 5.2 比重與密度 [JIS K1321 之 5.2]

#### 5.2.1 比重

- (a) 比重係以液體比重計量測，以 20 °C/20 °C 的比重表示。

備考：稀硫酸、濃硫酸及發煙硫酸可以用 15 °C/4 °C 的比重表示，而發煙硫酸可以用 15 °C/4 °C 或 35 °C/4 °C 的比重表示。

- (b) 裝置及設備

裝置及設備應符合下列規定。

- (1) 液體比重計

應符合 CNS 4894 之規定，其器差已知，儀器之器差依 CNS 8834 之 4.1.2 備考 2 計算獲得。

備考：使用前要徹底清洗，以便於讀取彎月面。 [JIS K1321 之註 3]

- (2) 溫度計

細刻度為 0.5°C 或更細的水銀溫度計，須經標準溫度計事先校正。

- (3) 具導流口之玻璃量筒

內徑比較液體比重計最大直徑大 25 mm 以上，高度應於液體比重計放入量筒後，能使比重計下端距離量筒底部 25 mm 以上。

- (4) 攪拌棒

玻璃製，能充分攪拌液體，消除液體的比重差異。

- (5) 恆溫浴

能維持試樣於 (20.0 ± 0.5) °C。

(c) 步驟

- (1) 以不會摻進氣泡的方式，使用量筒取適當量的試樣。
- (2) 以攪拌棒充分攪拌後，插入溫度計至接近刻度顯示的位置，並量測試樣溫度。  
備考 1. 此種情況下，應注意長時間或劇烈攪拌，試樣會吸水或釋出游離硫酸酐。 **JIS K1321 之註 4**  
備考 2. 可將量筒置於規定的恆溫水浴中測定比重，在(d)的計算中以  $S_2 = S_3$  進行計算。 **JIS K1321 之註 5**
- (3) 輕輕捏住液體比重計頂部，在小心不產生氣泡下，使其漂浮在試樣中。
- (4) 在液體比重計靜止直立時，將其壓入液體中 2 個刻度然後釋放。
- (5) 當液體比重計靜止時，在無觸碰量筒內壁的情形下，讀取液面上緣之細刻度讀值。
- (6) 重複量測(2~3)次，取其平均值作為液體比重計之讀值，該(2~3)次量測值與平均值之差異，應在細刻度的範圍內(亦即小於 1 個細刻度)。

(d) 計算

當以規定的液體比重計於  $t$  °C 下測定比重，則依下式計算 20 °C/20 °C 之比重。

$$\Delta S = 0.000025 \times S_1(15-t) \dots\dots\dots (1)$$

$$S_2 = S_1 + \Delta S \dots\dots\dots (2)$$

$$S_3 = S_2 - (20-t)k \dots\dots\dots (3)$$

$$S_4 = \frac{S_3}{0.99823} \dots\dots\dots (4)$$

式中，  $\Delta S$  : 以 15°C/4°C 校正的液體比重計，於  $t$  °C 測定比重時之修正值。

$S_1$  : 液體比重計的測試讀值

$t$  : 測定時的溫度(°C)

0.000025 : 液體比重計的熱膨脹係數

$S_2$  :  $t$  °C/4°C 之比重

$S_3$  : 20°C/4°C 之比重

$k$  : 非 20°C 下測試時，稀硫酸、濃硫酸、精製硫酸依表 3 之修正值，或發煙硫酸依表 4 按比例之修正值。

$S_4$  : 20 °C/20 °C 之比重

0.99823 : 20 °C 水之比重

合併上述公式，可得到 20 °C/20 °C 比重之通式：

$$S_4 = S_1 \times \frac{1 + 0.000025(15 - t)}{0.99823} - \frac{(20 - t) \times k}{0.99823} \dots\dots\dots (5)$$

備考：修正值  $k$  係由計算得到，計算範例如下：

範例：液體比重計讀值為 1.235，量測溫度為 18 °C，依下列步驟使用表 3 得

到稀硫酸的修正值  $k$ 。

(a) 計算 15 °C 時的修正值  $k_1$

15 °C 液體比重計讀值為 1.220 時， $k'_1$  為 0.00068

15 °C 液體比重計讀值為 1.240 時， $k''_1$  為 0.00072

因此，當 15 °C 液體比重計讀值為 1.235 時，

$$k_1 = 0.00068 + (0.00072 - 0.00068) \times \frac{1.235 - 1.220}{1.240 - 1.220} = 0.00071$$

(b) 計算 25 °C 時的修正值  $k_2$

25 °C 液體比重計讀值為 1.220 時， $k'_2$  為 0.00064

25 °C 時，液體比重計讀值 1.240 之修正值  $k''_2 = 0.00064$ 。

因此，25 °C 時的液體比重計讀值為 1.235 之修正值  $k_2 = 0.00064$ 。

(c) 計算 18 °C 時液體比重計讀值為 1.235 的修正值  $k$

25 °C 液體比重計讀值為 1.220 時， $k_2$  為 0.00064

$$k = 0.00071 - (0.00071 - 0.00064) \times \frac{18 - 15}{25 - 15} = 0.00069$$

依下式計算 20°C 時之 20°C/20°C 比重：

$$S_4 = \frac{S_1 \times [1 + 0.000025 \times (15 - 18)]}{0.99823} - \frac{(20 - 18) \times 0.00069}{0.99823}$$

$$= 1.00170 \times S_1 - 0.00138$$

式中，0.00069 係公式(5)中的  $k$  值。

譯注：最後的公式係由公式(5)代入各適合值，請書面審查委員確認是否正確。

表 3 稀硫酸、濃硫酸與精製硫酸比重之溫度修正值(10<sup>-5</sup> °C)

單位：°C

比重計 讀值	量測溫度						比重計 讀值	量測溫度					
	10	15	25	30	40	50		10	15	25	30	40	50
1.200	66	68	60	63	64	64	1.740	103	102	96	98	97	97
1.220	67	68	64	65	66	66	1.760	107	108	100	100	100	100
1.240	70	72	64	66	67	67	1.780	109	110	100	101	102	101
1.260	71	74	66	68	68	68	1.800	108	110	100	102	102	101
1.280	72	72	68	69	70	69	1.810	108	110	98	101	101	100
1.300	73	74	68	70	70	70	1.820	106	108	96	99	100	100
1.320	73	74	68	70	70	71	1.830	104	106	94	97	98	97
1.340	74	76	70	71	71	71	1.832	103	104	94	95	96	96
1.360	75	78	72	72	72	71	1.834	103	104	94	97	98	97

比重計 讀值	量測溫度						比重計 讀值	量測溫度					
	10	15	25	30	40	50		10	15	25	30	40	50
1.380	75	78	72	73	72	73	1.836	101	102	94	95	96	95
1.400	76	78	74	74	74	73	1.838	100	102	92	94	95	94
1.420	78	80	70	74	74	74	1.839	100	102	92	94	94	94
1.440	79	82	72	75	75	75	1.840	100	102	90	93	94	93
1.460	81	82	74	77	76	76	1.8405	100	102	90	93	94	93
1.480	82	80	76	77	78	77	1.8410	100	104	90	93	94	93
1.500	82	82	78	79	79	78	1.8415	100	104	90	93	94	92
1.520	85	86	78	79	80	79	1.8410	100	102	90	93	94	92
1.540	86	88	78	80	80	80	1.8405	101	106	90	93	93	92
1.560	88	92	78	81	81	81	1.8400	101	106	90	93	93	92
1.580	88	90	82	83	82	82	1.8395	101	104	90	93	93	92
1.600	90	92	82	83	84	83	1.8390	101	104	90	93	94	92
1.620	91	92	84	85	86	85	1.8385	101	108	90	93	93	92
1.640	93	94	84	86	86	86	1.838	102	110	90	93	93	92
1.680	94	94	88	88	88	88	1.837	102	110	90	93	93	92
1.700	98	98	90	92	92	91	1.836	102	104	90	93	94	92
1.720	101	102	92	94	94	94							

表 4 發煙硫酸比重之溫度修正值(10<sup>-5</sup> °C)

單位：°C

比重計 讀值	測定溫度					比重 計讀 值	測定溫度				
	15	25	30	35	40		15	25	30	35	40
1.850	--	--	--	--	105.9	1.905	110.1	112.1	113.3	114.6	116.1
1.855	--	--	--	105.9	106.6	1.910	111.0	113.2	114.4	116	117.7
1.860	--	--	105.9	106.6	107.2	1.915	112	114.3	115.8	117.5	119.4
1.865	--	105.9	106.5	107.2	107.9	1.920	113	115.6	117.3	119.1	121.3
1.870	--	106.5	107.2	107.9	108.7	1.925	114.1	117.1	118.9	121	123.5
1.875	105.9	107.2	107.9	108.7	109.5	1.930	115.3	118.7	120.7	123.1	125.9
1.880	106.5	107.9	108.6	109.5	110.4	1.935	116.7	120.4	122.7	125.4	128.7
1.885	107.2	108.6	109.4	110.3	111.3	1.940	118.2	122.3	124.9	128	131.8
1.890	107.8	109.4	110.3	111.2	112.3	1.945	--	--	--	130.9	135.2
1.895	108.5	110.2	111.2	112.3	113.5	1.950	--	--	--	134.1	--
1.900	109.3	111.1	112.2	113.4	114.7						

5.2.2 密度

(a) 密度係由比重計算而得。

(b) 以 5.2.1 所得之 20 °C/20 °C 比重( $S_4$ )，依下式計算 20 °C 之密度。

$$D=0.99820 \times S_4 \dots\dots\dots(6)$$

式中，  $D$  : 20 °C 硫酸之密度

0.99820 : 20 °C 水之密度

5.3 硫酸含量

(a) 方法概要 [JIS K1321 之 5.3 (1)]

用水稀釋樣品後，加入指示劑，用氫氧化鈉溶液滴定，測定硫酸含量。應使用指示劑或以電位法進行中和滴定。

備考：對於濃度約小於 95 % 且雜質很少的硫酸，亦可依 5.2 測定比重，並對照備考表 1 以 20° C/20 °C 比重確定硫酸含量，或對照備考表 2 以 15 °C/4 °C 比重確定硫酸含量。

備考表 1 比重與硫酸含量(%)對照表(20 °C/20 °C)

比重	含量	比重	含量	比重	含量	比重	含量	比重	含量	比重	含量
1.235	31.75	1.38	48.18	1.525	62.21	1.670	74.82	1.758	82.56	1.824	91.28
1.240	32.35	1.385	48.70	1.530	62.66	1.675	75.24	1.760	82.76	1.825	91.50
1.245	32.95	1.390	49.22	1.535	63.12	1.680	75.66	1.763	83.05	1.826	91.73
1.250	33.55	1.395	49.74	1.540	63.56	1.685	76.09	1.765	83.25	1.827	91.95
1.255	34.15	1.400	50.25	1.545	64.02	1.690	76.51	1.768	83.55	1.828	92.20
1.260	34.75	1.405	50.76	1.550	64.46	1.695	76.94	1.770	83.75	1.829	92.45
1.265	35.34	1.410	51.26	1.555	64.91	1.700	77.37	1.773	84.06	1.830	92.71
1.270	35.92	1.415	51.77	1.560	65.35	1.703	77.63	1.775	84.28	1.831	92.96
1.275	36.51	1.420	52.27	1.565	65.79	1.705	77.80	1.778	84.60	1.832	93.24
1.280	37.10	1.425	52.77	1.570	66.23	1.708	78.06	1.780	84.81	1.833	93.54
1.285	37.68	1.430	53.26	1.575	66.67	1.710	78.23	1.783	85.14	1.834	93.85
1.290	38.26	1.435	53.75	1.580	67.11	1.713	78.49	1.785	85.38	1.835	94.20
1.295	38.84	1.440	54.24	1.585	67.54	1.715	78.67	1.788	85.72	1.836	94.57
1.300	39.41	1.445	54.72	1.590	67.98	1.718	78.93	1.790	85.96	1.837	95.02
1.305	39.99	1.450	55.20	1.595	68.42	1.720	79.10	1.793	86.33	1.8380	95.53
1.310	40.56	1.455	55.68	1.600	68.85	1.723	79.36	1.795	86.58	1.8385	95.83
1.315	41.12	1.460	56.16	1.605	69.28	1.725	79.54	1.798	86.96	1.839	96.20
1.320	41.68	1.465	56.64	1.610	69.71	1.728	79.80	1.800	87.24	1.8395	96.71
1.325	42.24	1.470	57.11	1.615	70.14	1.730	79.98	1.803	87.66	1.8397	97.30
1.330	42.8	1.475	57.58	1.620	70.57	1.733	80.25	1.805	87.94	1.8395	97.85
1.335	43.36	1.480	58.05	1.625	71.00	1.735	80.43	1.808	88.40	1.8390	98.29
1.340	43.91	1.485	58.52	1.630	71.43	1.738	80.70	1.810	88.71	1.8385	98.56
1.345	44.46	1.490	58.99	1.635	71.86	1.740	80.88	1.813	89.19	1.8380	98.79
1.350	45.00	1.495	59.45	1.640	72.28	1.743	81.15	1.815	89.54	1.8375	98.98
1.355	45.54	1.500	59.91	1.645	72.70	1.745	81.33	1.818	90.08	1.8370	99.16
1.360	46.07	1.505	60.37	1.650	73.12	1.748	81.61	1.820	90.47	1.836	99.46
1.365	46.60	1.510	60.84	1.655	73.55	1.750	81.80	1.821	90.66	1.835	99.71
1.370	47.13	1.515	61.30	1.660	73.97	1.753	82.08	1.822	90.86	1.834	99.94
1.375	47.66	1.520	61.75	1.665	74.39	1.755	82.27	1.823	91.06		

備考表 2 比重與硫酸含量(%)對照表(15 °C/4 °C)

比重	含量	比重	含量	比重	含量	比重	含量	比重	含量
1.200	27.30	1.380	48.03	1.535	62.96	1.665	74.25	1.807	87.90
1.205	27.91	1.385	48.55	1.538	63.23	1.670	74.64	1.810	88.36
1.210	28.53	1.390	49.07	1.540	63.41	1.672	74.83	1.815	89.16
1.215	29.15	1.395	49.59	1.545	63.86	1.675	75.09	1.820	90.04
1.220	29.76	1.400	50.10	1.547	64.04	1.680	75.51	1.821	90.24
1.225	30.37	1.405	50.61	1.550	64.31	1.682	75.68	1.822	90.44
1.230	30.98	1.410	51.12	1.555	64.75	1.685	75.93	1.823	90.64
1.235	31.58	1.415	51.62	1.560	65.10	1.690	76.36	1.820	90.84
1.240	32.18	1.420	52.12	1.563	65.46	1.692	76.53	1.825	91.04
1.245	32.78	1.425	52.61	1.565	65.64	1.695	76.78	1.826	91.27
1.250	33.38	1.430	53.11	1.570	66.08	1.700	77.21	1.827	91.49
1.255	33.98	1.435	53.60	1.572	66.25	1.705	77.63	1.828	91.71
1.260	34.57	1.440	54.09	1.575	66.52	1.710	78.06	1.829	91.93
1.265	35.17	1.445	54.57	1.580	66.96	1.715	78.49	1.830	92.18
1.270	35.76	1.450	55.06	1.585	67.39	1.720	78.92	1.831	92.45
1.275	36.35	1.455	55.54	1.588	67.65	1.723	79.18	1.832	92.71
1.280	36.94	1.460	56.02	1.590	67.83	1.725	79.36	1.833	92.97
1.285	37.52	1.465	56.50	1.595	68.26	1.730	79.80	1.834	93.28
1.290	38.10	1.470	56.97	1.598	68.52	1.733	80.06	1.835	93.59
1.295	38.68	1.475	57.44	1.600	68.70	1.735	80.24	1.836	93.91
1.300	39.25	1.480	57.92	1.605	69.13	1.740	80.69	1.837	94.28
1.305	39.83	1.483	58.20	1.607	69.30	1.743	80.96	1.838	94.68
1.310	40.40	1.485	58.38	1.610	69.56	1.745	81.14	1.839	95.11
1.315	40.97	1.490	58.85	1.615	69.99	1.750	81.60	1.840	95.67
1.320	41.53	1.491	58.94	1.620	70.42	1.753	81.87	1.8405	95.95
1.325	42.09	1.495	59.31	1.625	70.85	1.755	82.06	1.8410	96.35
1.330	42.64	1.498	59.59	1.630	71.27	1.760	82.53	1.8415	97.25
1.335	43.20	1.500	59.78	1.635	71.70	1.765	83.01	1.8410	98.10
1.340	43.75	1.505	60.24	1.640	72.13	1.770	83.52	1.8405	98.45
1.345	44.29	1.507	60.42	1.643	72.38	1.775	84.02	1.8400	98.72
1.350	44.84	1.510	60.70	1.645	72.55	1.780	84.56	1.8395	98.93
1.355	45.38	1.515	61.15	1.650	72.97	1.785	85.10	1.8390	99.12
1.360	45.91	1.520	61.61	1.653	73.23	1.790	85.69	1.8385	99.30
1.365	46.45	1.523	61.88	1.655	73.39	1.795	86.29	1.838	99.45
1.370	46.98	1.525	62.06	1.660	73.82	1.800	86.92	1.837	99.72
1.375	47.50	1.530	62.51	1.662	73.98	1.805	87.62	1.836	99.93

