

經中華郵政登記認為第三類新聞紙類

總統府公報

中華民國四十八年三月六日

(星期五)

第玖玖捌號

編輯：總統府第一局
 發行：總統府第三局
 印刷：中央印製廠

定價：
 零售每份新台幣一元
 半年新台幣四十八元
 全年新台幣九十六元

國內平寄郵費在內，掛號及國外另加

總統令

總統令

四十八年二月二十七日

行政院呈，請派鄔淑亨為教育部教育研究委員會專員。應照准。此令。

行政院呈，請任命徐先麟為國軍退除役官兵就業輔導委員會科長，應照准。此令。

行政院呈，為財政部鹽務總局台灣製鹽總廠布袋鹽場會計主任岳振華另有任用，請予免職。應照准。此令。

行政院呈，請派容壽山為國軍退除役官兵就業輔導委員會台灣蘇澳榮民醫院副院長，王超為國軍退除役官兵就業輔導委員會台灣竹東

總統府公報

第九九八號

榮民醫院輔導員，郭炎、王慶銘為國軍退除役官兵就業輔導委員會台灣鳳林榮民醫院輔導員。應照准。此令。

行政院呈，請任命黃樹生為台灣高等法院統計室書記官，應照准。此令。

考試院呈，為交通部民用航空局人事室科員阮如璧另有任用，請予免職。應照准。此令。

考試院呈，請派黃瑞禎、于濤、梁國璠為銓敘部專員。應照准。此令。

考試院呈，陳士禮以銓敘部科員試用，應照准。此令。

總統 蔣中正
行政院院長 陳誠

總統令

四十八年二月二十八日

行政院呈，請任命績琨為教育部秘書。應照准。此令。

行政院呈，為國軍退役役官兵就業輔導委員會台灣馬蘭榮民就業講習所輔導員楊風德另有任用，請予免職。應照准。此令。

行政院呈，請派楊風德為國軍退役役官兵就業輔導委員會台灣山崎榮民就業講習所輔導員。應照准。此令。

行政院呈，請任命李靜之為台灣台北地方法院會計主任。應照准。此令。

總統 蔣中正
行政院院長 陳誠

總統令 四十八年三月二日

任命周景龍為內政部總務司司長。此令。

總統 蔣中正
行政院院長 陳誠

部 令

經濟部令

經台(四八)工字第〇二七八七號
中華民國四十八年叁月叁日

茲制定集魚用電燈泡檢驗標準等八種及修訂魚肝油一種國家標準，共計九種，公布之。此令。

計 開

新訂標準八種

| 種數 | 標準名稱 | 總號 |
|----|------------------|------|
| 一 | 集魚用電燈泡檢驗標準 | 一〇五五 |
| 二 | 預熱型螢光管用輝光起動器檢驗標準 | 一〇九二 |
| 三 | 釀造食醋 | 一〇七〇 |
| 四 | 食醋檢驗法 | 一〇七一 |
| 五 | 聚氯乙稀塑膠粉檢驗法 | 一〇八九 |
| 六 | 脫腦薄荷油 | 一〇九三 |
| 七 | 薄荷原油及脫腦薄荷油檢驗法 | 一〇九四 |
| 八 | 卜特蘭水泥化學分析法 | 一〇七八 |

修訂標準一種

| | | |
|---|------------|----|
| 一 | 魚肝油(外銷用原油) | 二六 |
|---|------------|----|

一、適用範圍：本標準適用於以蓄電池及其他直流電源，為誘集魚類用之鎢絲電燈泡（以下簡稱電燈泡）之檢驗。

二、種別，型式，大小，尺度，及燈帽：電燈泡應為注氣式，其大小以標稱功率表示之，至其型式，大小，尺度以及燈帽之種別則應依附表之規定。

三、材料及構造：

A. 鎢絲之品質應均勻，無瑕疵及其他缺點。

B. 導入線應為導電率高之良質材料，導入線與燈絲及燈帽之接觸應確切，其與燈帽之連接則不得使用有腐蝕性之媒劑。

C. 玻璃殼應無雜色，瑕疵及氣泡。

D. 燈帽應用良質黃銅，須以適當黏接法裝於玻璃殼，俾使用期中不致鬆脫，在絕緣部份則用玻璃或其他適當材料。

四、檢 驗：電燈泡之檢驗項目如下：

A. 構造檢查

B. 初期特性試驗

C. 壽命試驗

必要時除上述者外，檢查燈帽之尺度及試驗焊接強度。

五、構造檢查：就第二條所示尺度，第三條所記載事項及第十一條所規定標示，檢查之。

六、初期特性試驗：初期特性試驗以直流電源行之，測定依照附表所示之試驗電壓下之光束（或光通）及電流，並計算其消耗之功率及效率，且需要合格於附表所示之數值。本試驗乃將受試電燈泡，加以試驗電壓之 110 % 之電壓約歷 10 分鐘，俟其特性略定後行之，在測定前須以試驗電壓點燈約 1 分鐘，使注入氣體達一定狀態後行之。

本試驗倘未特別指定，均在電燈泡之正常懸吊位置（即燈帽在上之位置）行之。

註： 1. 光束以球形光束計測定之。

2. 加於電燈泡二端間之電壓應用電位差計，特別精密電壓計或精密電壓計測定之。

七、壽命試驗：電燈泡之壽命乃指其開始點燈至斷絲時之點燈時間，或於斷絲前光束減至初期光束之 80 % 時之點燈時間而言。電燈泡之壽命試驗，係以附表所示之試驗電壓行之，其平均壽命須為 200 小時以上，加壓試驗用者須為 1000 小時以上，試驗時用直流電源如非特別指定亦得以 50 或 60 週率之近似正弦波之交流電源行之。

註： 1. 在試驗時，電壓之變動應不超過 $\pm 1\%$ ，並須以精密記錄電壓計記錄之。

2. 本試驗應在電燈泡正常懸吊位置，並於不受震動狀態下行之。

八、燈帽尺度檢查：燈帽尺度檢查以量規行之。

九、燈帽之焊接強度試驗：本試驗乃在燈帽與玻璃殼之間徐加扭矩，在 E 27/25

50 公斤·公分 (kg-cm)。

十、試驗個數及合格條件：

式之燈帽，此扭矩可達 30 公斤·公分 (kg-cm) 在 E 40 式之燈帽則可達

1. 初期特性試驗每批 30 個，合格者須在 90 % 以上。

2. 壽命試驗乃自初期特性試驗合格之電燈泡中，選出初期特性優良者 10 個予以試驗，試驗期中斷絲個數在 2 個以下者認為合格，如斷絲 3 至 4 個者則繼續試驗而以其總平均壽命是否合格為準。

十一、標 示：電燈泡須將下列各項標明於玻璃殼或燈帽之上。

1. 型 式 例如：F 24V 60W
2. 製 造 廠 名
3. 製 造 年 月

附 表

| 型 式 | 稱標 功率 (瓦) | 玻璃 殼直徑 (公釐) | 長 度 (公釐) | 燈 帽 | 試驗 電壓 (伏) | 初 期 特 性 | | | 壽命時間 (小時) |
|-----------------|-----------------|-------------------|-------------|---------|-----------------|--------------|--------------|---------------|--------------|
| | | | | | | 消耗之功率 (瓦) | 光 束 (流明) | 效 率 (流明/瓦) | |
| F 6V 10W | 10 | 55±1 | 105±3 | E 27/25 | 5.8 | 10±1 | 120± 22 | 12.0±1.8 | 200 以上 |
| F 6V 30W | 30 | 55±1 | 105±3 | E 27/25 | 5.5 | 30±3 | 450± 80 | 15.0±2.3 | 200 以上 |
| F 6V 30WS | 30 | 42±1 | 65±3 | E 27/25 | 5.5 | 30±3 | 400± 72 | 13.3±2.0 | 200 以上 |
| F 6V 50W | 50 | 60±1 | 110±4 | E 27/25 | 5.2 | 50±5 | 900± 160 | 18.0±2.7 | 200 以上 |
| F 12V 10W | 10 | 55±1 | 105±3 | E 27/25 | 11.7 | 10±1 | 120± 22 | 12.0±1.8 | 200 以上 |
| F 12V 30W | 30 | 55±1 | 105±3 | E 27/25 | 11.6 | 30±3 | 450± 80 | 15.0±2.3 | 200 以上 |
| F 12V 60W | 60 | 60±1 | 110±4 | E 27/25 | 11.3 | 60±6 | 1,110± 200 | 18.5±2.8 | 200 以上 |
| F 12V 100W | 100 | 70±1 | 136±4 | E 27/25 | 11.1 | 100±10 | 2,050± 370 | 20.5±3.1 | 200 以上 |
| F 24V 10W | 10 | 55±1 | 105±3 | E 27/25 | 23.6 | 10±1 | 115± 21 | 11.5±1.7 | 200 以上 |
| F 24V 30W | 30 | 55±1 | 105±3 | E 27/25 | 23.5 | 30±3 | 450± 80 | 15.0±2.3 | 200 以上 |
| F 24V 60W | 60 | 60±1 | 110±4 | E 27/25 | 23.4 | 60±6 | 1,080± 195 | 18.0±2.7 | 200 以上 |
| F 24V 100W | 100 | 70±1 | 136±4 | E 27/25 | 23.2 | 100±10 | 2,000± 360 | 20.0±3.6 | 200 以上 |
| F 24V 200W | 200 | 95±1 | 213±7 | E 40 | 22.9 | 200±20 | 4,400± 800 | 22.0±3.3 | 200 以上 |
| F 30V 300W | 300 | 95±1 | 213±7 | E 40 | 28.6 | 300±30 | 6,900±1,240 | 23.0±3.5 | 200 以上 |
| F100V 500W(1) | 500 | 110±1 | 232±8 | E 40 | 110(3) | 500±50 | 9,600±1,730 | 19.2±2.9 | 1,000 以上 |
| F100V 500W | 500 | 110±1 | 232±8 | E 40 | 110(3) | 500±50 | 5,500± 990 | 11.0±1.7 | 1,000 以上 |
| F100V 1,000W(2) | 1,000 | 110±1 | 232±8 | E 40 | 110(3) | 1,000±100 | 20,000±3,600 | 20.0±3.0 | 1,000 以上 |
| F100V 1,000W | 1,000 | 165±2 | 322±10 | E 40 | 110(3) | 1,000±100 | 19,500±3,500 | 19.5±2.9 | 1,000 以上 |
| F100V 1,500W | 1,500 | 165±2 | 322±10 | E 40 | 110(3) | 1,500±150 | 30,750±5,535 | 20.5±3.1 | 1,000 以上 |
| F100V 2,000W | 2,000 | 165±2 | 322±10 | E 40 | 110(3) | 2,000±200 | 41,000±7,380 | 20.5±3.1 | 1,000 以上 |