(b) 試劑 [JIS K1321 之 5.3 (2)]

試劑應符合下列規定。

(1) 氫氧化鈉溶液(0.5 mol/L) [JIS K1321 之 5.3 (2.1)]

(1.1) 製備 [JIS K1321 之 5.3 (2.1)(a)]

取 21 g 試藥級氫氧化鈉置入聚乙烯容器中，加入約 400 mL 蒸餾水，容器外部在流動水的冷卻下，將氫氧化鈉溶解，再加水稀釋至 1 L。

(1.2) 標定 [JIS K1321 之 5.3 (2.1)(b)]

依 CNS 12983 第 4 節之乾燥條件將試藥級胺磺酸乾燥，然後稱量(1~2) g，精確至 0.1 mg，移入 300 mL 燒杯中，加入約 25 mL 蒸餾水溶解，依 CNS 12983 之 4.2 滴定，並依下式計算硫酸之濃度因子。

$$f = \frac{G \times \frac{S}{100}}{V \times 0.04855} \dots\dots\dots(7)$$

式中，  
 $f$ ：氫氧化鈉(0.5 mol/L)之濃度因子  
 $G$ ：胺磺酸之質量(g)  
 $S$ ：胺磺酸之純度(%)  
 $V$ ：滴定所需之氫氧化鈉(0.5 mol/L)體積(mL)  
 0.04855：1 mL 氫氧化鈉(0.5 mol/L)之胺磺酸當量(g)

(2) 溴瑞香草酚藍溶液(1 g/L) [JIS K1321 之 5.3 (2.2)]

將 CNS 1609 規定之溴瑞香草酚藍 0.10 g 溶解於 20 mL 試藥級乙醇(95)中，並加水至 100 mL。儲存於棕色玻璃瓶中。

*譯注：底線部分係其他標準常見規定，故增列。*

(3) 甲基紅/甲基藍混合溶液 [JIS K1321 之 5.3 (2.3)]

將下列製備之溶液以體積 1:1 的比例混合而成。其應儲存於棕色玻璃瓶中，並存放於陰涼之暗處。

(3.1) 甲基紅溶液 [JIS K1321 之 5.3 (2.3.1)]

將 CNS 1819 規定之甲基紅 0.1 g 溶於 100 mL 試藥級酒精(95)中。

(3.2) 甲基藍溶液 [JIS K1321 之 5.3 (2.3.2)]

將試藥級甲基藍 0.1 g 溶於 100 mL 試藥級酒精(95)中。

(c) 裝置 [JIS K1321 之 5.3 (3)]

(1) 電位差滴定裝置 [JIS K1321 之 5.3 (3.1)]

電位差滴定裝置的滴定瓶、滴定管、指示電極、參比電極及電位計應依下列規定：

(1.1) 滴定瓶：(100~300) mL 之燒杯 [JIS K1321 之 5.3 (3.1.1)]

(1.2) 滴定管：(20~50) mL

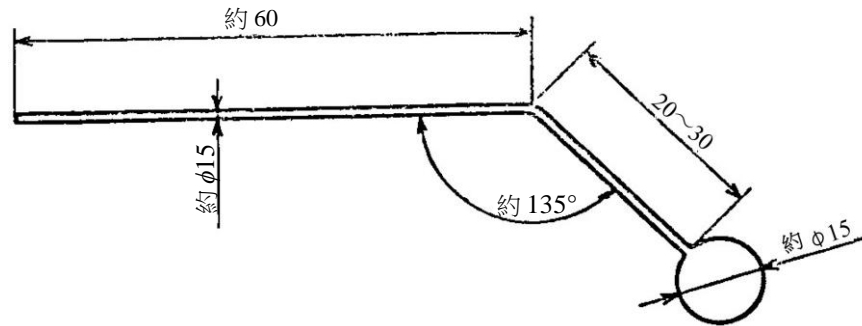
(1.3) 指示電極：符合 CNS 6839 (已廢止)之 pH 值測定用玻璃電極



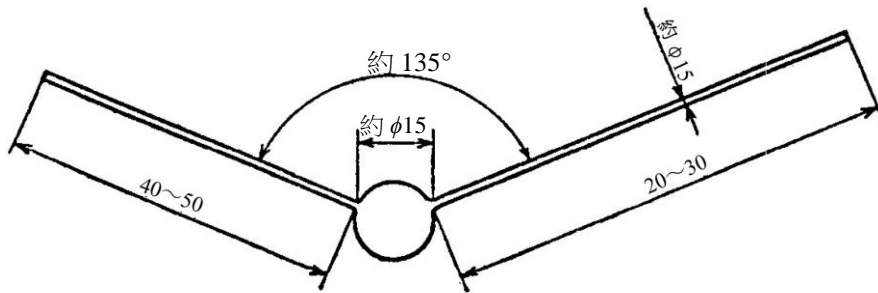
(1.4) 參比電極：符合 CNS 6839 (已廢止)之參比電極

(1.5) 電位計 [\[JIS K1321 之 5.3 \(3.1.5\)\]](#)

(2) 玻璃球：如圖 4 所示。 [\[JIS K1321 之 5.3 \(3.2\)\]](#)



(a) 玻璃球 1



(b) 玻璃球 2

圖 4 玻璃球圖例

(d) 步驟 [\[JIS K1321 之 5.3 \(4\)\]](#)

(1) 使用稱量瓶稱取相當於濃硫酸(0.5~1.0) g 的樣品，精確至 0.1 mg，然後將樣品移入盛 100 mL 水之 300 mL 燒杯中。 [\[JIS K1321 之 5.3 \(4.1\)\]](#)

備考 1. 將樣品搖勻後，用球形刻度移液管從中層吸取樣品。

開瓶後應立即稱取硫酸樣品，因為硫酸樣品沒有蓋緊會改變其濃度。 [\[JIS K1321 之註 6\]](#)

備考 2. 小型稱量瓶可直接置入水中。 [\[JIS K1321 之註 7\]](#)

(2) 待溶液溫度接近室溫後，加入(2~3)滴溴瑞香草酚藍溶液(1 g/L)或甲基紅/甲基藍混合溶液作為指示劑，然後用配製之氫氧化鈉溶液(0.5 mol/L)滴定，當溶液顏色變成藍色或淡綠色時，即為滴定終點，或者，插入指示電極及參比電極，在攪拌下以配製之氫氧化鈉溶液(0.5 mol/L)進行電位滴定，滴定曲線的反曲點即為滴定終點。 [\[JIS K1321 之 5.3 \(4.2\)\]](#)

備考 1. 亦可使用複合電極。 [\[JIS K1321 之註 8\]](#)

備考 2. 樣品亦可使用下列方法之一稱取。

- (a) 使用稱量瓶稱取相當於濃硫酸 10 g 的樣品，精確至 0.1 mg，然後將樣品洗入盛 200 mL 水之 250 mL 量瓶中，冷卻至室溫後以水稀釋至標線，使用移液管取 25 mL 移至 300 mL 燒杯中。
- (b) 使用玻璃球時，依下列方法之一，以已知重量的玻璃球稱取約 1 g 樣品，精確至 0.1 mg。將此玻璃球置入盛 150 mL 水之 300 mL 燒杯中，並且用玻璃棒將玻璃球及毛細管壓碎。
- (1) 使用圖 4 的玻璃球 1 時，將其置於火焰上方加熱(2~3) s，再將毛細管端插進樣品中。隨玻璃球冷卻，樣品會吸入球中，當樣品質量達到約 1 g (約 0.5 ml)時，從樣品中抽出毛細管端，以濾紙輕拭。立即以火焰將毛細管端融封，注意不要使玻璃破損，浸入樣品的端部以水潤洗，再用濾紙清潔表面，並在乾燥器中冷卻。
- (2) 使用圖 4 的玻璃球 2 時將其中 1 根毛細管連接橡膠吸球(滴管用)，略為捏扁橡膠吸球後，將另 1 端毛細管浸入樣品中，緩緩鬆開橡膠吸球，使樣品吸入玻璃球中。當樣品質量達到約 1 g (約 0.5 ml)時，取下橡膠吸球並用濾紙輕拭兩端的毛細管。立即以火焰將 2 端毛細管融封，注意不要使玻璃破損，浸入樣品的部分以水潤洗，並用濾紙清潔表面，並在乾燥器中冷卻。
- (e) 計算 **[JIS K1321 之 5.3 (5)]**  
依下式計算硫酸含量。

$$S = \frac{V \times f \times 0.02452}{W} \times 100 \dots\dots\dots(8)$$

- 式中，
- S : 硫酸含量(%)
  - V : 滴定所需的氫氧化鈉溶液(0.5 mol/L)體積(mL)
  - F : 氫氧化鈉溶液(0.5 mol/L)的濃度因子
  - 0.02452 : 1 mL 氫氧化鈉溶液(0.5 mol/L)的硫酸當量(g)
  - W : 試樣質量(g)

備考：如依步驟(d)(2)備考 2(a)取樣，計算時 W 要乘上製備時所取之體積分率 0.1。

- (f) 許可差 **[JIS K1321 之 5.3 (6)]**  
同一實驗室對同一試樣的 2 個平行試驗結果不得與硫酸含量差異超過 0.20 %，如果差異超過 0.20 %，則該樣品應由不同實驗室進行試驗。

譯注：底線部分摘錄參考 JIS Z 8402 之 6.4.2 內容旨意。

#### 5.4 游離硫酸酐含量

- (a) 方法概要

用水稀釋樣品後，用氫氧化鈉溶液進行中和滴定，測定硫酸酐含量，依該測定值計算游離硫酸酐，可使用指示劑或以電位法進行中和滴定。

備考 1. 游離硫酸酐可依 5.2 量測比重，並依據備考表 3 (20 °C/20 °C 比重)、備考表 4 (15 °C/4 °C 比重)及備考表 5 (35 °C/4 °C 比重)確定含量。

備考 2. 若含有顯著量的亞硫酸酐(sulfurous anhydride, SO<sub>2</sub>)與灼熱殘量(ignition residue)，則應依 5.15 測定亞硫酸酐含量並依 5.5 測定灼熱殘量，以修正計算的游離硫酸酐。

備考表 3 20°C/20 °C 比重與游離硫酸酐含量(%)對照表

比重	游離硫酸酐	比重	游離硫酸酐
1.8700	9.34	1.9075	20.24
1.8725	10.02	1.9100	20.99
1.8750	10.72	1.9125	21.75
1.8775	11.43	1.9150	22.50
1.8800	12.16	1.9175	23.25
1.8825	12.86	1.9200	24.02
1.8850	13.57	1.9225	24.77
1.8875	14.27	1.9250	25.53
1.8900	14.99	1.9275	26.30
1.8925	15.74	1.9300	27.09
1.8950	16.50	1.9325	27.88
1.8975	17.25	1.9350	28.66
1.9000	17.99	1.9375	29.45
1.9025	18.73	1.9400	30.23
1.9050	19.49	--	--

備考表 4 15 °C/4 °C比重與游離硫酸酐含量(%)對照表

比重	游離硫酸酐	比重	游離硫酸酐
1.8725	9.48	1.9100	20.34
1.8750	10.17	1.9125	21.08
1.8775	10.86	1.9150	21.83
1.8800	11.58	1.9175	22.58
1.8825	12.29	1.9200	23.32
1.8850	12.99	1.9225	24.08
1.8875	13.70	1.9250	24.83
1.8900	14.40	1.9275	25.58
1.8925	15.12	1.9300	26.35
1.8950	15.87	1.9325	27.13
1.8975	16.62	1.9350	27.91
1.9000	17.36	1.9375	28.68
1.9025	18.10	--	--
1.9050	18.84	--	--
1.9075	19.59	--	--

備考表 5 35 °C/4 °C比重與游離硫酸酐含量(%)對照表

比重	游離硫酸酐	比重	游離硫酸酐
1.8550	10.50	1.8975	23.35
1.8575	11.22	1.9000	24.15
1.8600	11.97	1.9025	24.93
1.8625	12.68	1.9050	25.72
1.8650	13.41	1.9075	26.53
1.8675	14.12	1.9100	27.36
1.8700	14.86	1.9125	28.19
1.8725	15.62	1.9150	29.00
1.8750	16.40	1.9175	29.84
1.8775	17.17	1.9200	30.65
1.8800	17.93	1.9225	31.48
1.8825	18.69	1.9250	32.31
1.8850	19.47	1.9275	33.15
1.8875	20.25	1.9300	34.00
1.8900	21.02	1.9325	34.87
1.8925	21.80	1.9350	35.74
1.8950	22.58		

## (b) 試劑

- (1) 氫氧化鈉溶液(0.5 mol/L)：同 5.3(b)(1)。
- (2) 溴瑞香草酚藍溶液(1 g/L)：同 5.3(b)(2)。
- (3) 甲基紅/甲基藍混合溶液：同 5.3(b)(3)。
- (4) 甲基橙溶液(1 g/L)

稱取 CNS 1818 規定的甲基橙溶於 100 mL 熱水中，放冷後過濾，以去除游離磺酸。

## (c) 裝置及設備

- (1) 玻璃球：同 5.3(c)(2)。
- (2) 厚壁瓶：500 mL
- (3) 電位差滴定裝置：同 5.3(c)(1)。

## (d) 操作步驟

- (1) 稱量玻璃球的質量，並依 5.3(d)(2)備考 2 中(b)的方法(1)或(2)稱取 1 g 硫酸，精確至 0.1 mg。
- (2) 將玻璃球放入已盛裝約 150 mL 水的厚壁瓶中，蓋上瓶蓋後，劇烈震盪將玻璃球碎裂。
- (3) 繼續震盪直至產生的白煙溶解，用玻璃棒壓碎毛細管部位，並將剩下的試樣溶解。
- (4) 依 5.3(d)(2)之規定滴定此溶液。

## (e) 計算

## (1) 硫酸酐

依下式計算總硫酸酐量(%)。

$$A = \frac{V_1 \times f \times 0.020016}{W} \times 100$$

式中， A：總硫酸酐含量(%)

$V_1$ ：滴定試樣所需之氫氧化鈉溶液(0.5 mol/L)體積(mL)

$F$ ：氫氧化鈉溶液(0.5 mol/L)之濃度因子

0.020016：1 mL 氫氧化鈉溶液(0.5 mol/L)的硫酸酐當量(g)

$W$ ：試樣質量(g)

## (2) 游離硫酸酐

應依(2.1)計算游離硫酸酐(%)。惟如為 5.4(a)備考 2 的情況(含顯著量亞硫酸酐與灼熱殘量)，則應依(2.2)計算游離硫酸酐(%)。

(2.1) 當沒有顯著量亞硫酸酐與灼熱殘量時，依下式計算游離硫酸酐。

$$E = A - (100 - A) \times 4.444$$

式中， E：游離硫酸酐(%)

A：全硫酸酐(%)

4.444 : 硫酸酐(SO<sub>3</sub>)與水(H<sub>2</sub>O)的分子量比

(2.2) 當含顯著量亞硫酸酐與灼熱殘量時，依下式計算游離硫酸酐。

$$E = (A - C) - [100 - (A - C + B + D)] \times 4.444$$

式中， E : 游離硫酸酐(%)

A : 表觀(Apparent)總硫酸酐(%)

B : 亞硫酸酐(SO<sub>2</sub>)(%)

C : 表觀總硫酸酐中依下式計算亞硫酸酐的硫酸酐當量(%)

$$C = \frac{B}{2} \times 1.250$$

式中， 1.250 : 硫酸酐(SO<sub>3</sub>)與亞硫酸酐(SO<sub>2</sub>)的分子量比

D : 灼熱殘量(%)

4.444 : 硫酸酐(SO<sub>3</sub>)與水(H<sub>2</sub>O)的分子量比

此時，依下列規定測定表觀總硫酸酐、亞硫酸酐與灼熱殘量

- (a) 依 5.15 之步驟測定亞硫酸酐，惟應依比重計算，確定取樣質量為 1 g。
- (b) 依 5.5 測定灼熱殘量。
- (c) 依 5.4(d)測定表觀總硫酸酐，測定時以甲基橙為指試劑，溶液顏色變為黃色時為滴定終點。

## 5.5 灼熱殘量

### (a) 方法概要

將試樣蒸乾，經高溫灼燒後稱重，以測定灼熱殘量。

### (b) 裝置

高溫爐：可加熱至(800±50) °C

### (c) 步驟

- (1) 將容量(90~100) mL 的化學分析用白金皿或容量約 100 mL 之瓷皿置於(800±50) °C下加熱 15 min，然後放進乾燥器中放冷，稱量其質量，精確至 0.1 mg。
- (2) 於皿中稱取(50~100) g 樣品，精確至 0.1 mg。
- (3) 將試樣加熱至乾後，移入高溫爐中，在(800±50) °C下灼燒 15 min。  
備考：應使用指示型熱電阻溫度計量測溫度。[\[JIS K1321 之註 9\]](#)
- (4) 在乾燥器中放冷，稱量含有灼燒殘渣的皿，精確至 0.1 mg。

### (d) 計算

$$C = \frac{W_1 - W_2}{W} \times 100$$

式中， C : 灼熱殘量(%)

$W_1$  : 有灼燒殘渣的皿質量(g)

$W_2$  : 皿之空重(g)

$W$  : 試樣重量(g)

## 5.6 硝酸根離子( $\text{NO}_3^-$ )含量

### (a) 方法概要

在樣品中添加硫酸或水，調整硫酸濃度，加入馬錢子鹼後加熱顯色，測定吸光度以測定硝酸根含量。

### (b) 試劑

(1) 試藥級硫酸：應符合 CNS 2008 規定，當 0.01 g 二水合馬錢子鹼溶於其中時應幾乎無色。

(2) 硫酸(約 75 %)：以[5.6(b)(1)]所規定的試藥級硫酸製備。

(3) 馬錢子鹼溶液(2 g/L)：將 0.2 g 二水合馬錢子鹼溶於 100 mL 試藥級硫酸[5.6(b)(1)]中，此溶液應於臨試驗前配製。

(4) 硝酸根離子標準溶液(0.005 mg  $\text{NO}_3^-/\text{mL}$ )

稱取 0.815 g 試藥級硝酸鉀溶於水中，再移入 1,000 mL 量瓶，加水稀釋至標線，使用前量取所需之量，以水稀釋 100 倍。或者，使用市售可追溯至 NIST 的硝酸鹽標準溶液(1 mg  $\text{NO}_3^-/\text{mL}$ )，以水稀釋 200 倍。

### (c) 裝置

分光光度計

### (d) 步驟

(1) 對於精製濃硫酸稱取 20 g 試樣，精確至 0.1 g，對於精製稀硫酸則稱取 2 g，精確至 0.01 g，移入 25 mL 量瓶。

(2) 在冷卻下，以硫酸或水調整試樣的硫酸濃度為(75 %)(20 °C/4 °C之比重為 1.67~1.68)，添加 1 mL 馬錢子鹼溶液(2 g/L)後，加入 75 %硫酸至體積 25 mL，搖盪均勻，在水浴中加熱 12 min 顯色，並用流動的水沖冷至室溫。

備考 1. 調整硫酸濃度時，切勿使溫度超過 50 °C。[JIS K1321 之註 10]

備考 2. 調整硫酸濃度時硫酸或水的使用量，隨試樣的硫酸濃度而異，且精製濃硫酸與精製稀硫酸的試驗步驟也不同，試驗的範例參照備考表 6。[JIS K1321 之註 11]

此時，應按表中順序進行操作，且步驟 5 與 6 要在冰水中冷卻，切勿使溫度超過 50 °C。

參考表 6 硝酸根離子定量步驟範例

步驟	操作	校正曲線 NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (0~25) μg	精製濃硫酸	精製稀硫酸(34 %)
1	試樣(稀硫酸)	--	--	2
2	水	(5~0)	5	3.4
3	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> 標準液	(0~5)	--	--
4	硫酸(1 + 1)	7	7	7
5	硫酸	12	2	11.6
6	試樣(濃硫酸)	--	10	--
7	馬錢子鹼溶液	1	1	1
合計		25	25	25

譯注：JIS 1321:1994 之濃硫酸分為特級(硝酸根含量為 0.0001% 以下)與一級(硝酸根含量為 0.001% 以下)，而廢止後硫酸公會規定之濃硫酸僅為一種級別，其硝酸根含量為 0.0001% 以下，故此表的配製依據特級濃硫酸分析方法。

(3) 取一部分上述試液，置於分光光度計的吸收槽中，以 CNS 6494 之定量方法，測定波長 410 nm 附近的吸光度，此時，對照溶液為濃度約 75 % 的硫酸[5.6(b)(2)]。

備考：顯色後應於 40 min 以內測定。[JIS K1321 之註 131](#)

(4) 在全部的測定中，要進行空白測試，並以所量測的吸光度進行修正。

(5) 在數個 25 mL 量瓶中，依次逐量移轉(0~5) mL 硝酸根離子溶液(0.005 mg NO<sub>3</sub><sup>-</sup>/mL)，依[5.6(d)(2)~(3)]步驟測定，並繪製顯示硝酸根離子含量與吸光度關係之校正曲線。

(e) 計算

以校正曲線讀取試樣溶液中硝酸根離子含量，並依下式計算硫酸中硝酸根含量。

$$C = \frac{A}{W} \times 100$$

式中，C：硝酸根離子含量(%)

A：以校正曲線讀取之硝酸根離子含量(g)

W：試樣質量(g)

## 5.7 氯(Cl)含量

### 5.7.1 定量方法

應以下列三種方法之一測定氯含量。

(a) 氯化銀比濁法



- (b) 離子層析法
- (c) 電位差滴定法

### 5.7.2 氯化銀比濁法

#### (a) 方法概要

用水稀釋試樣，加入硝酸及酸銀，使氯離子成為氯化銀而混濁，再與氯標準溶液比較濁度，以測定氯含量。

#### (b) 試劑

##### (1) 水

蒸餾過的去離子水。

##### (2) 硝酸(1+2)

將試藥級硝酸乙水稀釋製備。

##### (3) 硫酸

以試藥級硫酸在燒杯中加熱，以處理白煙方式驅出氯離子。

##### (4) 硝酸銀溶液(20 g/L)

將 2 g 試藥級硝酸銀溶於水中稀釋成 100 mL。此溶液儲存於棕色玻璃瓶中。

##### (5) 氯離子標準溶液(0.01 mg Cl<sup>-</sup>/mL)

稱取 1.648 g 經乾燥的試藥級氯化鈉，以水溶解，移入 1,000 mL 的量瓶中，再以水稀釋至標線，以製備氯離子儲備溶液(1 mg Cl<sup>-</sup>/mL)。使用前量取所需之量，以水稀釋 100 倍。或者，使用市售可追溯至 NIST 的氯化物標準溶液(1 mg Cl<sup>-</sup>/mL)，以水稀釋 100 倍。

#### (c) 裝置

比色管

#### (d) 步驟

(1) 稱取(5~10) g 試樣，精確至 0.1 g，在冷卻下將試樣移入裝有 10 mL 水的比色管中。

(2) 加 3 mL 硝酸(1+2)，再加水使總體積為 25 mL。

(3) 加 1 mL 硝酸銀溶液(20 g/mL)並搖振均勻，靜置 15 min 俟其混濁。

(4) 在數個比色管中逐量添加(0~10) mL 氯離子標準溶液(0.01 mg Cl<sup>-</sup>/mL)，再加水至 15 mL。在冷卻下添加與試樣同體積的硫酸，重複上述(2)與(3)的步驟，製作一系列呈現氯離子量與濁度關係的標準比色管，透過比色管側面，觀察上述步驟(3)產生的霧狀外觀，比較氯離子的含量。

#### (e) 計算

由 5.7.2(d)(4)測定之氯離子，依下式計算氯離子含量。

$$C = \frac{A}{W} \times 100$$

式中， C : 氯離子含量(%)

A : 由比色法測定之氯離子含量(g)

W : 試樣質量(g)

### 5.7.3 離子層析法

#### (a) 方法概要

以氫氣通過試樣，驅出氯離子，再以碳酸氫鈉溶液將其吸收，使用離子層析法測定波峰高或波峰面積，以確定氯離子之量。

#### (b) 試劑

##### (1) 水

蒸餾過的去離子水[同 5.7.2(b)(1)]。

##### (2) 吸收液(2 mmol NaHBO<sub>3</sub>/L)

將 8.4 g 試藥級碳酸氫鈉以水溶解為 1,000 mL，於每次使用前，再將此溶液 20 mL 稀釋 50 倍。

##### (3) 提沖液

提沖液隨儀器型式及分離管柱中填充的離子交換樹脂不同而異，故須依下述備考之步驟事先查核分離狀態，如果分離狀態不佳，變更提沖液的形式或濃度再查核分離狀態，如果狀態佳，即使用此提沖液。

備考 1. 以注射針筒將固定量的氯離子標準溶液(0.1 mg Cl<sup>-</sup>/mL)注入離子層析儀的分離管柱中，使用能將氯離子分離(解析度約 1.3)的提沖液以固定流速(例：1 mL~2 mL)得到層析圖，此方法亦建議供分離管柱性能之定期查核。[\[JIS K1321 之註 13\]](#)

備考 2. 下列為製備提沖液之範例。[\[JIS K1321 之註 14\]](#)

##### (a) A 液：碳酸氫鈉溶液(4 mmol/L)/碳酸鈉溶液(4 mmol/L)

將 0.336 g 試藥級碳酸氫鈉與 0.424 g 碳酸鈉以水溶為 1 L。

##### (b) B 液：碳酸氫鈉溶液(1.7 mmol/L)/碳酸鈉溶液(1.8 mmol/L)

將 0.143 g 試藥級碳酸氫鈉與 0.191 g 碳酸鈉以水溶為 1 L。

##### (c) C 液：葡萄糖酸鉀溶液(1.3 mmol/L)/四硼酸鈉溶液(1.3 mmol/L)/硼酸溶液(30 mmol/L)/乙腈溶液(100 g/L)/甘油溶液(5 g/L)

將 0.31 g 葡萄糖酸鉀、0.5 g 試藥級四硼酸鈉、1.86 g 試藥級硼酸、115 mL 試藥級乙腈及 4 mL 試藥級甘油以水溶解並稀釋至 1 L。

##### (d) D 液：鄰苯二甲酸溶液(2.5 mmol/L)/2-氨-2-羥甲-1,3-丙二醇溶液(2.4 mmol/L)

將 0.415 g 試藥級鄰苯二甲酸及 0.291 g 試藥級 2-氨-2-

經甲-1,3-丙二醇以水溶解並稀釋至 1 L。

(4) 去除液

如使用去除管柱時方使用去除液，惟去除液會隨使用的設備形式與去除管柱的形式而異，依下述備考進行操作，如果去除液性能不佳，可更換去除液的種類及濃度，檢查去除性能，如果良好即使用該去除液。

備考：去除液的製備方法：[\[JIS K1321 之註 15\]](#)

(a) 硫酸(15 mmol/L)

將試藥級硫酸 30 mL 緩緩加入 500 mL 水中，並放冷後稀釋至 1 L，成為硫酸(0.5 mol/L)，然後從中取 30 mL 再稀釋至 1 L。

(b) 硫酸(25 mmol/L)

取上述配製之硫酸(0.5 mol/L)，50 mL 稀釋至 1 L。

(c) 氯離子標準溶液(0.01 mg Cl<sup>-</sup>/L)

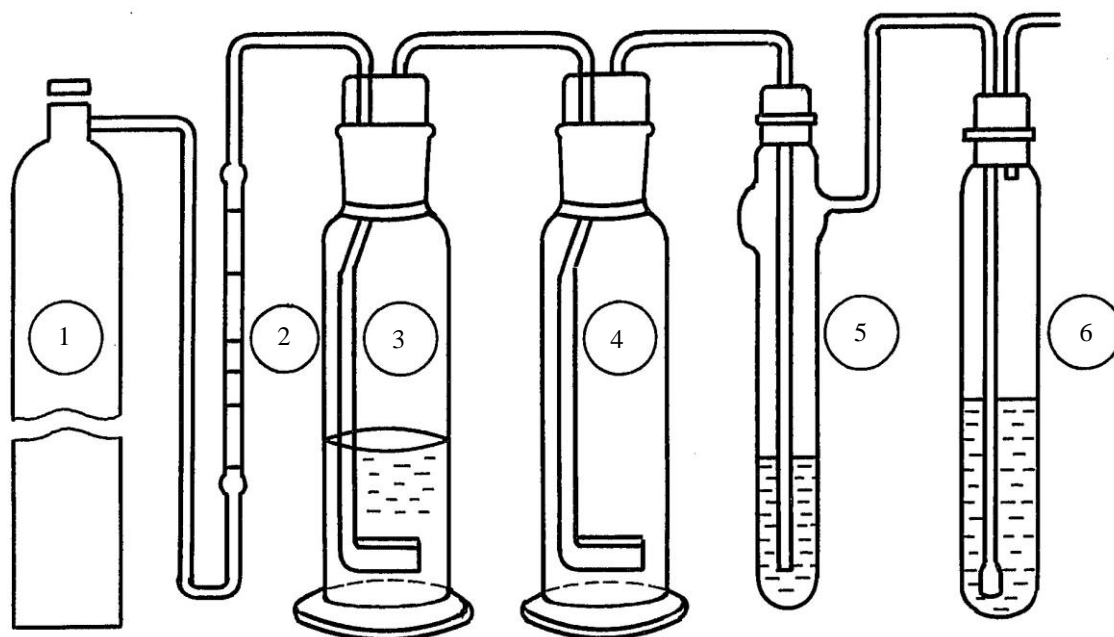
同 5.7.2(b)(5)。

(c) 裝置[\[JIS K1321 之 5.7.3\(3\)\]](#)

裝置應符合下列規定。

(1) 氯化物吹驅與抽氣裝置[\[JIS K1321 之 5.7.3\(3.1\)\]](#)

氯化物吹驅與抽氣裝置如圖 5 (吹驅)及圖 6 (抽氣)所示。兩個裝置均使用 50 mL 衝擊瓶(impinger)或 125 mL 洗氣瓶(gas cleaning bottle)，其氣體出口到試樣液面的高度為 30 mm 以上，且使出口到瓶底的距離儘可能短，吸收瓶應為氣體出口到吸收液面高度 40 mL 以上的 125 mL 洗氣瓶。



- ① 氮氣鋼瓶
- ② 氣體流量計，可量測(300~500) mL/min 之流量
- ③ 洗氣瓶(含氫氧化鈉 100 g/L)
- ④ 洗氣瓶(空的)
- ⑤ 排出瓶：50 mL 衝擊瓶或 125 mL 吸收瓶
- ⑥ 吸收瓶(氣體吸收瓶)氣體出口附玻璃過濾片
- ⑦ T 形管
- ⑧ 流量調節旋栓
- ⑨ 抽氣泵