註：(1) 係晝光色玻殼。

(2) 係水中燈。

(3) 係 110 伏特加壓試驗用。

(4) 型式欄內之 F 表示漁業用，其次則為伏特數與瓦特數，S 表示小型者。

一、適用範圍：本標準適用於預熱型螢光管用之輝光起動器 (Glow Starter) (註)。

註：輝光起動器係指起動預熱型螢光管所需之附件，與燈管之陰極串聯，當電路接通，陰極溫度升高後，輝光起動器即自動開斷電路，將燈管兩端施加電壓使其發光。

二、採 樣：檢驗輝光起動器時，其採樣數量應依照表 1 之規定：

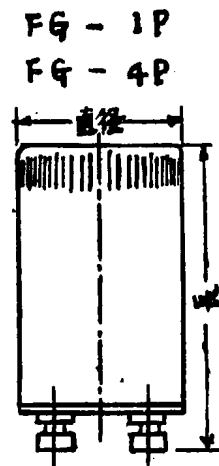
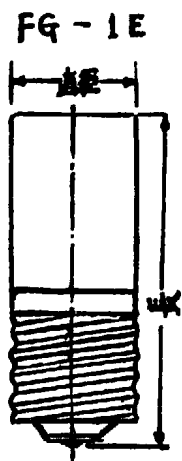
表 1

| 交貨數量 (個) | 採樣數量 (個) |
|----------|----------|
| 500 及以下 | 20 |
| 500 以上 | 30 |

三、型式，標稱電壓，形狀，尺度及燈頭：輝光起動器之型式，標稱電壓，形狀，尺度及燈頭之型式應符合表 2 及附圖之規定：

表 2

| 型 式 | 標稱電壓 (V) | 直 徑 (mm) | 長 (mm) | 燈頭型式 (註1) | 適用螢光管之種類 (註2) |
|-------|----------|----------|--------|-----------------------------|-----------------------------|
| FG-1E | 100 | 17±1 | 40±2 | E17 | FL-10, FL-15, FL-15S, FL-20 |
| FG-1P | 100 | 38±2 | P21-11 | FL-10, FL-15, FL-15S, FL-20 | |
| FG-4P | 200 | 21±1 | 38±2 | P21-11 | FL-40 |



註：1. 燈頭尺度：見第五條 C 節之規定。

2. 適用螢光管之種類係供參考。

四、標 示：輝光起動器必須在容易見到之處，並用不易消失之方法標示下列各項：

A. 型式：用於型式文字及數字表示下述：

1. FG：螢光管用輝光起動器。

2. 次於 FG 之 1：標稱電壓 100V 用，多用於 20W 以下之管。

3. 次於 FG 之 4: 標稱電壓 200V 用, 多用於 40W 之管。

4. 末後之 E: 使用 E 型燈頭。

5. 末後之 P: 使用 P 型燈頭。

B. 製造廠名或其簡號。

五、材料及構造: 輝光起動器材料及構造須符合下列各項之規定:

A. 輝光起動器用玻璃管不得有裂紋或其他缺點。

B. 導線須用導電率較高之良質材料, 導線與電極及燈頭之接觸, 必須確實而與燈頭之連接部不得使用腐蝕性媒劑。

C. 燈頭之尺度依 CNS _____ E 型燈頭及接頭之尺度, 及 CNS _____ P 型燈頭及接頭之尺度。

D. 用 P 型燈頭之輝光起動器必須加裝容量為 0.006 至 0.01 μF 之電容器, 使其容易放電並防止其所干擾電波, E 型者應在燈具上加裝電容器。

E. 電容器: 依 CNS _____ C _____ 電容器之規定。

六、試驗及檢查: 輝光起動器之試驗條件及試驗項目如下:

A. 構造檢查: 檢查是否符合第三條, 第四條及第五條之規定。

B. 起動時間試驗: 依照圖 1 之電路, 將電壓調整器 RG, 調整至伏特計, 達到表 3 所示電壓時加以測定, 試驗用燈管所需點燈時間應在 10 秒以內。

表 3 單位: V

| 標稱電壓 | 電壓計之電壓 |
|------|-----------|
| 100 | 94 至 106 |
| 200 | 180 至 220 |

C. 預熱時間試驗: 依照圖 1 之電路自加以標稱電壓起, 至試驗用燈管發光為止。輝光起動器接點接通時間之合計。如 FG-1E 及 FG-1P 必須在 0.5 秒以上, 2 秒以下, 又 FG-4P 必須在 0.75 秒以上, 3 秒以下。

D. 電壓特性試驗: 依照圖 2 之電路試驗, 將開關 S_1 關上使輝光起動器於標稱電壓動作 10 秒後, 改換開關 S_2 後調整電壓, 在表 4 所示限界電壓 A 時應能動作, 而於限界電壓 B 時輝光起動器不能在 3 分鐘以內發生短路。

表 4 單位: V

| 標稱電壓 | 限界電壓 A | 限界電壓 B |
|------|--------|--------|
| 100 | 94 | 60 |
| 200 | 180 | 128 |

E. 高溫試驗: 依照圖 1 之電路試驗, 將起動器放於 60 至 65°C 溫度下 4 小時應不發生短路。

F. 耐壓試驗: 電極兩端與外部金屬部份間加上 50 至 60 週率之正弦波

1,000V 電壓時，必須耐 1 分鐘時間。而此試驗對 FG—IP 及 FG—4P 型管，須在高溫試驗後仍保持高溫時即施行之。

G. 漏洩電流試驗：電極兩端與外部金屬部份間加上 50 或 60 週率之正弦波 250V 電壓試驗其漏洩電流，其電流值不得超過 0.2mA。又此試驗對 FG—IP 及 FG—4P 型管，則在耐壓試驗後即施行之。

H. 壽命試驗：依照圖 1 之電路試驗，於標稱電壓，25 秒閉，35 秒開之動作重複 5,000 次，無損壞情事為合格。開閉之動作以閉及開算為一次。

七、試驗條件：

A. 試驗用電源：試驗電源應符合下列條件：

1. 電源電壓盡量避免急激變動，其變動範圍為 $\pm 1\%$ 。
2. 電源頻率亦盡量不使其變動，而其變動範圍為 $\pm 1\%$ 。
3. 電壓波形之諧波有效值總和不得大於基本波之 3%。
4. 於放電試驗時，電源阻抗必須不超過安定器阻抗之 10%

B. 外圍溫度：試驗時輝光起動器之外圍溫度為 $20 \pm 10^\circ\text{C}$ 。

C. 試驗用螢光管：試驗時所用螢光管須符合下列之規定：

1. 各試驗時所使用螢光管之型式，應適合該輝光起動器之製品。
2. 起動時間試驗時，應依 CNS 927, C93 螢光管用安定器中所規定之標準螢光管。
3. 溫度試驗及壽命試驗所用螢光管應依 CNS 691, C75 螢光管之規定。

D. 試驗用安定器：試驗時所用安定器之標準如下：

1. 起動時間試驗時，應依 CNS 691, C75 螢光管所規定之試驗用抗流線圈。
2. 壽命試驗時所用安定器應依 CNS 927, C93 螢光管用安定器之規定。

E. 計 器：試驗時所用指示計器為 0.5 級以上之計器。

F. 標準試驗電路：試驗時之路電依照圖 1 及圖 2 為準。

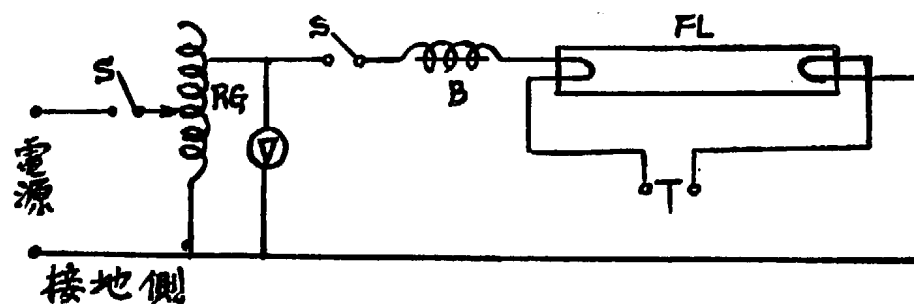


圖 1

註：RG : 電壓調整器。

V : 伏特計。

B : CNS 691, C75 螢光管之試驗用抗流線圈。

EL : 試驗用螢光管。

T : 被試起動器之接端。

S : 開關。

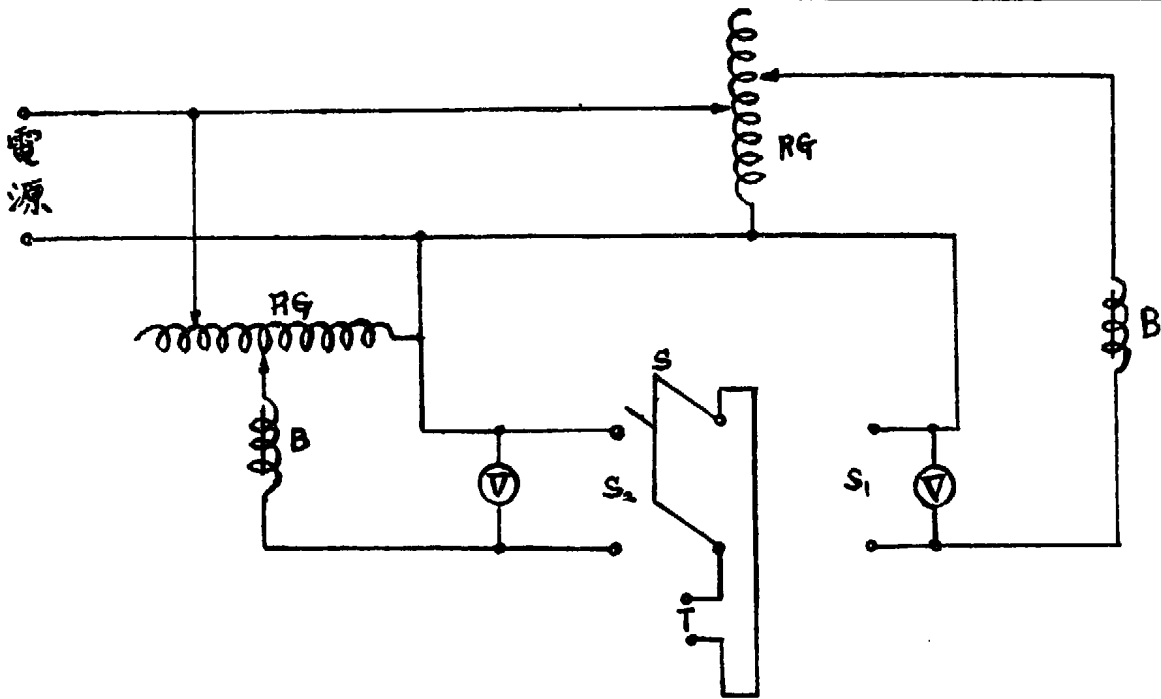


圖 2

- 註：RG：電壓調整器。
 B：CNS 691，C75 螢光管之試驗用抗流線圈。
 V：伏特計。
 S：開關。
 T：被試起動器之接端。

八、合格條件：輝光起動器經試驗後，其合格與不合格之決定，依表 5。

表 5

| 採樣數量 (個) | 試驗合格條件 (個) |
|----------|------------|
| 20 | 18 |
| 30 | 27 |

公佈日期：經濟部中央標準局印行 修訂日期

| | | | |
|--------|------|----|------|
| 中國國家標準 | 釀造食醋 | 總號 | 1070 |
| CNS | | 類號 | K300 |

- 一、本標準適用於由釀造製成之食醋。
- 二、本品應為澄清之液體，不得含有懸浮物或沉澱。
- 三、本品應具有芬芳香味，不得有焦臭，糖醛臭，苦味或其他不良氣味。
- 四、本品不得使用人工甘味劑，至防腐劑及着色劑之使用，應依照現行食品衛生法令之規定。
- 五、本品不得含有游離無機酸類及有害金屬。
- 六、本品之醋酸含量應在 4.2 % 以上。
- 七、本品之總固體量應在 0.25 % 以上。
- 八、本品之檢驗適用 CNS 1071，K 301 食醋檢驗法。

公佈日期：經濟部中央標準局印行 修訂日期

| | | | |
|--|---------------------|----|------------------|
| 中國國家標準 | 食 醋 檢 驗 法 | 總號 | 1 0 7 1 |
| C N S | | 類號 | K 3 0 1 |
| <p>一、適用範圍：本標準適用於食醋之檢驗。</p> <p>二、採 樣：檢驗食醋之採樣，須符合下列各項之規定：</p> <p>A. 同一貨品者 100 瓶任取 3 瓶，不滿 100 瓶者以 100 瓶計，100 瓶以上，每 100 瓶加取一瓶。</p> <p>B. 每一瓶中任取若干 ml，總量應不少於 1200 ml。</p> <p>C. 將 B 項取得之樣品充分混和後分裝 2 瓶，每瓶 600 ml，一瓶作為試驗之用，一瓶備複驗之用，複驗之樣品應深密封固，妥為保存，使不易變質為準，並註明封存日期。</p> <p>三、檢 驗：檢驗食醋，循下列各項行之：</p> <p>A. 外觀檢查：就所採樣品觀察色澤，及有無懸浮物及沉澱等。</p> <p>B. 風味檢查：直接聞嗅其有無焦臭或其他不良氣味。</p> <p>C. 總酸含量：以吸管吸取 10 ml 樣品，用蒸餾水（不含二氧化碳）將顏色沖淡，加 1 % 酚酞液數滴為指示劑，用 0.5 N 苛性鉀或苛性鈉液滴定至粉紅色為止。</p> <p>1 ml 0.5 N 苛性鉀液 = 0.0300 公克醋酸</p> <p>D. 總固體份：以吸管吸取 50 ml 樣品於直徑 50 公釐之瓷製或玻璃製蒸發皿中，先在湯浴上蒸發將乾，然後在蒸汽浴內乾燥 2.5 小時。取出，置於除溼器中 30 分鐘，然後秤量之。計算百分數。</p> <p>E. 防腐劑，人工甘味劑及着色劑：依照現行食品衛生法令規定之檢驗法。</p> <p>F. 游離無機酸類及有害金屬：依照現行食品衛生法令規定之檢驗法。</p> | | | |
| 公 佈 日 期 年 月 日 | 經 濟 部 中 央 標 準 局 印 行 | | 修 訂 日 期 年 月 日 |

| | | | |
|--------|---------------------|----|---------|
| 中國國家標準 | 聚 氯 乙 烯 塑 膠 粉 檢 驗 法 | 總號 | 1 0 8 9 |
| C N S | | 類號 | K 3 0 5 |

| | | | |
|---|--|--|--|
| <p>一、適用範圍：本標準規定聚氯乙烯塑膠粉之檢驗法。</p> <p>二、採 樣：每 100 公斤取樣 1 公斤，採取之樣品，充分混和後，再取出 1 公斤，作為試驗用之試料。</p> <p>三、檢 驗：</p> <p>A. 比粘度：秤準試料（通過試驗篩 0.071 CNS 386，並在常溫下經氯化鈣為乾燥劑之減壓乾燥器內乾燥後）約 200 ± 2mg，盛於密栓容器內，加 50 ml 硝化苯（註1）在 100°C 下溶解。俟完全溶解後再繼續加熱 30 分鐘，使其冷卻至室溫作為試液。然後以量管吸取試液 10 ml，盛於如圖 1 所示之 Ostwald 粘度計之 A 部，由 b 口將試液吸至標線 c 以上，放於恆溫槽中保持 30 ± 0.1°C，然後開放 b 口，使液自然流下，測定液面自標線 c 通過標線 d 的落下秒數設為 t₂，洗淨粘度計後</p> | | | |
|---|--|--|--|

，再用 10 ml 硝化苯，以同樣方法測其落下秒數，設為 t_1 ，由下式計算其比粘度 sp 。

$$\text{比粘度 } sp = \frac{t_2}{t_1} - 1$$

應測定三次以其平均值表示之。

重合度之計算須由下述 (1) 式求出其極限粘度 $[\eta]$ 後，再由 (2) 式求得重合度 $[p]$

$$\text{極限粘度 } [\eta] = \frac{\sqrt{2}}{C} \sqrt{\eta_{sp} - \ln \eta_{rel}} \dots \dots \dots (1)$$

式中 C = 濃度 η_{sp} = 比粘度 η_{rel} = 相對粘度 = $\frac{t_2}{t_1}$

$$\text{重合度 } p = 500 \left\{ \text{Antilog} \left[\frac{[\eta]}{0.168} \right] - 1 \right\} \dots \dots \dots (2)$$

註：(1) 硝化苯須使用一級硝化苯經氯化鈣乾燥後，減壓蒸餾精製者。

Ostwald 粘 度 計

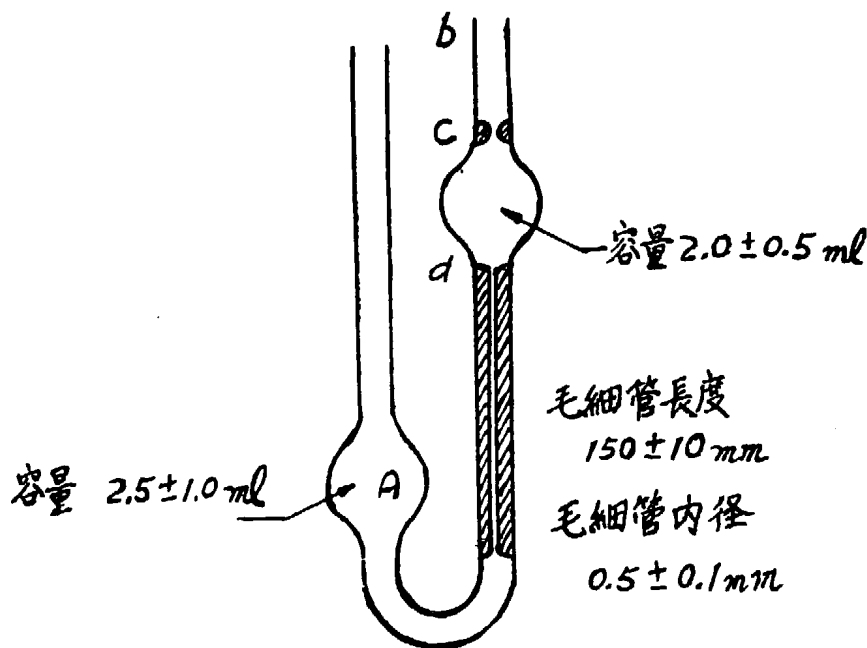


圖 1

B. 灰分：秤準試料約 1 公克（設為 B）盛於已知重量之瓷製坩堝（重量設為 A），加少許濃硫酸使其溼潤後加熱至完全灰化，然後移於乾燥器內冷卻至常溫，秤其重量設為 C，由下式計算其灰分。

$$\text{灰分, \%} = \frac{C - A}{B} \times 100$$

應測定三次，以其平均值表示之。

C. 揮發分：秤準試料約 1 公克（設為 B）盛於已知重量，其內徑為 50 ± 1.5 mm 之偏形秤量瓶（重量設為 A）於 105 ± 2°C 下加熱一小時後移置乾燥器內冷卻至室溫，秤其重量設為 C，由下式計算其揮發分。

$$\text{揮發分, \%} = \frac{C - A}{B} \times 100$$

應測定三次，求其平均值。

- D. 視比重：取試料約 120 ml 盛於如圖 2 之視比重測定裝置漏斗部份，次將閘門開放，任其自然流至秤量瓶內，其上部以玻璃棒刷平後，秤其重量設為 C（包含秤量瓶之重量），秤量瓶重量設為 A 容積為 Bml. 由下式計算其視比重。