圖 5 氮離子吹驅裝置

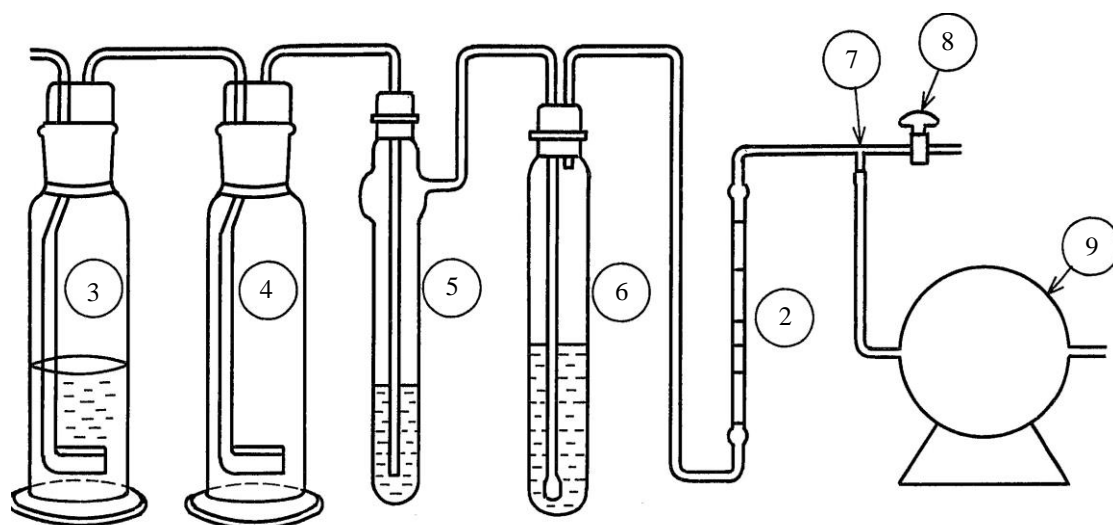


圖 6 氯化物抽氣裝置

(2) 離子層析儀 [\[JIS K1321 之 5.7.3\(3.2\)\]](#)

離子層析儀有兩種形式，同時具有分離管柱與去除管柱的離子層析儀，與只有分離管柱的離子層析儀，滿足下列條件的離子層析儀，即可滿足氯離子之檢測。

備考：去除管柱係將提沖液的陽離子轉換為氫離子，並使用對提沖液陽離子濃度有足夠離子交換能力的陽離子交換膜或等效的陽離子交換裝置，此要搭配去除液使用。 [\[JIS K1321 之註 16\]](#)

(2.1) 分離管柱 [\[JIS K1321 之 5.7.3\(3.2\)\(a\)\]](#)

為不鏽鋼或合成樹脂製之產品，內部填充強鹼性陰離子交換樹脂 I 型(表層包覆型或全多孔性二氧化矽型)。

備考 1. 合成樹脂可為四氟乙烯或聚醚醚酮等。 [\[JIS K1321 之註 17\]](#)

備考 2. 分離管柱應依 5.7.3(b)(3)備考 1 之方法定期查核。

(2.2) 偵檢器 [\[JIS K1321 之 5.7.3\(3.2\)\(b\)\]](#)

電導偵檢器

(3) 記錄器 [\[JIS K1321 之 5.7.3\(3.3\)\]](#)(4) 注射針筒 [\[JIS K1321 之 5.7.3\(3.4\)\]](#)

容積(1~10) mL。

(d) 步驟 [\[JIS K1321 之 5.7.3\(4\)\]](#)

(1) 於稱量瓶中稱取約 50 g 之試樣，精確至 0.1 g。 [\[JIS K1321 之 5.7.3\(4.1\)\]](#)

(2) 將氯離子吸收裝置連接至吹驅裝置，以(300~500) mL/min 之流速通入吹驅氣體 40 min，並將氯離子吸收於盛有 45 mL 吸收液的吸收瓶中。 [\[JIS K1321 之 5.7.3\(4.2\)\]](#)

備考：抽氣法的氣體使用乾淨的空氣，吹驅法使用則使用氮氣、氧氣或壓縮空氣。 [\[JIS K1321 之註\(18\)\]](#)

(3) 停止通氣並取下通氣管，並以少量的水，洗滌排出瓶出口的通氣管之後部位，並與吸收液合併，再加水稀釋至 50 mL 後搖振混合均勻。 [\[JIS K1321 之 5.7.3\(4.3\)\]](#)

(4) 設定離子層析儀，並以固定流速(例：1 mL~2 mL)將提沖液流過分離管，對於需要去除管柱的儀器，要使去除液能以恆定流速流動。 [\[JIS K1321 之 5.7.3\(4.4\)\]](#)

(5) 將上述(c)製備之試樣溶液，用注射針筒取一定量(例：(50~200)  $\mu$ L 之固定量)注入離子層析儀的分離管柱中，維持提沖液沖提固定流速(例：1 mL~2 mL)，並記錄層析圖。 [\[JIS K1321 之 5.7.3\(4.5\)\]](#)

(6) 依 CNS 14918 第 8 節測定色譜圖中對應氯離子的波峯高度與面積(定量分析)。 [\[JIS K1321 之 5.7.3\(4.6\)\]](#)

(7) 在整個操作全程，進行空白試驗，並以此修正上述(6)所測定的波峯高度與面積。 [\[JIS K1321 之 5.7.3\(4.7\)\]](#)

(8) 在數個 50 mL 量瓶中，逐量取(0~6) mL 氯離子標準溶液(0.01 mg Cl<sup>-</sup>/mL)，添加吸收液至 50 mL，搖振混合均勻，並依上述步驟(6)與(7)測定，繪製展現氯離子濃度與波峯高度或面積關係之校正曲線。[JIS K1321 之 5.7.3(4.8)]

(e) 計算[JIS K1321 之 5.7.3(5)]

以校正曲線讀取試樣溶液中氯離子含量，並依下式計算硫酸中氯離子含量。

$$C = \frac{A}{W} \times 100$$

式中，C：氯離子(Cl<sup>-</sup>)(%)

A：由校正曲線決定的氯離子量(g)

W：試樣之質量(g)

#### 5.7.4 電位差滴定法

(a) 方法概要

試樣在水中冷卻後，添加預冷的硫酸，用硝酸銀溶液進行電位滴定，測定氯離子之量。

(b) 試劑

(1) 水：同 5.7.2(b)(1)

(2) 硫酸(3+7)：以試藥級硫酸製備。

(3) 硝酸銀溶液(4 mmol/mL)：

稱取 0.679 g 試藥級硝酸銀，溶於水後移入 1,000 mL 量瓶中，以水稀釋至標線。此溶液應於使用前配製。

(c) 裝置

(1) 電位差滴定裝置的滴定瓶、滴定管、指示電極、參比電極及電位計應依下列規定：

(1.1) 滴定瓶：(100~300) mL 之燒杯，配備碎冰冷卻槽

(1.2) 滴定管：(20~50) mL

(1.3) 指示電極：銀電極

(1.4) 參比電極：符合 CNS 6839 (已廢止)之甘汞電極或銀-氯化銀電極，其內筒液體為氯化鉀飽和溶液，外筒液體為硝酸鉀飽和溶液，或使用電橋(密度 1.48 g/mL 之硫酸)。

(1.5) 電位計

(d) 步驟

(1) 取(10~30) mL 試樣，精確至 0.01 g，置入滴定杯中。

備考：稱量之氯離子量為(1~0.1) mg。[JIS K1321 之註 19]

(2) 滴定杯置於冷卻槽中，將試樣冷卻至(10~20) °C。

(3) 逐滴加入(50±2) mL 預冷至(10~20) °C的硫酸(3+7)。

(4) 插入參考電極與指示電極，在攪拌下加入 0.2 mL 硝酸銀溶液(4 mmol/mL) 進行電位差滴定，並於滴定曲線上找出滴定終點。

(5) 在整個操作全程，進行空白試驗，並以此修正上述(4)所測定的滴定值。

(e) 計算

依下式計算氯離子。

$$C = \frac{V \times 0.0001418}{W} \times 100$$

式中，C：氯離子(Cl<sup>-</sup>)(%)

V：滴定所需硝酸銀溶液(4 mmol/mL)之量(mL)

W：試樣之質量(g)

## 5.8 銨離子

(a) 方法概要

在試樣中加入氫氧化鈉溶液使其成為強鹼性，用蒸氣蒸餾，在餾出液中加入酚鈉及過氯酸鈉，然後測定生成的靛酚藍之吸光度，以測得銨離子含量。

(b) 試劑

(1) 氯化氫(1+120)：使用試藥級氯化氫製備。

(2) 氫氧化鈉溶液(4 g/L)：以試藥級氫氧化鈉製備。

(3) 氫氧化鈉溶液(300 g/L)：將試藥級氫氧化鈉以水溶解、煮沸 10 min、冷卻而製備。

(4) 次氯酸鈉溶液(有效氯 10 g/L)：依下列步驟製備次氯酸鈉溶液並標定有效氯。

(4.1) 製備

將體積為  $\frac{100}{\text{有效氯}(\%)}$  (mL) 之次氯酸鈉溶液(有效氯 3 % ~ 10 %)，以水

稀釋至 100 mL，此溶液應於使用前製備。

(4.2) 有效氯標定

將 100 mL 次氯酸鈉溶液(有效氯 3 % ~ 10 %)移入 200 mL 的量瓶中，以水稀釋至標線，混合均勻後再用移液管取 10 mL 至 300 mL 一般角錐瓶中，加水至約 100 mL，再加入(1~2) g 試藥級碘化鉀與 6 mL 醋酸(1+1)，密封後混合均勻，避光靜置 5 min，然後以硫代硫酸鈉(0.05 mole/mL)滴定，當溶液變為淡黃色時，加入(1~2) mL 澱粉溶液(10 g/L)作為指示劑，繼續滴定至藍色消失即為終點。

另外以同一條件進行空白試驗，修正滴定量，並依下式計算有效氯。

$$A = \frac{(a - b) \times f \times \frac{100}{200}}{V} \times 0.001773 \times 100$$

式中，  
 $A$ ：有效氯(%)  
 $A$ ：滴定所需之硫代硫酸鈉溶液(0.05 mol/L)(mL)  
 $b$ ：空白試驗滴定所需之硫代硫酸鈉溶液(0.05 mol/L)(mL)  
 $f$ ：硫代硫酸鈉溶液(0.05 mol/L)的濃度因子  
 $V$ ：標定時所取之次氯酸溶液體積(mL)  
0.001773：1 ml 硫代硫酸鈉溶液(0.05 mol/L)的有效氯當量(g)

(5) 酚鈉溶液

將 25 g 試藥級苯酚溶於 55 mL 試藥級氫氧化鈉配製的溶液(5 mol/L)，冷卻後，加入 6 mL 丙酮並用水添加至 200 mL。此溶液應於使用前製備。

(6) 銨離子標準溶液(0.01 mg NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/mL)

稱取 0.297 g 試藥級氯化銨，溶於水後移入 1,000 mL 量瓶用水稀釋至標線，以得到銨離子標準儲備溶液(0.1 mg NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/mL)，並於使用前稀釋 10 倍。

(7) 甲基紅/甲基藍混合溶液：同 5.3(b)(3)

(c) 裝置

(1) 水蒸氣蒸餾裝置：如圖 7 所示。

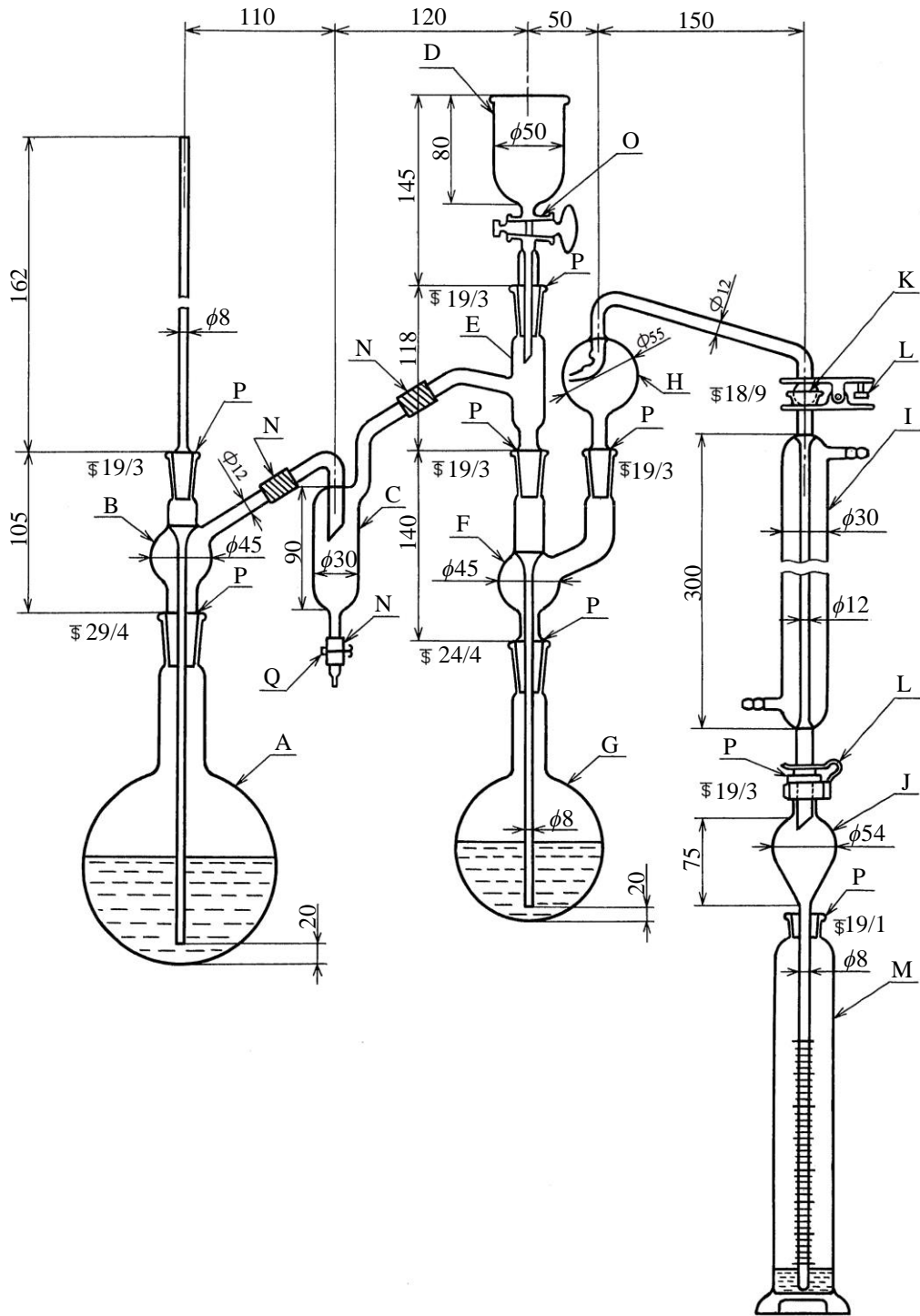
(2) 分光光度計

(d) 步驟

- (1) 以稱量瓶稱取約 50 g 試樣，精確至 0.1 g，在冷卻下將試樣緩緩移入裝有 50 mL 水的 300 mL 燒杯中。
- (2) 加入(2~3)滴甲基紅/甲基藍混合溶液，在冷卻時加入氫氧化鈉溶液(300 g/L)，直至溶液呈綠色。
- (3) 將溶液移至蒸餾燒瓶中，以盛裝 10 mL 氫氯酸(1+120)及 40 mL 水的 200 mL 量筒作為接收器，將蒸餾管得端部插入液體中。
- (4) 從蒸餾瓶上方的漏斗加入 30 mL 氫氧化鈉溶液(30 g/L)，使溶液呈強鹼性，加熱蒸餾瓶直至開始沸騰，然後將蒸汽從蒸氣發生瓶傳送至蒸餾瓶中，開始進行蒸餾，蒸餾速率為(3~5) mL/min，並於接收瓶液體達約 180 mL 時結束蒸餾。
- (5) 將接收器中的餾出液移入 200 mL 量瓶中，並用水稀釋至標線，混合均勻。



單位：mm



- A：容量 1,000 mL 蒸氣發生瓶
- B：水蒸氣導入管
- C：集水阱
- D：注入漏斗
- E：有分支之連接管
- F：蒸氣導入連接管
- G：500 mL 蒸餾瓶
- H：緩衝瓶(彎)
- I：李畢式冷凝管

- J：安全漏斗(約 50 mL)
- K：一般球面磨砂接頭
- L：球形磨砂夾
- M：接收器(200 mL 附塞量筒)
- N：橡膠管
- O：磨砂旋塞
- P：標準錐度磨口
- Q：管夾