$$\text{視比重} = \frac{C-A}{B}$$

應測定三次，以其平均值表示之。

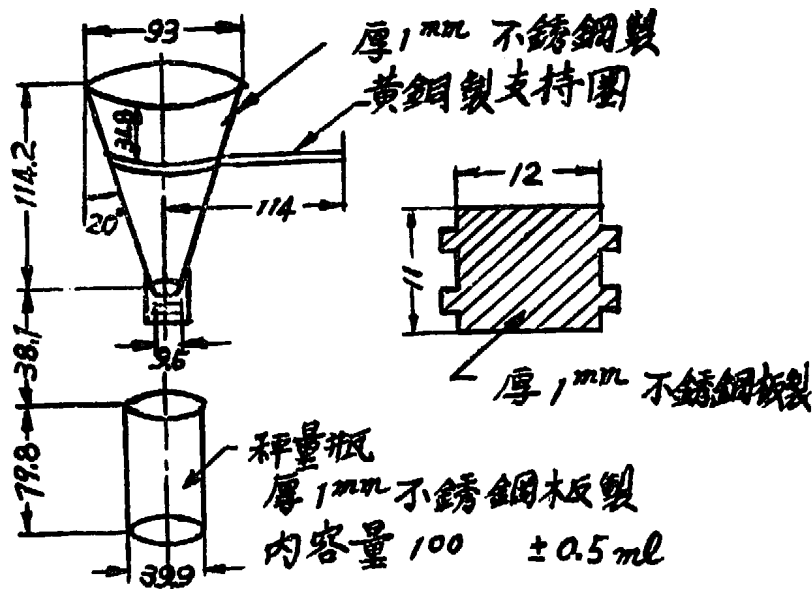


圖 2

- E. 熱安定度：將揮發分測定後之試料置於 $150 \pm 2^\circ\text{C}$ 之空氣浴式烘箱內厚 2 至 3 mm 石棉板上，記錄石棉板表面溫度，在測定溫度後繼續加熱 3 小時，取出移於乾燥器內，俟其冷卻至室溫後，秤其重量，然後以揮發分測定後之重量減之，並以百分率表示之。

應測定三次，以其平均值表示之。

- F. 水浸液導電度：秤準試料約 4 公克放入盛沸騰蒸餾水之硼矽酸玻璃或石英玻璃製燒瓶中，一面搖動，繼續煮 10 分鐘後，俟其冷卻至室溫，然後分開試料與水溶液，試料再用蒸餾水洗淨數次，將洗液與水浸液混合在 $30 \pm 0.1^\circ\text{C}$ 下加蒸餾水稀釋至 100 ml，此溶液移於白金電極容器中，以交流電極測定導電度，此測定值減去蒸餾水導電度即為水浸液導電度，測定應於 $30 \pm 0.1^\circ\text{C}$ 下行之，蒸餾水之導電度不得高於 $3 \mu\text{v}/\text{cm}$ 。

應測定三次，以其平均值表示之。

- G. 水浸液之 pH 值：前述水浸液導電度測定用之試液在室溫下用比色法測定 pH 值。

- H. 氯離子檢定：上述水浸液 10 ml 中加少許硝酸使呈酸性，再加硝酸銀時所呈之白濁是否比 N/300 鹽酸中加少量硝酸銀時為乳白而決定之。

| | | | |
|--------|-------|----|-------|
| 中國國家標準 | 脫腦薄荷油 | 總號 | 1093 |
| C N S | | 類號 | K 306 |

一、本標準適用於由薄荷草提煉已經脫腦之薄荷油。

二、本品分為甲、乙兩級：

A. 甲級：本級包括薄荷原油經過冷凍處理，抽出結晶腦後之母液油。

1. 旋光度：應在 -20° 至 -25° 之間。

2. 總腦份：應在 40 至 55% 之間。

3. 溶解度：在 15° 至 30° C 時，一體積應溶解於 3.5 倍體積以下之 70% 酒精中。

B. 乙級：本級包括經過化學方法處理過之一切薄荷油類。

1. 旋光度：應在 -20° 以下（不包括 -20° ）。

2. 總腦份：應在 10 % 以上。

三、本品之檢驗適用 CNS 1094, K 307 薄荷原油及脫腦薄荷油檢驗法。

| | | |
|------------------|---------------------|------------------|
| 公 佈 日 期 年 月 日 | 經 濟 部 中 央 標 準 局 印 行 | 修 訂 日 期 年 月 日 |
|------------------|---------------------|------------------|

| | | | |
|--------|---------------|----|-------|
| 中國國家標準 | 薄荷原油及脫腦薄荷油檢驗法 | 總號 | 1094 |
| C N S | | 類號 | K 307 |

一、適用範圍：本標準規定薄荷原油及脫腦薄荷油之檢驗法。

二、比 重：在 15° C 時檢定之。

三、折 光 率：在 20° C 時檢定之。

四、旋 光 度：在室溫用 100 mm 管觀察，溫度關係可不必計算。

五、溶 解 度：用 70 % (by volume) 酒精試之，記下所用之體積數。

六、酯 含 量 (Total Ester)：秤準油樣 10 公克入 150 ml 三角瓶中加入預先煮沸過之中性酒精 10 ml 及數滴酚酞指示劑，再加入 0.1 N 苛性鉀酒精液至呈粉紅色為止。加入 25 ml 0.5 N 苛性鉀酒精液（以吸管吸入），連接空氣冷凝器，在沸水浴上加熱煮沸一小時，再加入 20 ml 水，以 0.5 N 鹽酸滴定之。

同時作一空白試驗（空白試驗時不加 0.1 N 苛性鉀液）。二次試驗所用苛性鉀液之差數即為碱化時所用之苛性鉀液之 ml 數：

$$\text{酯含量, \%} = \frac{m \times 0.09915}{W} \times 100$$

$$\text{酯價 (Ester Value)} = \frac{m \times 28.05}{W}$$

式中： m = 所用苛性鉀液之 ml 數

W = 油樣重量

註：酯含量係照薄荷乙酯 (Menthyl Acetate, $C_{12}H_{22}O_2$) 計算。

七、游離薄荷量 (Free menthol)：用量筒量取試樣油 10 ml，醋酐 20 ml，

於 200 ml 醃化瓶中，再加入新近熔融過之無水醋酸鈉 1.9 至 2.1 公克，連接空氣冷凝器，在電熱器上徐徐煮沸 2 小時，放冷，加入 50 ml 水，連帶冷凝器，放在沸水浴上加熱 15 分鐘，並不時搖動之。取下放冷，將內容物移入分液漏斗中，拋去下層水液。先用 50 ml 食鹽水洗滌，再用含有一公克無水碳酸鈉之 50 ml 食鹽水洗滌，再用 50 ml 食鹽水洗滌，每次洗滌時，用力搖動，待液層完全分離後，再拋棄下層水液。最後，輕輕用 20 ml 水洗滌，再將水液完全放去。加入 3 公克粉狀無水硫酸鈉，放置至少 15 分鐘。再乾燥濾紙過濾，是為醃化油。

秤取醃化油 1.5 至 2.0 公克於 150 ml 三角瓶中，加 2 ml 水，先用 0.1 N 苛性鉀液中和之（用酚酞為指示劑），再加 25 ml 0.5 N 苛性鉀酒精液連接空氣冷凝器，在沸水浴上煮沸一小時。取下，加入 20 ml 水，而以 0.5 N 鹽酸滴定之。同時作一空白試驗（空白試驗時不加 0.1 N 苛性鉀液）。二次試驗所用苛性鉀液之差數即為鹼化時所用之苛性鉀液之 ml 數。

$$\text{醃化油之酯價 (Ester Value of Acetylated Oil)} = \frac{m \times 28.05}{W}$$

式中：
m = 所用苛性鉀液之 ml 數
W = 醃化油重量

$$\text{游離薄荷量 (Free menthol), \%} = \frac{156.3 \times (b - a)}{0.42 \times (1335 - b)}$$

式中：
a = 樣品油之酯價
b = 醃化油之酯價

八、薄荷總含量：依照下式計算之：

$$\text{薄荷總含量 (Total Menthol), \%} = \frac{m \times 7.813}{W - (0.021 \times m)} \times [1 - (0.021 \times p)]$$

式中：
m = 第七條試驗所用苛性鉀液 ml 數
W = 醃化油重量
P = 樣品油脂含量百分數。

| | | |
|------------------|---------------------|------------------|
| 公 佈 日 期 年 月 日 | 經 濟 部 中 央 標 準 局 印 行 | 修 訂 日 期 年 月 日 |
|------------------|---------------------|------------------|

| | | | |
|--------|------------|----|---------|
| 中國國家標準 | 卜特蘭水泥化學分析法 | 總號 | 1 0 7 8 |
| C N S | | 類號 | R 8 5 |

一、適用範圍：本標準為概述卜特蘭水泥化學分析之手續，其敘述之次序如下：

| | 條 次 |
|-------|-------|
| 二氧化矽 | 八 |
| 氫氧化銨組 | 九 |
| 三氧化二鐵 | 十及十一 |
| 三氧化鋁 | 十二 |
| 氧化鈣 | 十三 |
| 氧化鎂 | 十四及十五 |

| | |
|----------------------|---------|
| 三氧化硫 | 十六 |
| 化合硫 (Sulfide sulfur) | 十七至十九 |
| 燒失量 | 二十 |
| 氧化鈉及氧化鉀 | 廿一及廿二 |
| 水溶性鹼化物 | 廿三 |
| 五氧化磷 | 廿四及廿五 |
| 氧化錳 | 廿六及廿七 |
| 不溶物 | 廿八 |
| 氯仿可溶之有機物質 | 廿九及三十 |
| 游離氧化鈣 | 卅一及卅二 |
| 二氧化矽 簡易法 | 卅三 |
| 氧化鈣 簡易法 | 卅四及卅五 |
| 氧化鎂 簡易法 A | 卅六 |
| 簡易法 B | 卅七及卅八 |
| 簡易法 C | 卅九及四十 |
| 三氧化硫 簡易法 | 四十一至四十四 |
| 氧化鈉及氧化鉀 簡易法 | 四十五及四十六 |
| 五氧化磷 簡易法 | 四十七及四十八 |
| 氧化錳 簡易法 | 四十九及五十 |
| 游離氧化鈣 簡易法 | 五十一及五十二 |
| 分析結果報告之次序 | 五十三 |

二、取 樣：水泥樣品之取集，另詳 CNS 784，R 37 水硬性水泥取樣法。

三、儀 器：

A. 天秤：分析用天秤，必須具備下列各條件：

1. 每盤秤量不得少於 100 公克。
2. 天秤梁之雙臂(1)如為已使用之天秤在 100,000 分之二以內應相等，(2)如為新天秤在 100,000 之一以內應相等(註1)。
3. 重複秤取結果之互差須在 0.0002 公克以內，及每一刻度之感量之倒數，在 100 公克以內之負荷下須不超過 0.0005 公克(註2)，簡單天秤無須具備上項之條件。
4. 裝置加速稱物之設備，如鍊條，阻尼運動及重游碼，須保證在任何計示及稱盤能容許之任何負荷下其所引起之誤差，不大於 0.0001 公克。

註 1：已使用之天秤兩臂長度及其比率，常有變更，未使用之天秤放置時間長久，兩臂長度及其比率亦有變更。

註 2：如使用輔助金屬片或玻璃盤，其重量亦為負荷之一部份。

B. 法碼：化學測定所使用之法碼必須具備中國中央標準局所規定之條件。

四、水及試藥之純度：

A. 水：本方法中所稱之用水係指蒸餾水而言。

B. 試藥：所用試藥，須符合中國國家標準之規定，如無特別規定，係指化學分析用試藥，如用他種試藥時，事先必須確定該試藥之純度絕不影響分析結果之準確度。

五、試藥之濃度：

A. 酸及氫氧化銨之濃度：酸及氫氧化銨如僅用其化學名詞或化學公式表明時，必須明瞭其濃度即為下列所標之濃度及比重。

| | | | | |
|---|-----|-----------------------------------|-----|------|
| 醋 | 酸 | $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$ | 百分數 | 99.5 |
| 鹽 | 酸 | HCl | 比 重 | 1.18 |
| 氫 | 氟 酸 | HF | 百分數 | 48 |
| 硝 | 酸 | HNO_3 | 比 重 | 1.42 |
| 過 | 氯 酸 | HClO_4 | 百分數 | 70 |
| 磷 | 酸 | H_3PO_4 | 百分數 | 85 |
| 硫 | 酸 | H_2SO_4 | 比 重 | 1.84 |
| 氫 | 氧化銨 | NH_4OH | 比 重 | 0.90 |

其他意欲製備之濃酸類，其比重及濃度為特別規定者，則必須另行標明。

B. 稀酸及稀氫氧化銨：稀酸及稀氫氧化銨之濃度除已校準者外，其餘必須將濃酸之容積及稀釋用水容積之比標明，例如 HCl (1 : 99) 即為 1 容積之濃鹽酸 (比重 1.18) 用 99 容積之水稀釋者。

C. 標準溶液：標準溶液之濃度必須用當量數，或以每公撮中所含測定成分之公克當量數表示之。例如 0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 或 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

(1 公撮 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液 = 0.004 公克之氧化鐵)

D. 非標準溶液：非標準溶液之濃度，為溶一定重量之固體試藥於溶劑中所製成，並需註明一公升溶液中所含試藥之公克數，如無特別標明溶劑均指水而言，例如 NaOH (每公升 10 公克) 即指 10 公克重之 NaOH 溶於水中，且稀釋至一公升也，同樣情形下某種試藥之濃度可用其重量之百分數表明之。

例如：乙醇 (百分之 50) 即指 100 公克溶液中含乙醇 50 公克，其他非標準溶液亦有僅用其名詞表明者，此種溶液之濃度於製備時說明之。

六、玻璃儀器：

A. 在分析工作中所用之玻璃儀器及玻璃溶皿，必需留意選擇應適合每種分析中特殊之需要，譬如量瓶，滴定管，及移液管，其刻度必需準確。

B. 新型及改良型式之玻璃器皿應多利用，如保護遇光分解之溶液用之着色玻璃，抗鹼性玻璃，特別耐熱之高矽玻璃「標準連接器」及可換置之磨口連接器等，在分析工作中均甚為有用。

七、化學測定之數字：

A. 化學化驗之次數應依照 CNS 784，R 37 水硬性水泥採樣法之規定。

B. 化學測定可依照下列第八條至五十二條之手續進行之 (註 1)。

註 1：化學分析法，並非全具有高度之準確性，本標準所包括之各種分析方法，僅為試驗水泥品質所需標準時，可依從之方法。

表 1 化驗結果最大允許之變動度

| 成 分 | 兩個結果間之最大可變差度 | 三個結果中之最大可變差度 |
|--------------------------------------|--------------|--------------|
| 二氧化矽 SiO ₂ | 0.16 | 0.24 |
| 氧化鋁 Al ₂ O ₃ | 0.20 | 0.30 |
| 三氧化二鐵 Fe ₂ O ₃ | 0.10 | 0.15 |
| 氧化鈣 CaO | 0.20 | 0.30 |
| 氧化鎂 MgO | 0.16 | 0.24 |
| 三氧化硫 SO ₃ | 0.10 | 0.15 |
| 燒失量 | 0.10 | 0.15 |
| 氧化鈉 Na ₂ O | 0.03 | 0.05 |
| 氧化鉀 K ₂ O | 0.03 | 0.05 |
| 水溶性鹼類 | 0.05 | 0.08 |
| 五氧化磷 P ₂ O ₅ | 0.03 | 0.05 |
| 氧化錳 Mn ₂ O ₃ | 0.03 | 0.05 |
| 不溶物 | 0.10 | 0.15 |
| 氯仿可溶性有機物 | 0.004 | 0.006 |
| 游離氧化鈣 CaO | 0.02 | 0.3 |

C. 仲裁方法：下列第八至卅二條所列舉之手續，為仲裁之方法。水泥雖不符合化學之要求，亦不可即行擯棄，除非其各成分之測定，暨計算方法均經過下述各仲裁方法中之手續（註2）。

一切個別主要之測定，暨可能致失敗之問題亦須經過仲裁方法。測定必須作二次，分析工作且須在不同日期辦理，如兩次結果其變動數不符第一表規定時，則其測定應重新舉行，直至兩次或三次結果其變動數在允許範圍內為止，如二或三次結果其變動數在允許範圍之內，則其平均數，可認為正確數值，可加以接受。二或三次結果之平均值均可計算，則應以三次結果為計算之基礎，為比較分析及計算其可接受平均之結果起見，其百分數應計算正確至 0.01（氯仿可溶性有機物，則須計算準確至 0.001），雖在方法中有時報告平均數值為 0.1。當規定空白測定時，則應在同一天內為所需之成分作個別分析，或為二個以上樣品，作每組之分析。

註2：仲裁方法：因其為仲裁分析所需之方法，故名為仲裁方法，但其意非僅限於仲裁分析。如無擯棄問題時，雖可用簡易方法，有時亦用仲裁方法，如無簡易方法則又須用仲裁方法。

D. 簡易方法，卅二條至五十五條，所述之手續為簡易法，當化學測定適合標準要求時，可以用此法為一般化學成分測定，因此法較仲裁方法為簡易及快速，當化學測定適合規定條件時，二次分析或空白測定，則不需要，惟有時亦可作空白測定以校正分析之結果。

二 氧 化 矽

八、分析手續：

A. 取 0.5 公克樣品置蒸發皿中(以鉑製者為佳，因易蒸發)，用 10 公撮冷水溼潤使不致成團，加 5 至 10 公撮 HCl，微熱並用圓頭玻璃棒輕壓及攪拌至完全變成溶液為止，置溶液於蒸汽浴中蒸乾，殘渣無須再行加熱即加 5 至 10 公撮 HCl 及等量之水處理之，或將 10 至 20 公撮之 HCl (1:1) 注於殘渣中，將皿加蓋，置於汽浴或電爐上，加熱 10 分鐘，將溶液以等量之熱水稀釋後，即行過濾，用熱水洗滌析出之 SiO_2 (註 1)，將殘渣保留。