圖 7 水蒸氣蒸餾裝置示例

- (6) 使用移液管取 25 mL 溶液，移入 50 mL 量瓶中。
- (7) 添加 10 mL 酚鈉溶液並振盪，然後加入 5 mL 次氯酸鈉(有效氯 10 g/L)，以水稀釋至標線並振盪均勻。
- (8) 將液溫保持在(20~25) °C，並維持約 30 min。
- 備考 1. 顏色深度隨液溫而異，建立校正曲線時，要使用同一溫度。[JIS K1321 之註 20]
- 備考 2. 顯色在約 30 min 時會不變，並在之後約 30 min 會保持穩定。[JIS K1321 之註 21]
- (9) 取此溶液的分液至分光光譜儀的吸光槽中，並量測波長 630 nm 附近的吸光度，此時對照溶液為水。
- (10) 在整個操作全程，進行空白試驗，並以此修正上述(9)所測定的吸光度。
- (11) 在數個 50 mL 量瓶中，逐量取(0~10) mL 銨離子標準溶液(0.01 mg NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/mL)，按上述步驟(7)~步驟(9)測定，並繪製展現銨離子量與吸光度關係之校正曲線。

(e) 計算

以校正曲線讀取試樣溶液中銨離子量，並依下式計算硫酸中銨離子量。

$$C = \frac{A}{W \times B} \times 100$$

式中，C：銨離子(NH<sub>4</sub><sup>+</sup>)(%)

A：由校正曲線決定的銨離子量(g)

W：試樣之質量(g)

B：試樣溶液的配製比例

## 5.9 鐵離子(Fe<sup>2+</sup>)含量

### 5.9.1 定量方法：鐵的定量方法應為下列三種之一。

- (a) 1,10-啡啉分光光度法
- (b) 原子吸收光譜法
- (c) 感應耦合電漿發光光譜法

### 5.9.2 1,10-啡啉分光光度法

(a) 方法概要

將試樣蒸乾，用氫氯酸溶解，以鹽酸羥胺將溶液中的鐵還原，並量測添加 1,10-啡啉與醋酸銨所產生的 1,10-啡啉鐵錯合物之吸光度。

(b) 試劑

- (1) 氫氯酸(1+1)：以試藥級氫氯酸製備。
- (2) 氨水(1+3)：以試藥級氨水製備。
- (3) 鹽酸羥胺溶液(100 g/L)：以試藥級鹽酸羥胺製備。

- (4) L-抗壞血酸溶液(50 g/L)：以試藥級 L-抗壞血酸製備。
- (5) 醋酸銨溶液(200 g/L)：將 20 g 試藥級醋酸銨溶於水中，添加 10 mL 氨水(1+3)，然後再加水至 100 mL。
- (6) 1,10-啡啉溶液(1 g/L)：將 0.12 g 試藥級一水合 1,10-啡啉鹽酸鹽溶於 100 mL 水中，或將 0.1 g 試藥級一水合 1,10-啡啉溶於 20 mL 試藥級乙醇(95)中，然後再加水至 100 mL。
- (7) 鐵標準溶液(0.01 mg Fe/mL)

稱取 0.100 g 鐵(99.9 %)置入 200 mL 燒杯中，添加 10 mL 氫氯酸(1+1)，加熱使其分解，然後加入 1 mL 試藥級硝酸，加熱使其溶解。冷卻後，將其移入 1,000 mL 量瓶中，並加水至標線，以製備鐵的標準儲備溶液(0.1 mg/mL)，使用時取所需之量以水稀釋 10 倍。

(c) 裝置

使用的裝置為分光光度計。

(d) 步驟

- (1) 在 100 mL 燒杯中稱取試樣，精確至 0.01 g，精製濃硫酸取約 20 g，精製稀硫酸取約 2 g，濃硫酸、稀硫酸及發煙硫酸則取(1~10) g。

備考：稱取之鐵含量約為(0.02~0.15) mg。[JIS K1321 之註 22]

- (2) 將試樣加熱蒸乾，待冷卻後，加入 1 mL 氫氯酸(1+3)及 5 mL 水加熱溶解，放冷後全量移入 50 mL 燒瓶中。

備考：如果 1 mL 不能溶解，則可以加到 5 mL。[JIS K1321 之註 23]

- (3) 加入 1 mL 鹽酸羥胺溶液(100 g/L)並振盪。

備考：亦可使用 1 mL 的 L-抗壞血酸溶液(50 g/L)。[JIS K1321 之註 24]

- (4) 加入 5 mL 的 1,10-啡啉溶液(1 g/L)及 5 mL 醋酸銨溶液(200 g/L)，加水至標線搖振均勻後靜置 20 min。

備考：若上述步驟(2)使用的氫氯酸(1+1)用量增加，則以氨水(1+3)調整 pH 值至 3~8。[JIS K1321 之註 25]

- (5) 取一部分上述試液置於分光光度計的吸收槽中，以 CNS 6494 之定量方法，測定波長 510 nm 附近的吸光度，此時，對照溶液為水。

- (6) 在全部的測定中，要依上述步驟(5)進行空白測試，並以所量測的吸光度進行修正。

- (7) 在數個 50 mL 量瓶中，依次逐量移轉(0~15) mL 鐵離子溶液(0.01 mg Fe/mL)，依[5.9(d)(3)~(5)]步驟測定，並繪製顯示鐵離子含量與吸光度關係之校正曲線。

(e) 計算

以校正曲線讀取試樣溶液中鐵離子含量，並依下式計算硫酸中鐵離子含量。

$$C = \frac{A}{W} \times 100$$

式中，C：鐵離子含量(%)

A：以校正曲線讀取之鐵離子含量(g)

W：試樣質量(g)

### 5.9.3 原子吸收光譜法

#### (a) 方法概要

將試樣蒸乾後，加氫氯酸溶解，以水稀釋至規定體積，測定吸光度即可測得鐵含量。

#### (b) 試劑

(1) 氫氯酸(1+3)：以試藥級氫氯酸配製。

(2) 鏽溶液

將 60 g 氧化鏽溶於 400 mL 氫氯酸(1+3)中，以水浴乾燥，在用水將其溶解後配製為 1,000 mL。此溶液 1 mL 含有約 50 mg 鏽。

(3) 鐵標準溶液(0.025 mg Fe/mL)

以 5.9.2(b)(7)之鐵標準儲備溶液(0.1 mg Fe/mL)，使用前取所需量以水稀釋 4 倍。

#### (c) 裝置

(1) 原子吸收光譜儀

(2) 鐵的真空陰極管

#### (d) 步驟

(1) 在 100 mL 燒杯中稱取試樣，精確至 0.01 g，精製濃硫酸取約 20 g，精製稀硫酸取約 2 g，濃硫酸、稀硫酸及發煙硫酸則取(1~10) g。

備考：稱取之鐵含量約為(0.02~0.25) mg。[JIS K1321之註 26]

(2) 將試樣加熱蒸乾，待冷卻後，加入 5 mL 氫氯酸(1+3)加熱溶解，放冷後全量移入 25 mL 量瓶中，加水稀釋至標線並混合均勻。

備考：如有干擾元素造成干擾的風險時，要添加鏽溶液。[JIS K1321之註 27]

(3) 使用原子吸收光譜儀，依 CNS 11209 第 6 節操作，測定上述步驟(2)之溶液在波長 248.3 nm 的吸收度。

(4) 在全部的測定中，要依上述步驟(3)進行空白測試，並以所量測的吸收度進行修正。

(5) 在數個 25 mL 量瓶中，依次逐量移轉(0~10) mL 鐵離子溶液(0.025 mg Fe/mL)，並添加 5 mL 氯化氫(1+3)，依 5.9.3(d) (3)步驟測定，並繪製顯示鐵離子含量與吸收度關係之校正曲線。

#### (e) 計算

以校正曲線讀取試樣溶液中鐵離子含量，並依下式計算硫酸中鐵離子含量。

$$C = \frac{A}{W} \times 100$$

式中， $C$ ：鐵離子含量(%)

$A$ ：以校正曲線讀取之鐵離子含量(g)

$W$ ：試樣質量(g)

#### 5.9.4 感應耦合電漿光譜法

##### (a) 方法概要

將試樣蒸乾後，加氫氯酸溶解，以水稀釋至規定體積，導入感應耦合電漿發光光譜儀中，測定發光強度即可測得鐵含量。

##### (b) 試劑

(1) 氫氯酸(1+3)：同 5.9.3(b)(1)。

(2) 鐵標準溶液(0.025 mg Fe/mL)：同 5.9.3(b)(3)

##### (c) 裝置

感應耦合電漿發光光譜儀

##### (d) 感應耦合電漿發光光譜儀操作條件

操作條件應依 CNS 12416 與儀器操作手冊設定，操作條件範例如表 5。

表 5 感應耦合電漿發光光譜儀操作範例

參數	設定值
高頻功率(kW)	1.3
電漿氫氣流速(L/min)	16
輔助氫氣流率(L/min)	1.0
霧化載氣流氫(L/min)	0.5
觀測高度(mm)	12
光譜儀狹縫寬度(μm)	入口 20/出口 40
分析波長(nm)	238.304

##### (e) 裝置

(1) 在 100 mL 燒杯中稱取 20 g 試樣，精確至 0.01 g，將其蒸乾完全去除硫酸。

備考：稱取之鐵含量約為(0.02~0.25) mg。

(2) 待冷卻後，加入 5 mL 氫氯酸(1+3)加熱溶解。

(3) 放冷後全量移入 25 mL 量瓶中，加水稀釋至標線並混合均勻。

(4) 將上述步驟(3)之溶液導入感應耦合電漿發光光譜儀，並測定波長 238.204 nm 的發光強度。

(4) 在全部的測定中，要依上述步驟(4)進行空白測試，並以所量測的發光強

度進行修正。

(5) 在數個 25 mL 量瓶中，依次逐量移轉(0~10) mL 鐵離子溶液(0.025 mg Fe/mL)，並添加 5 mL 氯化氫(1+3)，再加水至標線，依 5.9.4(d)(3)步驟測定，並繪製顯示鐵離子含量與發光強度關係之校正曲線。

(e) 計算

以校正曲線讀取試樣溶液中鐵離子含量，並依下式計算硫酸中鐵離子含量。

$$C = \frac{A}{W} \times 100$$

式中，C：鐵離子含量(%)

A：以校正曲線讀取之鐵離子含量(g)

W：試樣質量(g)

### 5.10 銅離子(Cu<sup>2+</sup>)含量

5.10.1 定量方法：銅的定量方法應為下列三種之一。

- (a) 雙環己酮草醯雙脙(銅立榮)分光光度法
- (b) 原子吸收光譜法
- (c) 感應耦合電漿發光光譜法

#### 5.10.2 雙環己酮草醯雙脙分光光度法

(a) 方法概要

將試樣蒸乾，用硫酸溶解，然後加入檸檬酸銨，以氨水中和後，然後加入雙環己酮草醯雙脙，量測其與銅錯合物之吸光度，以測得銅之含量。

(b) 試劑

- (1) 硫酸(1+1)：以試藥級硫酸製備。
- (2) 氨水(1+3)：以試藥級氨水製備。
- (3) 檸檬酸銨溶液(100 g/L)：以試藥級檸檬酸銨製備。
- (4) 雙環己酮草醯雙脙溶液(1 g/L)

將 50 mL 乙醇與 50 mL 熱水，加入 0.5 g 雙環己酮草醯雙脙，在水浴中加熱並攪拌溶解，如有未溶解的殘渣，將其過濾，並加水至 500 mL 混合均勻。

(5) 銅標準溶液(0.01 mg Cu/mL)

稱取 0.100 g 銅置入 200 mL 燒杯中，加入 10 mL 硝酸(1+1)，加熱使其分解，然後加入 10 mL 硫酸(1+1)，緩緩加熱直至產生硫酸白煙將硝酸趕出，加水溶解後移入 1,000 mL 量瓶，並加水至標線，以製備銅標準儲備溶液(0.1 mg Cu/mL)，使用時取所需之量以水稀釋 10 倍。

(c) 裝置

使用的裝置為分光光度計。

(d) 步驟

- (1) 在 100 mL 燒杯中稱取約 3 g 試樣，精確至 0.01 g，
  - (2) 緩緩加熱至乾，直至產生白煙，然後放冷。
  - (3) 加入 5 mL 硫酸(1+1)，加熱溶解，放冷後移至 50 mL 量瓶中，加入 5 mL 檸檬酸氨溶液(100 g/L)。
  - (4) 加入數滴酚酞作為指示劑，逐滴加入氨水(1+1)並搖振，直至出現紅色，然後冷卻至低於 30 °C。
  - (5) 在上述溶液中，加入 10 mL 雙環己酮草醯雙脲溶液(1 g/L)，搖振後加水至標線，並靜置 5 min。
  - (6) 取一部分上述試液置於分光光度計的吸收槽中，以 CNS 6494 之定量方法，測定波長 600 nm 附近的吸光度，此時，對照溶液為水。
  - (7) 在全部的測定中，要依上述步驟(6)進行空白測試，並以所量測的吸光度進行修正。
  - (8) 在數個 50 mL 量瓶中，依次逐量移轉(0~6) mL 銅離子溶液(0.01 mg Cu/mL)，依[5.10.2(d)(3)~(6)]步驟測定，並繪製顯示銅離子含量與吸光度關係之校正曲線。
- (e) 計算
- 以校正曲線讀取試樣溶液中銅離子含量，並依下式計算硫酸中銅離子含量。

$$C = \frac{A}{W} \times 100$$

式中， C：銅離子含量(%)

A：以校正曲線讀取之銅離子含量(g)

W：試樣質量(g)

### 5.10.3 原子吸收光譜法

#### (a) 方法概要

將試樣蒸乾後，加氫氟酸溶解，以水稀釋至規定體積，測定吸光度即可測得銅含量。

#### (b) 試劑

- (1) 氫氟酸(1+3)：同 5.9.3(b)(1)。
- (2) 鏽溶液：同 5.9.3(b)(2)。
- (3) 銅標準溶液(0.01 mg Cu/mL)：以 5.10.2(b)(5)製備。

#### (c) 裝置

- (1) 原子吸收光譜儀
- (2) 銅的真空陰極管

#### (d) 步驟

- (1) 在 100 mL 燒杯中稱取 10 g 試樣，精確至 0.01 g，並依[5.9.3\(d\)\(2\)~\(4\)](#)操作，此時量測波長為 324.7 nm。

(2) 在數個 25 mL 量瓶中，依次逐量移轉(0~10) mL 銅離子溶液(0.01 mg Cu/mL)，並添加 5 mL 氫化氫(1+3)，依 5.9.3(d)(3)步驟測定，並繪製顯示銅離子含量與吸收度關係之校正曲線，惟此時使用的波長為 324.7 nm。

(e) 計算

以校正曲線讀取試樣溶液中銅離子含量，並依下式計算硫酸中銅離子含量。

$$C = \frac{A}{W} \times 100$$

式中， $C$ ：銅離子含量(%)

$A$ ：以校正曲線讀取之銅離子含量(g)

$W$ ：試樣質量(g)

#### 5.10.4 感應耦合電漿光譜法

(a) 方法概要

將試樣蒸乾後，加氫氯酸溶解，以水稀釋至規定體積，導入感應耦合電漿發光光譜儀中，測定發光強度即可測得銅含量。

(b) 試劑

(1) 氫氯酸(1+3)：同 5.9.3(b)(1)。

(2) 銅標準溶液(0.025 mg Fe/mL)：

以水將 5.10.2(b)(5)規定的銅標準儲備溶液(0.1 mg Cu/mL)稀釋 4 倍製備。

(c) 裝置

同 5.9.4(c)。

(d) 感應耦合電漿發光光譜儀操作條件

操作條件同 5.9.4(d)，惟使用之分析波長為 324.754 nm。

(e) 操作

同 5.9.4(e)，惟使用銅標準溶液取代鐵標準溶液。

(e) 計算

以校正曲線讀取試樣溶液中銅離子含量，並依下式計算硫酸中銅離子含量。

$$C = \frac{A}{W} \times 100$$

式中， $C$ ：銅離子含量(%)

$A$ ：以校正曲線讀取之銅離子含量(g)

$W$ ：試樣質量(g)