註 1：若先用熱 HCl (1:99) 洗滌 SiO_2 沉澱，然後再用熱水洗滌至其濾液無 Cl^- 反應為止。

B. 再將濾液蒸乾，殘渣在 105° 至 110°C 之烘爐中焙烘約 1 小時，用 10 至 15 公撮之 HCl (1:1) 處理殘渣，置於汽浴或熱電爐熱之，以等量之熱水稀釋溶液過濾於另一濾紙上，所得之微量 SiO_2 並洗滌之。將濾液及洗液保留，為測定氫氧化銨組之用(第九條)。

C. 將 A 及 B 所得殘渣及濾紙置鉑皿內(註 2)先用小火烘乾至濾紙完全碳化，惟不能發生火焰，然後在 1100° 至 1200°C 燒灼至重量不變為止。

註 2：如為自己參考，欲知 SiO_2 中所含之雜質，可先行秤量空坩堝。

D. 所得之 SiO_2 中尚含有微量雜質，加水數滴氫氟酸約 10 公撮及硫酸一滴，小心蒸乾，最後在 1050° 至 1100°C ，燒灼約一，二分鍾，冷後再稱，所得重量與前節重量之差即為 SiO_2 之重量。將本條所得 SiO_2 連同第九條 D, E 測定氫氧化銨組所得微量 SiO_2 置坩堝中加 0.5 公克 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_7$ 或 $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ 在低於赤熱之溫度燒灼之，直至殘渣中微量雜質溶於溶液中，冷卻後溶於水中，加入測定氫氧化銨組所保留之濾液及洗液中。

E. 空白測定：用同樣之手續加同量之試藥，作一空白試驗，以校正分析之結果。

F. 計算：將所得 SiO_2 重量之公克數，乘以 200 (乘 100，除以樣品重量 0.5)，計算 SiO_2 之百分數準確至 0.1。

氫 氧 化 銨 組

九、手 續：

A. 將第八條 B (註 1) 所保留之濾液，其體積約為 200 公撮，如有加 HCl 之必要，須保證溶液中酸之總量有 10 至 15 公撮，加 HNO_3 (1.42) 數滴，然後加數滴甲基紅(每公升乙醇含 2 公克)指示劑，熱至沸騰，然後逐滴加氫氧化銨 (1:1) (註 2) 至溶液之顏色呈鮮明之黃色然後再多加一滴(註 3)，將含沉澱之溶液煮沸約 50 至 60 秒鐘，靜置任沉澱下沉(不超過 5 分鐘)，過濾用熱氫化銨(每公升含 20 公克)洗滌，如沉澱量少洗滌二次，沉澱量多則洗滌四次(註 4)。

註 1：如用鉑蒸發皿，乾燥 SiO_2 時，部份鐵素可能已被還原，故此

時應先加 3 公撮飽和溴水，至濾液中煮沸逐出多餘之溴素後，再加甲基紅指示劑。

註 2：用於沉澱所用氫氧化物之氫氧化銨須不含 CO_2 。

註 3：通常加一滴 NH_4OH (1:1) 使溶液之顏色由紅變橙再加一滴令其由橙變黃，如此指示劑可緩慢加入，等 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 完全沉澱而 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 尚未完全沉澱時再加入，則顏色之變化較易觀察。

如 Fe_2O_3 含量較多時，則確定終點前，須任沉澱下沉片刻，沉澱時如顏色褪去，可多加指示劑，觀察指示劑與液面接觸瞬時所生顏色之變化，可為控制溶液酸度之助。煮沸之時間不宜延長過久，如過久顏色會消失，過濾時沉澱不易存於濾紙上，準備過濾時溶液之顏色必須為鮮明之黃色，如不為鮮明之黃色，可多加 NH_4OH (1:1) 使回復黃色，或重行沉澱。

- B. 濾液靜置待用：移沉澱及濾紙至第一次沉澱所用之燒杯內，沉澱加熱鹽酸 (1:3) 溶解，稀釋至約 100 公撮，並用本條 A 手續，將氫氧化物重行沉澱過濾，用 10 公撮之熱 NH_4Cl (每公升 20 公克) 洗滌二次所得之濾液及洗液留為測定 CaO 之用 (詳第十三條)。
- C. 置沉澱及濾紙於已秤之鉑坩堝內，徐熱之，俟濾紙灼焦後，在 1050° 至 1100°C 灼熱至重量不變為止，惟應注意勿令沉澱被炭素所還原，所得之重量即為氫氧化銨組之重量。
- D. 坩堝內加 3 公克 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_7$ 或 $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ (註 4) 用低於赤紅之溫度燒灼至殘渣融熔於溶液中 (註 5) 冷卻後，溶解於含有 2.5 公撮 H_2SO_4 之水中，然後蒸發升高溫度至濃厚煙霧放出，惟不能使 H_2SO_4 大量失去以免冷後變成硬塊，加水溶解，加熱 15 至 30 分鐘，俟略煮沸即行過濾，並用熱水沖洗之。

註 4：D 及 E 兩節所載之手續，僅適用於當化學測定之結果與規定之標準不合時。

註 5：起始加熱時，必需留意，因當硫酸過量時，其中焦性硫酸鹽 (亦稱熔融之酸性硫酸鹽) 時有起泡及飛濺之現象，不需高溫及長時間加熱，以避免熔融之焦性硫酸鹽 (Fused Pyrosulfates) 侵蝕鉑坩堝也，製備不飛濺及起沫之焦性硫酸鹽 (Pyrosulfate)，可置焦性硫酸鹽於鉑皿內用低於赤紅之溫度灼至不起沫及飛濺為止，冷卻後，將熔塊壓碎，以供應用。

- E. 移含有殘渣之濾紙 (註 4) 至鉑坩堝內，在低溫度乾燥及燒灼至濾紙完全炭化為止，惟不能發火焰，然後在高溫度 1000° 至 1200°C 灼熱至重量不變，坩堝中之 SiO_2 滴以水，加約 5 公撮 HF 及一滴 H_2SO_4 小心蒸發至乾，最後將坩堝在 1050° 至 1100°C 灼燒約 1 至 2 分鐘，冷卻後秤之，此重量與前節所得重量之差，即為 SiO_2 之重量，將此重量由 C 氫氧化銨組中所得重量減去，再加上第八條 D 所得之重量。
- F. 空白試驗：依照同一方法及同一數量之試藥，作一空白測定，以校正分析所得之結果。
- G. 計算：將氫氧化銨組之重量 (公克數) 乘以 200 (乘以 100，除以 0.5

公克樣品重量) 計算氫氧化銨組之百分數準確度至 0.01。

三 氧 化 二 鐵

十、試 藥：

- A. 氯化亞錫溶液：溶 5 公克 $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 於 10 公撮 HCl 中並稀釋至 100 公撮，加無鐵之錫細粒，煮沸至溶液澄清，將此溶液加錫置密閉之滴瓶中保留。
- B. 重苯胺 磺酸鉬指示劑 (Barium Diphenylamine Sulfonate)：溶 0.3 公克重苯胺 磺酸鉬於 100 公撮之水中。
- C. 重鉻酸鉀標準溶液 (1 公撮 = 0.004 公克 Fe_2O_3)：溶 2.457 公克重鉻酸鉀於水，稀釋至 1 公升，重鉻酸鉀溶液可用標準之 Sibley 鐵礦，依第十一條測定水泥中 Fe_2O_3 方法校準之，所用鐵礦之重量，足以製成水泥樣品所須約 3 公撮左右之滴定液，用鐵礦中鐵素之重量乘以 1.430 (Fe_2O_3 對 2Fe 之分子比率) 除以所用 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液之公撮數，計算每一公撮溶液等於 Fe_2O_3 之公克數。

註 1：鐵礦溶於熱 HCl 須較長之時間，始能完全分解，惟可依下法以氯化亞錫加速其分解，溶樣品於 15 公撮 HCl 中，煮沸約 30 分鐘，加氯化亞錫溶液，其量較鐵素全部還原所需之量略少，繼續加熱溶化至鐵素完全分解，無深褐色殘渣存在為止，在溶化進行時可加少量氯化亞錫，如溶化終了，仍有多餘之 SnCl_2 時，可加溴水消除之，將溶液稀釋至約 50 公撮，煮沸依第十一條方法所定用氯化亞錫將溶液脫色。

十一、手 續：

- A. 秤樣品一公克，加冷水 40 公撮，劇烈攪拌，加 10 公撮 HCl ，如有需要加熱宜用光圓頭玻棒壓之，至水泥完全分解，煮沸之，逐滴加入 SnCl_2 溶液並加攪拌，直至溶液顏色消褪，再多加一滴，然後將溶液冷至室溫，容器內壁用水沖洗，一次加 10 公撮氯化汞之冷飽和溶液，劇烈攪拌約一分鐘，加 10 公撮 H_3PO_4 (1:1) 及 2 滴重苯胺，磺酸鉬指示劑，加足量之水使滴定後之溶液體積約在 75 至 100 公撮之間，用標準重鉻酸鉀溶液滴定之。至最後一滴使溶液呈顯明紫色，雖再加標準 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液而顏色不變，此即為滴定之終點。
- B. 計算：計算三氧化二鐵之百分數至準確度 0.01 (報告時準確度可為 0.1) 如下：

$$\text{Fe}_2\text{O}_3, \% = EV \times 100$$

式內： E = 1 公撮重鉻酸鉀溶液相當於 Fe_2O_3 之公克數。

V = 1 公克樣品所需重鉻酸鉀之公撮數。

氧 化 鋁

十二、手 續：

計算：將第九條所測定之氫氧化銨組之百分數其準確度至 0.01 者減去依照第十一條，第廿四條及第廿五條所測定之 Fe_2O_3 及 P_2O_5 之百分數，準確至 0.01 即為 Al_2O_3 之百分數，報告時其準確度可為 0.1。