#### 5.11 鉛離子(Pb<sup>2+</sup>)含量

5.11.1 定量方法：鉛的定量方法應為下列二種之一。

(a) 原子吸收光譜法

(b) 感應耦合電漿發光光譜法



### 5.11.2 原子吸收光譜法

#### (a) 方法概要

將試樣蒸乾後，加氫氯酸溶解，以水稀釋至規定體積，測定吸光度即可測得鉛含量。

#### (b) 試劑

- (1) 氫氯酸(1+3)：同 5.9.3(b)(1)。
- (2) 鏽溶液：同 5.9.3(b)(2)。
- (3) 鉛標準溶液(0.01 mg Pb/mL)

稱取 0.100 g 試藥級鉛置入 200 mL 燒杯中，加入 20 mL 硝酸(1+1)，加熱使其分解，冷卻後加水溶解移入 1,000 mL 量瓶，並加水至標線，以製備鉛標準儲備溶液(0.1 mg Pb/mL)，使用時取所需之量以水稀釋 4 倍。

#### (c) 裝置

- (1) 原子吸收光譜儀
- (2) 鉛的真空陰極管

#### (d) 步驟

- (1) 在 100 mL 燒杯中稱取 100 g 試樣，精確至 1 g，並依 [5.9.3 \(d\) \(2\)~\(4\)](#) 操作，此時量測波長為 283.3 nm。
- (2) 在數個 25 mL 量瓶中，依次逐量移轉(0~10) mL 鉛離子溶液(0.025 mg Pb/mL)，並添加 5 mL 氯化氫(1+3)，依 5.9.3(d)(3)步驟測定，並繪製顯示鉛離子含量與吸收度關係之校正曲線，惟此時使用的波長為 283.3 nm。

#### (e) 計算

以校正曲線讀取試樣溶液中鉛離子含量，並依下式計算硫酸中鉛離子含量。

$$C = \frac{A}{W} \times 100$$

式中，C：鉛離子含量(%)

A：以校正曲線讀取之鉛離子含量(g)

W：試樣質量(g)

### 5.11.4 感應耦合電漿光譜法

#### (a) 方法概要

將試樣蒸乾後，加氫氯酸溶解，以水稀釋至規定體積，導入感應耦合電漿發光光譜儀中，測定發光強度即可測得鉛含量。

#### (b) 試劑

- (1) 氫氯酸(1+3)：同 5.9.4(b)(1)。
- (2) 鉛標準溶液(0.02 mg Pb/mL)：

以水將 5.10.2(b)(3)規定的鉛標準儲備溶液(0.1 mg Pb/mL)稀釋 5 倍製

備。

(c) 裝置

同 5.9.4(c)。

(d) 感應耦合電漿發光光譜儀操作條件

操作條件同 5.9.4(d)，惟使用之分析波長為 258.610 nm。

(e) 操作

同 5.9.4(e)，惟使用鉛標準溶液取代鐵標準溶液。

(e) 計算

以校正曲線讀取試樣溶液中鉛離子含量，並依下式計算硫酸中鉛離子含量。

$$C = \frac{A}{W} \times 100$$

式中， $C$ ：鉛離子含量(%)

$A$ ：以校正曲線讀取之鉛離子含量(g)

$W$ ：試樣質量(g)

## 5.12 錳離子( $Mn^{2+}$ )含量

### 5.12.1 定量方法：錳的定量方法應為下列三種之一。

(a) 過錳酸鉀分光光度法

(b) 原子吸收光譜法

(c) 感應耦合電漿發光光譜法

### 5.12.2 過錳酸鉀分光光度法

(a) 方法概要

將試樣蒸乾，加入硫酸與磷酸的混酸及水溶解，然後加入過碘酸鈉，加熱使錳氧化為過錳酸，量測其吸光度，以測得錳之含量。

(b) 試劑

(1) 混酸(1+1)：將試藥級硫酸、試藥級磷酸及水，以 15:23:62 的比例混合。

(2) 過碘酸飽和溶液：以試藥級過碘酸鈉製備。

(3) 亞硝酸鈉溶液(50 g/L)：以試藥級亞硝酸鈉製備。

(4) 尿素溶液(200 g/L)：以試藥級尿素製備。

(5) 錳標準溶液(0.01 mg Mn/mL)

稱取 0.100 g 金屬錳置入 200 mL 燒杯中，加入 10 mL 硝酸(1+1)與 2 mL 硫酸(1+1)，加熱使其分解，然後蒸乾，放冷後加水溶解，移入 1,000 mL 量瓶，並加水至標線，以製備錳標準儲備溶液(0.1 mg Mn/mL)，使用時取所需之量以水稀釋 10 倍成為錳標準溶液(0.01 mg Mn/mL)。

(c) 裝置

使用的裝置為分光光度計。

(d) 步驟

- (1) 在 200 mL 燒杯中稱取試樣，精確至 1 g，加熱並蒸發至乾。
- (2) 放冷後加入 5 mL 混酸及少量的水，再加熱分解，然後以水將其移入 100 mL 燒杯中，添加水使溶液為 15 mL。
- (3) 加入 3 mL 過碘酸鉀溶液(約 100 g/L)，蓋上錶玻璃加熱，直至溶液因過錳酸而變成紅紫色後，再煮沸約 5 min。
- (4) 放冷後，添加 3 mL 尿素溶液(200 g/L)，再移入 25 mL 量瓶中，加水至標線。
- (5) 取一部分上述試液置於分光光度計的吸收槽中，以 CNS 6494 之定量方法，測定波長 530 nm 附近的吸光度，此時，對照溶液為水。  
備考：如果含有大量銅、銻、鉻等元素，則在量瓶中剩餘溶液中，逐滴加入硝酸鈉溶液(50 g/L)並搖振，使高錳酸鉀的紫紅色消失，依前述步驟(5)測定此溶液吸收度，以步驟(5)所測得之吸收度扣除此吸收度進行修正。[\[JIS K1321 之註 28\]](#)
- (6) 在全部的測定中，要依上述步驟(5)進行空白測試，並以所量測的吸光度進行修正。
- (7) 在數個 100 mL 量瓶中，依次逐量移轉(0~10) mL 錳離子溶液(0.01 mg Mn/mL)，並添加 5 mL 混酸及水，使液體體積約為 15 mL，然後依 [5.12.2(d)(3)~(5)]步驟測定，並繪製顯示錳離子含量與吸光度關係之校正曲線。

## (e) 計算

以校正曲線讀取試樣溶液中錳離子含量，並依下式計算硫酸中錳離子含量。

$$C = \frac{A}{W} \times 100$$

式中，C：錳離子含量(%)

A：以校正曲線讀取之錳離子含量(g)

W：試樣質量(g)

## 5.12.2 原子吸收光譜法

## (a) 方法概要

將試樣蒸乾後，加氫氯酸溶解，以水稀釋至規定體積，測定吸光度即可測得錳含量。

## (b) 試劑

- (1) 氫氯酸(1+3)：同 5.9.3(b)(1)。
- (2) 鏽溶液：同 5.9.3(b)(2)。
- (3) 錳標準溶液(0.01 mg Mn/mL)：同 5.12.2(b)(5)。

## (c) 裝置

- (1) 原子吸收光譜儀

(2) 錳的真空陰極管

(d) 步驟

(1) 在 200 mL 燒杯中稱取 100 g 試樣，精確至 1 g，並依 5.9.3(d)(2)~(4) 操作，此時量測波長為 279.5 nm。

(2) 在數個 25 mL 量瓶中，依次逐量移轉(0~10) mL 錳離子溶液(0.01 mg Mn/mL)，並添加 5 mL 氫化氫(1+3)，依 5.9.3(d)(3) 步驟測定，並繪製顯示錳離子含量與吸收度關係之校正曲線，惟此時使用的波長為 279.5 nm。

(e) 計算

以校正曲線讀取試樣溶液中錳離子含量，並依下式計算硫酸中錳離子含量。

$$C = \frac{A}{W} \times 100$$

式中， $C$ ：錳離子含量 (%)

$A$ ：以校正曲線讀取之錳離子含量 (g)

$W$ ：試樣質量 (g)

#### 5.12.4 感應耦合電漿光譜法

(a) 方法概要

將試樣蒸乾後，加氫氯酸溶解，以水稀釋至規定體積，導入感應耦合電漿發光光譜儀中，測定發光強度即可測得錳含量。

(b) 試劑

(1) 氫氯酸(1+3)：同 5.9.3(b)(1)。

(2) 錳標準溶液(0.002 mg Mn/mL)：

以水將 5.12.2 (b)(5) 規定的錳標準儲備溶液(0.1 mg Mn/mL) 稀釋 50 倍製備。

(c) 裝置

同 5.9.4(c)。

(d) 感應耦合電漿發光光譜儀操作條件

操作條件同 5.9.4(d)，惟使用之分析波長為 220.353 nm。

(e) 操作

同 5.9.4(c)，惟使用錳標準溶液取代鐵標準溶液。

(f) 計算

以校正曲線讀取試樣溶液中錳離子含量，並依下式計算硫酸中錳離子含量。

$$C = \frac{A}{W} \times 100$$

式中， $C$ ：錳離子含量 (%)

$A$ ：以校正曲線讀取之錳離子含量 (g)

$W$ ：試樣質量 (g)#

### 5.13 砷離子(As<sup>2+</sup>)含量

#### 5.13.1 定量方法：砷的定量方法應為下列三種之一。

- (a) 二乙胺二硫甲酸銀分光光度法
- (b) 還原汽化-原子吸收光譜法
- (c) 還原汽化-感應耦合電漿發光光譜法

#### 5.13.2 二乙胺二硫甲酸銀分光光度法

##### (a) 方法概要

將試樣中還原性物質已硝酸氧化後，在溶液中加入氫氯酸、氯化鉀及氯化亞錫，將砷轉化為亞砷酸，然後加入金屬鋅將其轉化為氫化砷，其於二乙基二硫胺甲酸銀的氯仿溶液中吸收並顯色，透過測量吸光度以確定砷之量。

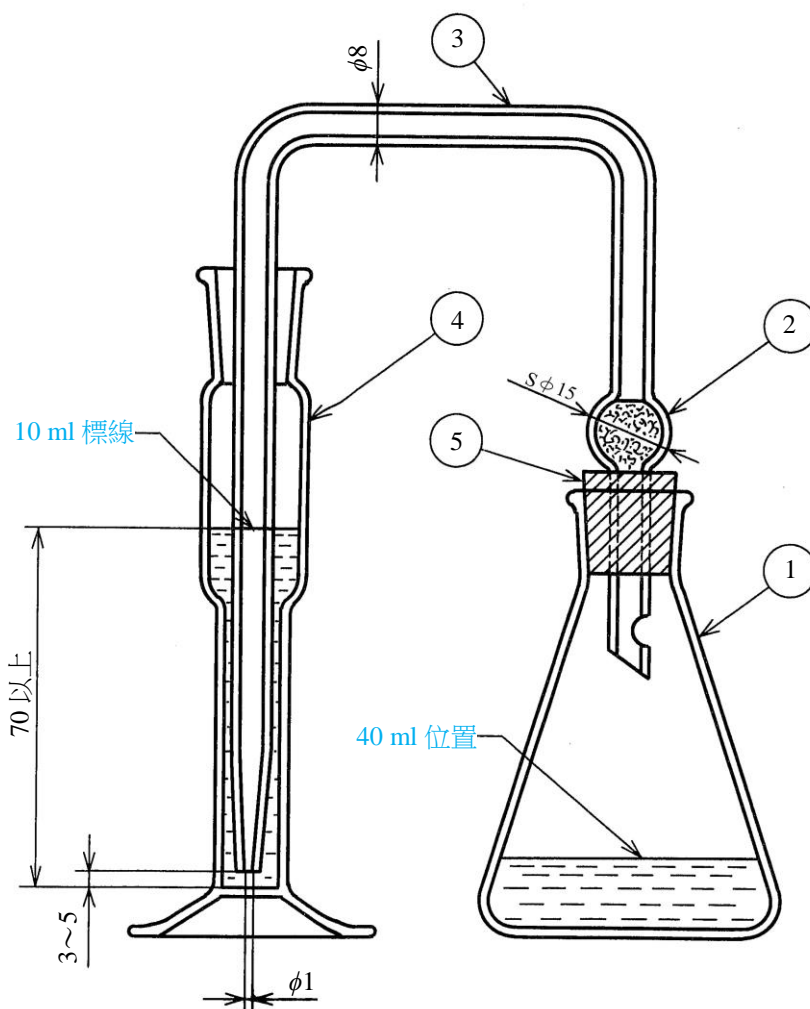
##### (b) 試劑

- (1) 氫氯酸(1+1)：以試藥級過氫氯酸製備。
- (2) 硝酸：試藥級。
- (3) 硫酸(1+1)：以試藥級硫酸製備。
- (4) 金屬鋅：供分析砷用之砂狀金屬鋅，粒度為(1,000~1,410)μm，其表面經氫氯酸(1+10)及水清洗。
- (5) 碘化鉀溶液(200 g/L)：使用試藥級碘化鉀製備。
- (6) 氯化亞錫溶液(40 g/L)：稱取 40 g 二水合氯化亞錫(II)溶於 100 mL 試藥級氫氯酸中，儲存時添加(2~3)顆試藥級金屬錫粒，使用時取所需之量以水稀釋 10 倍。
- (7) 硫酸氫鉀溶液(200 g/L)：使用試藥級硫酸氫鉀製備。
- (8) 醋酸鉛(II)溶液(100 g/L)：使用試藥級三水合醋酸鉛(II)製備。
- (9) 二乙基二硫胺甲酸銀的氯仿溶液(2.5 g/L)：將 0.25 g 試藥級 N,N-二乙基二硫胺甲酸銀與 0.1 g 試藥級二水合馬錢子鹼以試藥級氯仿溶解，配製成 100 mL。
- (10) 二乙基二硫胺甲酸銀的吡啶溶液(5 g/L)：將 0.5 g 試藥級 N,N-二乙基二硫胺甲酸銀以試藥級吡啶溶解，配製成 100 mL。
- (11) 砷標準溶液(0.001 mg As/mL)  
以石英皿稱取 0.1323 g 試藥級三氧化二砷，加入 10 mL 水及 1 mL 氫氧化鈉溶液(300 g/L)，在水浴上加熱溶解，放冷後加入(2~3)滴 5.11.2(b)(6)之酚酞溶液(1 g/L)，滴加硫酸(1+5)直至粉紅色消失，達到中和後，將溶液移入 1,000 mL 量瓶中，加水至標線，製備成為砷標準儲備溶液(0.1 mg As/mL)，使用時取所需之量以水稀釋 100 倍。

##### (c) 裝置

- (1) 氫化砷產生器：如圖 8 所示。
- (2) 分光光度計。

單位：mm



- ① 100 mL 氫化發生瓶
- ② 以醋酸鉛(II)溶液(100 g/L)潤濕之玻璃纖維
- ③ 導管
- ④ 氫化砷吸收管
- ⑤ 橡膠塞

圖 8 氫化砷產生器圖例

## (d) 步驟

- (1) 在石英皿中稱取中稱取試樣，精製濃硫酸取約 50 g，精確至 0.1 g，精製稀硫酸取約 5 g，精確至 0.01 g，加熱並蒸發至乾然後放冷。
- (2) 加入 10 mL 水及 6 mL 硫酸(1+1)，加熱溶解可溶性鹽。
- (3) 用水將此溶液洗入氫化砷發生瓶中，加水至總體積 40 mL。
- (4) 加入 2 mL 氫氯酸(1+1)、15 mL 氯化鉀溶液(200 g/mL)及 5 mL 氯化亞錫(II)溶液(40 g/L)，搖振均勻後於室溫下靜置 10 min。

(5) 將氫化砷發生瓶、導管及裝有 10ml 二乙基二硫胺甲酸銀的氯仿溶液之氫化砷吸收管連接，迅速於氫化砷發生瓶中加入約 5g 之金屬鋅。

備考：亦可使用二乙基二硫胺甲酸銀的吡啶溶液(5 g/L)，此時因為吡啶不會揮發，所以吸收後不需要調整體積至 10 mL。

JIS K1321 之註 29]