註：測定 P_2O_5 及將其從氫氧化銨組測定中減去，僅在樣品不合標準時用之，溶液中如有銻素，將在第九條中與 $Al(OH)_3$ 及 $Fe(OH)_3$ 一同沉澱析出，並依 Al_2O_3 計算，三氧化鋁百分數無須減去 TiO_2 校正之，除非規定須作此種校正，為標準所規定或須作 TiO_2 成分測定時。

氧 化 鈣

十三、手續：

- A. 將第九條中沉澱氫氧化銨組所得之濾液集中後，加 HCl 使呈酸性，蒸發至體積約 100 公撮，在熱溶液中加 40 公撮之飽和溴水，並立即加 NH_4OH 至溶液成鹼性，煮沸至少約 5 分鐘，至溶液在此過程中確為鹼性，令沉澱下沉，然後過濾，並以熱水沖洗之，將 MnO_2 沉澱拋去，濾液加 HCl 使呈酸性，煮沸至溴素完全逐出，加 5 公撮 HCl，稀釋至 200 公撮，滴甲基紅指示劑 2 滴，及 30 公撮之草酸銨熱溶液（每公升 50 公克）加熱至 70° 至 $80^\circ C$ ，並於攪拌時逐滴加 $NH_4OH(1:1)$ 溶液顏色由紅變黃，停止加熱，將溶液靜置約 1 小時（不能過久），在前 30 分鐘不時將溶液攪拌，過濾，並用冷草酸銨溶液（每公升 1 公克）徐徐沖洗，保留濾液及洗液。
- B. 將含有沉澱之濾紙移置於沉澱時所用之燒杯內，加 50 公撮熱 HCl（1:4）將草酸鈣溶解，並將濾紙軟化，用水稀釋至 200 公撮，加甲基紅指示劑數滴及 20 公撮草酸銨溶液，加熱至微沸騰，依照本條 A 方法加 NH_4OH 中和溶液中之酸後，草酸鈣即行沉澱，靜置溶液約 1 至 2 小時（此時雖靜置 2 小時亦無害）。過濾依照前節方法沖洗沉澱，集中濾液，保留為測定 MgO （第十五條）之用。
- C. 置沉澱及濾紙於已秤之有蓋鉑坩堝內，用火乾之，先用低溫將濾紙完全灼燒，惟不能發生火焰，然後將鉑坩堝緊密加蓋，置於電爐中或本生燈上，在溫度 1100° 至 $1200^\circ C$ 灼熱之，然後置乾燥器中冷卻秤之，繼續燒灼至重量不變，所得之重量即為 CaO 之重量。
- D. 空白試驗：用同一之方法及同量之試藥作一空白試驗，以校正分析所得之結果。
- E. 計 算：將所得 CaO 之公克數乘以 200（或乘以 100 除以 0.5 公克樣品重量），計算氧化鈣之百分數至準確度 0.1。

氧 化 鎂

十四、試 藥：

硝酸銨洗液：溶 100 公克硝酸銨於水中，加 200 公撮之氫氧化銨，並稀釋至 1 公升。

十五、手 續：

- A. 將測定 CaO （第十三條）時之濾液加 HCl 使呈酸性，濃縮至約 250 公撮加約 10 公撮之 $(NH_4)_2HPO_4$ 溶液（每公升 250 公克），置盛有冰水之燒杯中冷卻之，冷卻後逐滴加入 NH_4OH ，並不斷攪動至磷酸銨鎂之結晶開始析出，再加微過量之 NH_4OH （約溶液容積百分之

5 至 10) 繼續不停攪動約數分鐘，將溶液靜置冷空氣中最少 8 小時，然後過濾。

- B. 用熱水將濾紙展開，並將沉澱沖刷至前節所用之燒杯中，濾紙先用熱 HCl (1:4) 洗滌後，再用熱水洗滌，如有必要加過量之熱 HCl 溶解沉澱，將溶液稀釋至約 100 公撮，加入 1 公撮之 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (每公升 250 公克) 然後逐滴加入 NH_4OH ，而不停攪動，至如前節所述沉澱重行析出，再加微過量之 NH_4OH ，靜置冷卻約 2 小時，過濾，並用 2 份 10 公撮之 NH_4NO_3 洗液洗滌之，將含沉澱之濾紙置已秤之鉑坩堝或瓷坩堝中，徐徐燒焦濾紙，然後在 1100° 至 1200°C 溫度燒灼(註)至重量不變，惟小心避免 Pyrophosphate 熔融。

註：如為上釉之坩堝，則燒灼溫度不能超過 1125°C ，因釉在溫度 1200°C 時將部份熔融也。

- C. 空白測定：用同一方法及同量之試藥，作一空白測定以校正分析所得之結果。

- D. 計 算：計算 MgO 百分數至準確度 0.1，如下法：

$$\text{MgO}, \% = W \times 72.4$$

式內： $W = \text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 之公克數

$72.4 = 2\text{MgO}$ 對 $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 之分子比率 (0.362)，除以 0.5 公克樣品重量再乘以 100。

三 氧 化 硫

十六、手 續：

- A. 稱取樣品一公克，加 25 公撮之冷水將混合物劇烈攪動，加 5 公撮之 HCl，如有需要可將溶液加熱並用圓端玻璃棒壓之，至水泥完全分解(註 1)，將溶液稀釋至 50 公撮，並浸漬約 15 分鐘，煮沸片刻，過濾，並用熱水洗滌殘渣，將濾液稀釋至 250 公撮，加熱至沸騰，用移液管吸取 10 公撮之熱 BaCl_2 (每公升 100 公克) 溶液，逐滴加入溶液中繼續煮沸，至沉澱完成，將溶液煮沸片刻，後靜置 12 至 24 小時，(註 2) 溶液之體積必須保持 225 至 260 公撮之間，如有需要可加水補足，過濾，洗滌，將含沉澱之濾紙置已秤之鉑坩堝或瓷坩堝中徐徐將濾紙燒完，惟不發火，然後在溫度 800° 至 900°C 燒灼之，移至乾燥器中冷卻，秤之所得即為 BaSO_4 之重量。

註 1：棕色之殘渣為錳素之化合物，無須介意，詳廿八條之註。

註 2：如欲快速測定，則靜置時間可縮短至 3 小時，惟所得之結果略低，如遇水泥不符合規定條件而擯棄，則靜置時間仍以 12 至 24 小時為宜。

- B. 空白試驗：用同一方法及同量試藥，作一空白試驗，以校正分析所得之結果。

- C. 計 算：計算三氧化硫之百分數至準確度 0.1，如下法：

$$\text{SO}_3, \% = W \times 34.3$$

$W = \text{BaSO}_4$ 之公克數

34.3=SO₃ 對 BaSO₄ 之分子比率 (0.343) 乘以 100

D. 簡捷方法：第廿八條中測定不溶物後之酸性濾液，可用作測定三氧化硫之用，無需另取樣品。

化 合 硫

十七、儀 器：

氣體發生瓶：將 500 公撮之乾燒瓶用橡皮塞聯接一長莖分離漏斗及小球形管，將漏斗之莖略彎曲，如此不致妨礙小球形管之聯接，將漏斗莖下端調整至與瓶底接近，其開口之上端與壓縮空氣相聯，用 L 形及直玻璃管聯接小球形管，而直玻璃管則插入高形燒杯中，將中間有長玻璃管之三頸瓶置漏斗與壓縮空氣之間，如此可以調節空氣之流量，如空氣中含有 H₂S 或 SO₂，則可在三口瓶中置醋酸鉛溶液或其他適當之吸收劑，儀器中所用之橡皮塞須為低硫份之純橡皮製成，並須用熱 HCl 洗滌過者。

十八、試 藥：

- A. 澱粉溶液：在 100 公撮之沸水中加入 5 公撮水中混懸有 1 公撮可溶性澱粉溶液，冷卻加入 10 公撮，計水中含有 1 公撮重之 NaOH 之溶液及 3 公撮 KI，然後充分混和之。
- B. 高錳酸鉀標準溶液 (0.03N)：製備每公升含 0.94 公撮高錳酸鉀之溶液，不能用含有有機物之濾紙過濾，惟可用虹吸管，將部份澄清之溶液移出而不攪動瓶底之沉澱，溶液可用 (中國中央標準局所訂之氧化滴定標準) 草酸鈉 0.15 公撮滴定 (標準樣品編號____)，依照其規定方法校準其濃度。
- C. 硫代硫酸鈉標準溶液 (0.03N)：製備每公升含 7.4 公撮之硫代硫酸鈉 (Na₂S₂O₃·5H₂O) 溶液。
- D. 碘酸鉀標準溶液 (0.03N)：製備每公升含 1.12 公撮碘酸鉀及 12 公撮碘化鉀之溶液，其濃度之校準如下：在 500 公撮之燒瓶中置 300 公撮碘化鉀冷溶液 (水 300 公撮含 KI 1 公撮) 及 10 公撮 HCl 加入約 25 公撮高錳酸鉀標準溶液，將溶液徐徐攪動，加蓋，靜置 5 分鐘，用 Na₂S₂O₃ 標準溶液滴定其游離碘至溶液幾近褪色後，加 2 公撮之澱粉溶液，繼續用 Na₂S₂O₃ 溶液滴定至藍顏色消失，再用標準高錳酸鉀反滴定 (如本條 B)，直至藍顏色恰重現為止，用 KIO₃ 溶液代替 KMnO₄ 溶液重複滴定，由所得之結果依下法計算每公撮 KIO₃ 溶液相當於硫之公撮數。

$$E = \frac{A \times C \times G \times 0.2392}{B \times D \times F}$$

式內：E = 每公撮 KIO₃ 溶液相當於硫之公撮數。

A = 校準 KMnO₄ 溶液所用去 Na₂C₂O₄ 之公撮數。

B = 在 A 中所需之 KMnO₄ 之公撮數。

C = 校準 KIO₃ 溶液所用 KMnO₄ 溶液之公撮數。

D = C 中所需 Na₂S₂O₃ 溶液之公撮數。

F = 校準 KIO₃ 溶液時用去 KIO₃ 溶液之公撮數。

G = F 中所需 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液之公撮數。

註： 1 公撮標準濃度之 KMnO_4 或 KIO_3 液應相當於 0.06701 公克之 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 或 0.01603 公克之硫。0.2392 數字為 0.01603 被 0.06701 除所得之商。 KIO_3 及 KMnO_4 溶液應常校準之，惟 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液較安定，故 KIO_3 溶液可單獨用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液校準而不變 A，B，C 及 D 之數值。