(6) 將氫化砷發生瓶浸入 25 °C 水中，靜置 40 min，使氫化砷於二乙基二硫胺甲酸銀的氯仿溶液中吸收。

(7) 在此溶液中加入氯仿使體積為 10 mL，取部分溶液至分光光度計的吸收槽中，並量測波長 510 nm 附近的吸收度，此時，對照溶液為氯仿。

(8) 在全部的測定中，要依上述步驟(7)進行空白測試，並以所量測的吸光度進行修正。

(9) 在數個氫化砷發生瓶中，依次逐量移轉(0~20) mL 砷標準溶液(0.001 mg As/mL)，並添加 10 mL 水及 6 mL 硫酸(1+1)，然後依[5.13.2(d)(4)~(7)]步驟測定，並繪製顯示砷含量與吸光度關係之校正曲線。

(e) 計算

以校正曲線讀取試樣溶液中錳離子含量，並依下式計算硫酸中錳離子含量。

$$C = \frac{A}{W} \times 100$$

式中，C：砷含量(%)

A：以校正曲線讀取之砷含量(g)

W：試樣質量(g)

### 5.13.3 還原氫化-原子吸收光譜法

(a) 方法概要

將試樣用硝酸氧化，蒸發至乾，加氫氯酸溶解，加入四氫硼酸鈉生成氫化砷，將其導入原子吸收光譜儀中，測定吸光度即可測得砷含量。

(b) 試劑

(1) 硝酸：試藥級。

(2) 氫氯酸：適用砷分析之試藥級。

(3) 氫氯酸(2+1)：以前述(2)之氫氯酸製備。

(4) 氫氯酸(1+5)：以前述(2)之氫氯酸製備。

(5) 氫氧化鈉溶液：以試藥級氫氧化鈉製備。

(6) 硫酸氫鉀溶液(200 g/L)：以試藥級硫酸氫鉀製備。

(7) 碘化鉀溶液(300 g/L)：使用試藥級碘化鉀製備。

(8) 四氫硼酸鈉溶液(10 g/L)

將 10 g 試藥級四氫硼酸鈉與 5 g 試藥級氫氧化鈉溶於水中，配製成 1,000 mL，此溶液應於臨用前製備。

(9) 砷標準溶液(0.2  $\mu\text{g As/mL}$ )

以 5.13.2(b)(11)製備之砷標準儲備溶液(0.1 mg As/mL)，使用時取所需之量以水稀釋 500 倍。

## (c) 裝置

- (1) 氫化物產生器：如圖 9 所示，其操作條件如表 6 所示。
- (2) 原子吸收光譜儀
- (3) 洗滌液無砷之 200 mL 燒杯

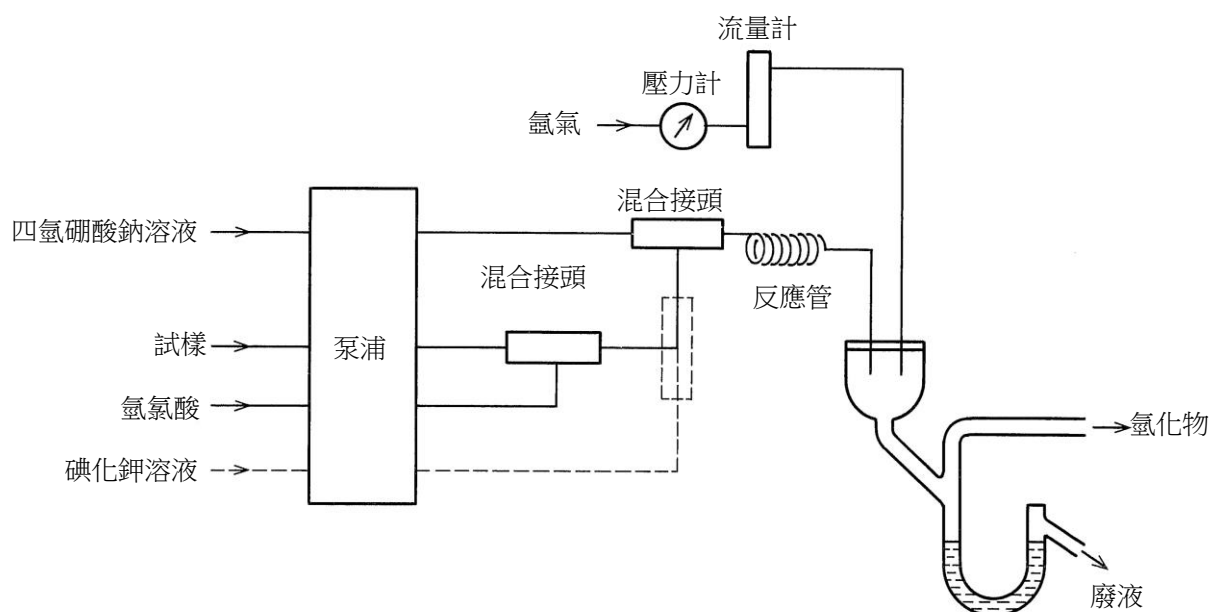


表 6 測定參數示例

載氣流速(L/min)	0.5
試樣流速(L/min)	10
四硼氫酸鈉溶液流速(L/min)	10
氫氯酸(1+5)流速(L/min)	10

## (d) 步驟

- (1) 在 200 mL 燒杯中稱取 5 g 試樣，精確至 0.01 g，加入 3 mL 水，放冷，然後加入 3 mL 硝酸與 10 mL 硫酸氫鉀溶液(200 g/L)。
- (2) 加熱直至無白煙產生。
- (3) 冷卻至室溫後，加入 30ml 氫氯酸(2+1)，加熱溶解可溶性鹽。
- (4) 冷卻後用少量水將其洗入 50 mL 量瓶中。
- (5) 加入 2 mL 碘化鉀溶液(300 g/L)，輕輕搖晃，在室溫下靜置 10 min，加水至標線。
- (6) 將前述(5)中的溶液、四氫硼酸鈉溶液(10 g/L)和氫氯酸(1+5)導入氫化物產生器(在產生器中，四氫硼酸鈉溶液和氫氯酸酸的流量和濃度不同)並



生成氫化物。將生成的氫化物與溶液分離後，將含有氫化物的氣體導入加熱管(石英)或氫-氫火焰中，並測定波長 193.8 nm 的吸光度。

備考：如果溶液中的砷含量超出下述(8)之校正曲線範圍，將此溶液中取一定量稀釋，使砷含量落在校正曲線的範圍，此時，要添加氫氯酸與碘化鉀，使其濃度與原溶液相同。再進行此測定步驟(6)。[IIS](#)

**K1321 之註 301**

- (7) 在全部的測定中，要依上述步驟(6)進行空白測試，並以所量測的吸光度進行修正。
- (8) 在數個氫化砷發生瓶中，依次逐量移轉(0~10) mL 砷標準溶液(0.2 μg As/mL)，並添加 30 mL 氫化氫(2+1)，依 5.13.3(d)(5)~(6)步驟測定，並繪製顯示砷含量與吸收度關係之校正曲線。
- (e) 計算

以校正曲線讀取試樣溶液中砷含量，並依下式計算硫酸中砷含量。

$$C = \frac{A}{W} \times 100$$

式中，C：錳離子含量(%)

A：以校正曲線讀取之錳離子含量(g)

W：試樣質量(g)

#### 5.13.4 還原氫化-感應耦合電漿光譜法

(a) 方法概要

將試樣用硝酸氧化，蒸發至乾，加氫氯酸溶解，加入四氫硼酸鈉生成氫化砷，將其導入感應耦合電漿光譜儀中，測定發光強度即可測得砷含量。

(b) 試劑

(1)~(9)：同 5.12.3(b)之(1)~(9)。

(c) 裝置

(1) 氫化物產生器：同 5.13.3(c)(1)。

(2) 感應耦合電漿發光光譜儀

(3) 200 mL 燒杯：同 5.13.3(c)(3)。

(d) 感應耦合電漿發光光譜儀操作條件

操作條件應依 CNS 12416 與儀器操作手冊設定，操作條件範例如表 7。

表 7 感應耦合電漿發光光譜儀操作範例

參數	設定值
高頻功率(kW)	1.4
電漿氫氣流速(L/min)	18
輔助氫氣流率(L/min)	1.0
觀測高度(mm)	15
光譜儀狹縫寬度(μm)	入口 10/出口 10
分析波長(nm)	193.759

## (e) 操作

(1)~(5)：同 5.13.3(d)之(1)~(5)。

(6) 將上述(5)所得之溶液、四氫硼酸鈉溶液(10 g/L)和氫氯酸(1+5)導入氫化物產生器(在產生器中，四氫硼酸鈉溶液和氫氯酸的流速和濃度不同)並生成氫化砷。將生成的氫化物與溶液分離後，將含有氫化物的氣體導入電漿中，並測定波長 193.759 nm 的發光強度。

備考：如果溶液中的砷含量超出下述(8)之校正曲線範圍，將此溶液中取一定量稀釋，使砷含量落在校正曲線的範圍，此時，要添加氫氯酸與碘化鉀，使其濃度與原溶液相同。再進行此步驟(6)。

**JIS K1321 之註 311**

(7) 在全部的測定中，要依上述步驟(6)進行空白測試，並以所量測的吸光度進行修正。

(8) 在數個 50 mL 量瓶中，依次逐量移轉(0~10) mL 砷標準溶液(0.2 μg As/mL)，並添加 30 mL 氯化氫(2+1)，依 5.13.4 (d) (5)~(6)步驟測定，並繪製顯示砷含量與發光強度關係之校正曲線。

## (f) 計算

以校正曲線讀取試樣溶液中砷含量，並依下式計算硫酸中砷含量。

$$C = \frac{A}{W} \times 100$$

式中，C：砷含量(%)

A：以校正曲線讀取之砷含量(g)

W：試樣質量(g)#

## 5.14 硒(Se)含量

5.14.1 定量方法：砷的定量方法應為下列三種之一。

(a) 3,3'-二氨基聯苯胺分光光度法

(b) 還原汽化-原子吸收光譜法

## (c) 還原汽化-感應耦合電漿發光光譜法

## 5.14.2 3,3'-二氨基聯苯胺分光光度法

## (a) 方法概要

將試樣以硝酸氧化，在溶液中加入硫酸鐵(III)銨將硒共沈澱，將沈澱物分開，並予以濃縮。加入乙二胺四乙酸二氫鈉並調節 pH 後，加入 3,3'-二氨基聯苯胺形成硒的錯合物，在調節此溶液的 pH 後，用甲苯萃出此錯合物，並量測該萃出液的吸光度，以確定硒之量。

## (b) 試劑

(1) 氫氯酸(1+2)：以試藥級氫氯酸製備。

(2) 硝酸：試藥級。

(3) 硫酸：試藥級。

(4) 氨水：(1+1)：同 5.10.2 (b) (2)。

(5) 氨水：(1+2)：以試藥級氨水製備。

(6) 溴化鉀：試藥級。

(7) 硫酸鐵(III)銨溶液(90 g/L)

稱取 9 g 試藥級十二水合硫酸鐵(III)銨置於 100 mL 燒杯中，加入 4 mL 硫酸(1+1)，再用水稀釋至 100 mL。

(8) 乙二胺四乙酸二氫鈉溶液(40 g/L)：以試藥級乙二胺四乙酸二氫鈉製備

(9) 甲苯：試藥級。

(10) 溴瑞香草酚藍溶液(1 g/L)：同 5.3 (b)(2)。

(11) 3,3'-二氨基聯苯胺溶液(5 g/L)

將 0.5 g 試藥級 3,3'-二氨基聯苯胺以水溶解並用水配製成 100 mL。此溶液應於使用前製備。

(12) 硒標準溶液(0.001 mg Se/mL)

稱取 0.100 g 試藥級硒，置入 200 mL 燒杯中，加入 15 mL 硝酸(2+1)，在水浴上加熱分解，並蒸發至乾，用水將其溶解後放冷，全量移入 1,000 mL 量瓶中，加水至標線，製備成為硒標準儲備溶液(0.1 mg Se/mL)，使用時取所需之量以水稀釋 100 倍。

## (c) 裝置

(1) 分光光度計。

(2) pH 計。

## (d) 步驟

(1) 稱取 5 g 試樣，精確至 0.01 g，置於 200 mL 燒杯中，加 0.5 mL 硝酸，一邊搖晃燒杯一邊滴加 10 mL 水，以水浴加熱 30 min。

(2) 冷卻至 50 °C 後，加入 0.5 g 溴化鉀，再加入 2 mL 硫酸鐵(III)銨溶液(90 g/L)及(2~3)滴溴瑞香草酚藍溶液(1 g/L)。

(3) 邊攪拌邊加入氨水(1+1)，直至溶液變成藍色，然後煮沸直至溶液變成黃

色。

- (4) 靜置直至沈澱產生，以 CNS 5038 規定之 5A 濾紙過濾，並用溫水洗滌。
- (5) 逐滴添加約 4 ml 溫鹽酸(1+2)，將濾紙上附著的沉澱物溶解，將沉澱物洗入原燒杯，並用水洗滌濾紙，收集於原燒杯中。
- (6) 加熱將鐵的沈澱物溶解，並添加水至 30 mL。
- (7) 冷卻後添加 10 mL 乙二胺四乙酸二氫鈉溶液(40 g/L)，使用 pH 計以氨水(1+2)調節 pH 值至(1.5~2.0)。
- (8) 加入 2 mL 之 3,3'-二氨基聯苯胺溶液(5 g/L)，搖振均勻後，在水浴中加熱約 10 min。
- (9) 用自來水沖冷後，用 pH 計以氨水(1+2)調整 pH 值至 6 左右。移入分液漏斗中，並用水加至 60 mL。
- (10) 使用定量移液管取 10 mL 甲苯，劇烈搖振 1 min，靜置水層分離。
- (11) 用脫脂棉塞住分液漏斗管端，過濾一部分甲苯層置入分光光度計的吸光槽，並量測波長 420 nm 附近的吸收度，此時，對照溶液為甲苯。
- (12) 在全部的測定中，要依上述步驟(11)進行空白測試，並以所量測的吸光度進行修正。
- (13) 在數個已盛裝 10 mL 水的 200 mL 燒杯中緩緩加入 5 g 硫酸，再依次逐量移轉(0~10) mL 硒標準溶液(0.001 mg Se/mL)，然後依[5.14.2(d)(2)~(11)]步驟測定，並繪製顯示硒含量與吸光度關係之校正曲線。

(e) 計算

以校正曲線讀取試樣溶液中硒含量，並依下式計算硫酸中硒含量。

$$C = \frac{A}{W} \times 100$$

式中，C：硒含量(%)

A：以校正曲線讀取之硒含量(g)

W：試樣質量(g)

### 5.14.3 還原氫化-原子吸收光譜法

(a) 方法概要

將試樣用硝酸氧化，加入氫氯酸後加熱，放冷後，加入四氫硼酸鈉生成氫化硒，將其導入原子吸收光譜儀中，測定吸光度即可測得硒含量。

(b) 試劑

- (1) 硝酸：試藥級。
- (2) 氫氯酸：試藥級。
- (3) 氫氯酸(1+5)：以前述(2)之氫氯酸製備。
- (4) 氫氧化鈉溶液：以試藥級氫氧化鈉製備。
- (5) 四氫硼酸鈉溶液(10 g/L)：同 5.13.3(b)(8)

(6) 稀標準溶液 A(0.5  $\mu\text{g Se/mL}$ )

(7) 碘化鉀溶液(300 g/L)：使用試藥級碘化鉀製備。

(9) 砷標準溶液(0.5  $\mu\text{g As/mL}$ )

以 5.14.2(b)(12)製備之硒標準儲備溶液(0.1 mg Se/mL)，使用時取所需之量以水稀釋 200 倍。

(10) 砷標準溶液(0.25  $\mu\text{g As/mL}$ )

以 5.14.2(b)(12)製備之硒標準儲備溶液(0.1 mg Se/mL)，使用時取所需之量以水稀釋 400 倍。

(11) 砷標準溶液(0.1  $\mu\text{g As/mL}$ )

以 5.14.2(b)(12)製備之硒標準儲備溶液(0.1 mg Se/mL)，使用時取所需之量以水稀釋 1,000 倍。

(c) 裝置

(1) 氫化物產生器：同 5.13.3 (c) (1)。

(2) 原子吸收光譜儀

(d) 步驟

(1) 在 200 mL 錐形瓶中稱取 10 g 試樣，精確至 0.01 g，加入 20 mL 水及 0.5 mL 硝酸，在水浴中加熱 30 min。

(2) 冷卻後，全量移入 50 mL 量瓶中，加水至標線。

(3) 此溶液使用定量移液管移取 10 mL 移入 200 mL 錐形瓶中。

備考：如此溶液中的硒含量超出下述步驟(7)之校正曲線範圍，可酌減所取之溶液量，使硒含量落在校正曲線的範圍。[\[JIS K1321 之註 32\]](#)

(4) 加入 10ml 氫氯酸並在約 80°C 的水浴上加熱 10 分鐘。

(5) 冷卻後，全量移入 50 mL 量瓶中。並加水至標線。

(6) 依 5.13.3(d)(6)步驟測定，惟分析波長採用 190.0 nm，並以硒取代砷。

(7) 在數個 50 mL 量瓶中，依次逐量移轉(0~10) mL 硒標準溶液(0.5  $\mu\text{g Se/mL}$ )、硒標準溶液(0.25  $\mu\text{g Se/mL}$ )或硒標準溶液(0.10  $\mu\text{g Se/mL}$ )，並添加水使溶液體積達到約 10 mL，依 5.13.4(d)(4)~(6)步驟測定，繪製顯示硒含量與發光強度關係之校正曲線。

譯注：此處可能有誤，使用 50 mL 量瓶但加水至 10 mL 不合理，操作上亦有困難。

備考：校正曲線的線性範圍會隨使用的設備、氫化物發生方式等而異，因此要選擇使校正曲線為直線的硒標準溶液濃度。[\[JIS K1321 之註 33\]](#)

(8) 在全部的測定中，要依上述步驟(6)進行空白測試，並以所量測的吸光度進行修正。

(e) 計算

以校正曲線讀取試樣溶液中硒含量，並依下式計算硫酸中硒含量。

$$C = \frac{5 \times A}{W} \times 100$$

式中， $C$ ：硒含量(%)

5：步驟(3)之取樣比例

$A$ ：以校正曲線讀取之硒含量(g)

$W$ ：試樣質量(g)

#### 5.14.4 還原氫化-感應耦合電漿光譜法

##### (a) 方法概要

將試樣用硝酸氧化，加入氫氯酸加熱，冷卻後，加入四氫硼酸鈉生成氫化硒，將其導入感應耦合電漿光譜儀中，測定發光強度即可測得硒含量。

##### (b) 試劑

(1)~(5)：同 5.14.3(b)之(1)~(5)。

(6) 硒標準溶液(0.5  $\mu\text{g Se/mL}$ )：同 5.14.3(b)(6)

##### (c) 裝置

(1) 氫化物產生器：同 5.13.3(c)(1)。

(2) 感應耦合電漿發光光譜儀

##### (d) 感應耦合電漿發光光譜儀操作條件

操作條件同 5.13.4(d)，為分析波長為 190.026 nm

##### (e) 操作

(1)~(5)：同 5.14.3(d)之(1)~(5)。

(6) 同 5.13.4(e)(6)，惟分析波長採用 190.026 nm，並以硒取代砷。

(7) 在全部的測定中，要依上述步驟(6)進行空白測試，並以所量測的吸光度進行修正。

(8) 在數個 50 mL 量瓶中，依次逐量移轉(0~10) mL 硒標準溶液(0.5  $\mu\text{g Se/mL}$ )，並添加水使溶液體積達到約 10 mL，依 5.13.4(e)(4)~(6)步驟測定，繪製顯示硒含量與發光強度關係之校正曲線。

譯注：此處可能有誤，使用 50 mL 量瓶但加水至 10 mL 不合理，操作上亦有困難。

##### (f) 計算

以校正曲線讀取試樣溶液中砷含量，並依下式計算硫酸中砷含量。

$$C = \frac{5 \times A}{W} \times 100$$

式中， $C$ ：砷含量 (%)

5：5.14.3 (d) (3)之取樣比例

$A$ ：以校正曲線讀取之砷含量 (g)

$W$  : 試樣質量 (g)

### 5.15 碘價

(a) 方法概要。

將樣品置於已添加碘溶液的胺磺酸中，添加澱粉後，以硫代硫酸鈉溶液滴定以測定碘價。

(b) 試劑

(1) 硫酸：試藥級

(2) 胺磺酸溶液(100 g/L)：以試藥級胺磺酸製備。

(3) 碘標準溶液(0.05 mol/mL)

碘標準溶液(0.05 mol/mL)的製備與標定步驟如下：

(3.1) 製備

稱取約 40 g 碘化鉀置入 500 mL 燒杯中，加入 25 mL 水及約 13 g 的試藥級碘，將碘化鉀溶解，然後移至 1,000 mL 的量瓶中，加水至標線，加入 3 滴氫氯酸，裝入棕色瓶儲存於暗處。

(3.2) 標定

稱取 0.100 g 試藥級三氧化二砷置於 250 mL 錐形瓶中，加入 10 mL 氫氧化鈉溶液(40 g/L)將其溶解，然後加入 15 mL 硫酸(1+35)並充分攪拌，接著加入 50 mL 溶解 1 g 試藥級碳酸氫鈉的水，攪拌後加入(1~2) mL 澱粉(10 g/L)作為指示劑，以碘標準溶液(0.05 mol/mL)滴定，直至出現淡藍色即為滴定終點。

依下式計算濃度因子：

$$f = \frac{W}{V \times 0.0049}$$

式中， $f$  : 碘的濃度因子

$W$  : 三氧化二砷的質量(g)

$V$  : 滴定所需碘標準溶液之量(mL)

0.0049 : 0.05 mol/mL 碘標準溶液之三氧化二砷當量(g)

(4) 碘標準溶液(0.005 mol/mL)

臨用前，取所需碘標準溶液(0.05 mol/mL)之量，以水稀釋 10 倍。

備考：水應先煮沸趕除溶氧並放冷使用。[JIS K1321 之註 34]

(5) 硫代硫酸鈉溶液(0.01 mol/L)

硫代硫酸鈉溶液(0.01 mol/L)的製備與標定步驟如下：

(5.1) 製備

將 2.6 g 試藥級硫代硫酸鈉溶於水中，移入 1,000 mL 量瓶中，加水至標線。

(5.2) 標定

將 25 mL 碘標準溶液(0.005 mol/mL)置入 200 mL 燒杯中，用硫代硫酸鈉溶液(0.01 mol/L)滴定，當溶液變成淡黃色時，加入(1~2) mL 澱粉溶液(10 g/L)作為指示劑，當最後一滴藍色消失時即為終點。以下列公式計算濃度因子。

$$f = \frac{W}{V}$$

式中， $f$ ：硫代硫酸鈉溶液(0.01mol/L)的濃度因子

$W$ ：碘標準溶液(0.005 mol/mL)的用量(mL)

$V$ ：滴定所需硫代硫酸鈉溶液(0.01mol/L)之量(mL)

(6) 澱粉溶液(10 g/L)

稱量 2 g 試藥級澱粉(可溶性)，加入少量水搖振均勻，然後將其一邊攪拌一邊倒入 200 mL 熱水中，然後加熱 1 min 後放冷。此溶液應於臨用前製備。

(c) 步驟

(1) 在已盛裝 200 mL 水及 10 mL 胺磺酸溶液(100 g/L)的 500mL 燒杯中，加入碘標準溶液(0.005 mol/L)，以提高試樣的碘價。

(2) 量測試樣的比重，以移液管依比重計算量取質量為(40~50) g 的試樣，將移液管端部插入上述步驟(1)的液體中，在燒杯冷卻下緩緩加入。

備考 1. 可另外取定量步驟相同體積的試樣，量測其質量，精確至 0.1 g，以其質量作為試樣的質量。[JIS K1321 之註 35]

備考 2. 加入時要小心，勿使溫度超過 30 °C。[JIS K1321 之註 36]

(3) 立即以硫代硫酸鈉溶液(0.01 mol/L)滴定，當溶液變成淡黃色，加入(1~2) mL 澱粉溶液(1 g/L)作為指示劑，並繼續滴定，直至最後 1 滴藍色消失，即為滴定終點。

(4) 另外於 500 mL 燒杯中置入 200 mL 水與 10 mL 胺磺酸溶液(100 g/L)，再加入與試樣等量的試藥級硫酸，將其煮沸，然後放冷，加入與前述步驟(1)等量的碘標準溶液(0.005 mol/L)，按前述步驟(3)操作，得到空白試驗值，以修正前述步驟(3)所得之滴定值。

(d) 計算

依下式計算碘價。

$$C = \frac{(V_1 - V_0) \times f \times 0.00032}{W} \times 100$$

式中， $C$ ：碘價(%) (m/m)

$V_1$ ：滴定空白試驗所需之硫代硫酸鈉(0.01mol/L)體積(mL)

$V_2$ ：滴定試樣所需之硫代硫酸鈉(0.01mol/L)體積(mL)

$F$ ：硫代硫酸鈉(0.01mol/L)的濃度因子



0.00032 : 1mL 硫代硫酸鈉(0.01mol/L)的 SO<sub>2</sub> 當量 (g)

W : 試樣質量 (g)

### 5.16 高錳酸鉀還原物(O)

#### (a) 方法概要

將試樣置入過錳酸鉀溶液中，加入過量之硫酸鐵(II)銨，再以高錳酸鉀溶液反滴定，測定高錳酸鉀還原物之含量。

#### (b) 試劑

(1) 硫酸：試藥級

(2) 硫酸(1+8)：將試藥級硫酸與水以 1:8 的體積比混合，並於其中滴加高錳酸鉀溶液，使其呈淡紅紫色。

(3) 高錳酸鉀溶液(2 mmol/L)：製備與標定步驟如下：

##### (3.1) 製備

將 0.32 g 試藥級高錳酸鉀溶於水中，以水配製成 1 L，煮沸後放冷至室溫，在靜置於暗處(1~2)天，將 3G3 號布氏漏斗 (Büchner funnel) 玻璃過濾裝置置於棕色瓶上，將此溶液過濾，蓋緊後儲存於陰涼暗處。

備考：要使用乾的過濾裝置。 [JIS K1321 之註 371](#)

##### (3.2) 標定

稱取 0.1675 g 草酸鈉，以適量硫酸(1+8)溶解，再以該硫酸洗入 250 mL 量瓶中並稀釋至標線，此溶液應於使用前配製。

用定量移液管取此溶液 10 mL 至 300 mL 燒杯中，加入 100 mL 硫酸(1+8)，逐滴加入過錳酸鉀溶液(2 mmol/L)，當接近滴定終點，加熱至約 60 °C，再逐滴加入過錳酸鉀溶液(2 mmol/L)，當出現淡紅紫色，即為滴定終點。依下式計算濃度因子。

$$f = \frac{N}{M}$$

式中， $f$ ：過錳酸鉀溶液(2 mmol/L)的濃度因子

$N$ ：使用的草酸鈉溶液體積(mL)

$M$ ：滴定所使用的高錳酸鉀溶液(2 mmol/L)體積(mL)

(4) 硫酸鐵(II)銨溶液(0.01 mmol/L)

稱取約 4 g 試藥級六水合硫酸鐵(II)銨，溶於硫酸(1+17)中，並配製成 1 L，使用前以定量移液管取 10 mL 此溶液，置於 300 mL 燒杯中，添加 100 mL 水，並用高錳酸鉀溶液(2 mmol/L)滴定，以測定其當量體積(mL)。

#### (c) 步驟

(1) 使用移液管取 5 mL 高錳酸鉀溶液(2 mmol/L)，置入盛裝 100 mL 水的 300 mL 燒杯中。

備考：水應先煮沸趕除溶氧並放冷使用。

(2) 使用稱量瓶稱取 50 g 試樣，精確至 0.1 g，並在冷卻下緩緩加入前述步驟(1)的燒杯中。

(3) 將溶液加熱至約 55 °C。

(4) 在冷卻約 30 min 後，使用定量移液管添加 10 mL 硫酸鐵(II)鉍溶液(0.01 mmol/L)，然後立即以高錳酸鉀溶液(2 mmol/L)滴定，直至出現淡紅紫色，即為滴定終點。

(5) 另外於 300 mL 燒杯中置入 100 mL 水及與試樣等量的試藥級硫酸，將其煮沸，然後放冷，加入 5 mL 高錳酸鉀溶液(2 mmol/L)，並依前述(3)與(4)步驟，進行空白試驗，以得到的空白試驗值，修正前述步驟(4)所得之滴定值。

(d) 計算

依下式計算高錳酸鉀還原物含量。

$$C = \frac{(V_1 - V_2) \times f \times 0.00008}{W} \times 100$$

式中， $C$ ：高錳酸鉀還原物含量(O)(%)

$V_1$ ：滴定所需之高錳酸鉀溶液(2 mmol/L)總體積(mL)

$V_2$ ：相當於 10 mL 硫酸鐵(II)鉍溶液(0.01 mmol/L)之高錳酸鉀溶液(2 mmol/L)體積(mL)

$f$ ：高錳酸鉀溶液(2 mmol/L)的濃度因子

0.00008：1mL 高錳酸鉀溶液(2 mmol/L)的 O 當量(g)

$W$ ：試樣質量(g)

## 6. 檢查

應依第 5 節進行試驗，其結果應符合表 1 之規定。

## 7. 標示

如果是小型容器(例：聚乙烯瓶、桶等)，應於明顯處以不易消失方式顯示下列資訊，然而，如果是大型容器(例：濃酸罐拖車、濃酸罐車、運酸船、儲酸槽)及輸送管，則應於發貨單上標示下列事項：

(a) CNS 總號。

(b) 種類。

(c) 硫酸含量或游離硫酸酐含量。

(d) 淨重或淨容量

(e) 製造商名稱或簡稱

(f) 製造日期或其縮寫代號。

(g) 製造序號或批號

附錄 A  
(參考)  
參考之國家標準

- [1] CNS 4894 原油及液體石油產品密度、相對密度(比重)、API 比重試驗法(比重計法)(JISB7525)
- [2] CNS 5018 指示型熱電溫度計(已廢止)(JISC1601)
- [3] CNS 5534 熱電偶(JISC1602)
- [4] CNS 3780 金屬錳(已廢止)(JISG2311)
- [5] CNS 9622 化學分析用白金蒸發皿(JISH6202)
- [6] CNS 9179 化學分析法通則(JISK0050)
- [7] CNS 8834 化學製品密度及比重測定法(JISK0061)
- [8] CNS 6494 吸收光度分析法通則(JISK0115)
- [9] CNS 12416 原子發光光譜分析通則(JISK0116)
- [11] CNS 11209 原子吸收光譜分析法通則(CNS0121)
- [12] CNS 14918 離子層析法通則(JISK0127)
- [13] CNS 1501 化學試藥試驗法通則(JISK8001)
- [14] CNS 12983 容量分析用標準試藥(JISK8005)
- [15] CNS 5038 濾紙(JISP3801)
- [16] CNS 8861 化學分析用玻璃儀器之檢驗法(JISZ3503)
- [17] CNS 6492 水溶液 pH 值測定法(JISZ8802)
- [17] CNS 6839 pH 值測定用玻璃電極(JISZ8805)
- JISK 0113 (CNS12128?)

附錄 B

(參考)

參考之國際標準

- [1] ISO910 Sulphuric acid and oleum for industrial use – Determination of total acidity, and calculation of free sulphur trioxide content of oleum – Titrimetric method
- [2] ISO911 Sulphuric acid for industrial use – Evaluation of sulphuric Acid Concentration by measurement of density
- [3] ISO913 Sulphuric acid and oleum for industrial use – Determination of ash – Gravimetric method
- [4] ISO914 Sulphuric Acid and oleum for industrial use – Determination of total nitrogen content – Titrimetric method after distillation
- [5] ISO2363 Sulphuric acid and oleums for industrial use – Determination of oxides of nitrogen–2,4-Xylenol spectrophotometric method
- [6] ISO2717 Sulphuric acid and oleum for industrial use – Determination of lead content – Dithizone photometric method
- [7] ISO2877 Sulphuric acid for industrial use – Determination of chlorides content – Potentiometric method
- [8] ISO2899 Sulphuric acid and oleums for industrial use – Determination of ammoniacal nitrogen content – Spectrophotometric method
- [9] ISO3423 Sulphuric acid and oleums for industrial use – Determination of sulphur dioxide content – Iodometric method
- [10] ISO5792 Sulphuric acid for industrial use – Determination of arsenic content – Silver diethyldithiocarbamate photometric method

相對應參考標準(正式版刪除)

JIS K1321:1994 Sulfuric acid