- E. 氧化亞錫溶液：置 10 公克之 $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 於小燒瓶中，加 7 公撮 HCl (1:1) 微熱之，令亞錫鹽溶解，冷後加水 95 公撮，亞錫鹽類易起加水分解作用，故應於用時製備為宜。
- F. 硫酸鋅銨溶液：溶 50 公克 $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 於 150 公撮水及 350 公撮 NH_4OH 中，靜置最少 24 小時，後過濾。
- G. 氯化錳銨溶液：溶 15 公克 $\text{CdCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 於 150 公撮水及 350 公撮 NH_4OH 中，靜置最少 24 小時，後濾過。

十九、 手續：

- A. 先量 15 公撮硫酸鋅銨溶液(註1)及 285 公撮水放於燒杯中，次置水泥樣品 5 公克(註2)及水 10 公撮於燒杯中，輕搖燒杯，令水泥全部水溼及分散。此種動作及以下各動作均須迅速，以免水泥凝固，將燒瓶與分液漏斗及小球形連接管相聯，由漏斗加入 25 公撮之 SnCl_2 溶液並搖動燒瓶，再加 100 公撮 HCl (1:1) 並搖動燒瓶，當燒瓶搖動時，須保持漏斗緊閉，出氣管浸在銨化 ZnSO_4 溶液內。漏斗上端與壓縮空氣相連並將漏斗張開，徐徐通入空氣加熱使沸騰，繼續約 5 至 6 分鐘停止加熱，繼續通入空氣約 3 分鐘，截斷出氣管，惟仍置溶液中，用作攪拌器，將溶液冷至 20 至 30°C (註3)，加 2 公撮澱粉溶液及 40 公撮 HCl (1:1)，即用 KIO_3 標準溶液滴定之至生成穩定之藍色(註4)。

註1：普通情況下 ZnSO_4 溶液較 CdCl_2 溶液為佳，因 ZnSO_4 較 CdCl_2 易溶於 NH_4OH ，惟僅有微量之硫化化合物存在時，則可用 CdCl_2 溶液，因黃色之硫化錳 (CdS) 容易鑑別，可供測定微量之化合硫。

註2：如硫之含量超過 0.20 至 0.25 % 時所用之樣品不宜過多，因 KIO_3 滴定液將不超過 25 公撮。

註3：滴定之終點至熱溶液中，不甚清晰，故溶液冷卻，甚為重要，當蒸餾時一部份 NH_4OH 將失去。存留之一部份則與酸反應，可將溶液溫度升高數度，此不致影響終點。

註4：如硫之含量甚低，而無法估計含量之約數，則緩慢滴定可使 H_2S 氣體損失而得較低之結果，應重複作一快速之滴定以資比較。

- B. 空白測定：用同一手續及同量之試藥作一空白測定以校正所得之結果。

- C. 計算：用下法計算硫之百分數(註5)。

$$\text{硫, \%} = EV \times 20$$

式內： E = 每公撮 KIO_3 溶液相當於硫之公克數。

V = 測定時所用 KIO_3 溶液之公撮數。

20=100 除以樣品重量 (5公克) 所得之商。

註5：在此測定中，假定介乎硫化物與硫酸鹽之間之亞硫酸鹽，硫代硫酸鹽，及其他之化合物均不存在。

如有上列化合物存在時，則將導致此測定發生差誤。

燒 失 量

二十、手 續：

- A. 依照下列第一法或第二法將 1 公克重之樣品放入已秤並有蓋之鉑坩堝中，熱之。
- B. 第一法：將持平之石棉板中間一洞，置鉑坩堝於洞中，使坩堝約五分之三在棉板下方灼燒至赤紅 (900 至 1000°C) 首次至少約 15 分鐘，其後每次灼燒約 5 分鐘至其重量不變為止，坩堝由石綿板上取下時必需小心將附着之石綿揩去，為避免此項手續及縮短加熱之時間，可將坩堝裝於有孔之圓形鉑片上，再將此圓形鉑片置於石綿板上所開略大之洞上。
- C. 第二法：將坩堝放入 Muffle 電爐在 900° 至 1000°C 之溫度灼燒約 15 分鐘，所失去之重量與第二度灼燒 5 分鐘所失去之重量校正之。
- D. 計 算：用 100 乘以失去之重量計算燒失量之百分數至準確度 0.1。

氯化鈉及氯化鉀

廿一、試 藥：

- A. 氯鉑酸溶液：溶 5 公克之氯鉑酸於 95 公撮水及 5 公撮 HCl 中。
- B. Cladding 洗液：溶 100 公克 NH Cl 於水中，並稀釋至 500 公撮，然後加足量之 K PtCl₆ (約 1 公克) 使成飽和溶液，將此飽和液常常斷續搖動經 6 至 8 小時，靜置最少 12 小時，然後過濾其殘渣仍可供製備新洗液之用。

廿二、手 續：

- A. 取 5 公克細粉狀水泥樣品使其與 1 公克之 NH Cl 混和後，置於瑪瑙研鉢內研磨之，再加 4 公克之 CaCO₃ 於混合物內，繼續研磨，直至各成分混合均勻為止。置約 0.5 公分厚之 CaCO₃ 於容積約 40 至 60 公撮之鉑坩堝內，然後將上項混合物置於其上，再用約 0.5 公分厚之 CaCO₃ 被覆於混合物上，置坩堝於石綿板之洞上，石綿板厚約 0.3 公分，坩堝約 1 公分，露出石綿板上面，將蓋蓋嚴並在蓋口上置另一滿盛冷水鉑坩堝，置此坩堝之目的為防止鹼類揮發損失，故在燒灼期中坩堝內之水必須保持常滿，坩堝先用低溫燒灼慢慢加高溫度在 1 小時內燒至赤紅，溫度加高不能太快致使 NH₄Cl 之白煙在坩堝內發生，最後保持溫度在 900° 至 1000°C 燒灼約 1 小時。
- B. 用熱水將煅燒物從坩堝內移出，放入有柄之蒸發皿內加水 150 公撮置水浴上熱約 4 小時，如仍有塊狀存在，可用杆或玻棒壓碎，繼續在水浴上加熱約 4 小時以上，然後將混合物煮沸約 1 分鐘，任殘渣下沉，用澄清法將溶液過濾於大燒杯中，在蒸發皿內加水 30 公撮再煮沸，任殘渣下沉，再用澄清法將溶液用同一濾紙過濾(註)如此經過三次澄清

法過濾，最後將殘渣沖洗至濾紙上，洗淨蒸發皿，並用熱水洗滌殘渣。
 註：如欲加快工作，勿須用澄清法等候殘渣下沉，即行過濾使殘渣儘量存留蒸發皿內，在過濾時可輕搗漏斗莖部或將濾紙略行提高，如此可令濾液易於流下，然後將紙上之殘渣重行沖洗至蒸發皿內。

- C. 集合濾液及洗液蒸發至約 50 公撮，加 3 至 4 公克 $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 煮沸約 1 分鐘，過濾，將殘渣用含小量 NH_4OH 之冷 $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 溶液（每公升含 10 公克）沖洗六次。在濾液內加 10 公撮草酸銨（每公升含 50 公克）及 2 或 3 公撮 NH_4OH 蒸發至約 20 公撮，將濾液過濾至蒸發皿中，用熱水沖洗殘渣，至濾液內加 1 公撮 H_2SO_4 ，然後蒸乾。
- D. 小心灼燒皿內之殘渣，至多餘之 H_2SO_4 完全逐出後，再行加高溫度至赤紅，冷卻後加 50 公撮水中溶解之，在此溶液中加入 2 公撮草酸銨（每公升含 50 公克）及 2 或 3 公撮 NH_4OH ，將溶液蒸發至約 10 公撮，過濾至鉑皿內，殘渣用熱水沖洗，並在濾液內加 0.5 公撮 H_2SO_4 ，然後蒸發至乾，灼燒殘渣時應將溫度徐徐上升至 600° 至 700°C 直至過剩之 H_2SO_4 及銨鹽完全逐出將皿冷卻，加水少許將殘渣溶解，再蒸乾，並在 600° 至 700°C 灼燒約 15 分鐘然後置皿於乾燥器內冷卻，秤取重量，再將殘渣加約 20 公撮，熱水溶解之，過濾，用熱水沖洗殘渣，將含殘渣之濾紙移至蒸發皿內，小心灼燒至濾紙完全燃燒後，繼續在 600° 至 700°C 灼燒約 10 分鐘，置皿於乾燥器內冷卻後，秤取重量，前後兩次所得重量之差，即為 Na_2SO_4 及 K_2SO_4 之重量。
- E. 將濾液移置玻璃，石英或瓷製之容器內，加 1 至 2 公撮 HCl ，蒸發至約 10 公撮，至溶液中，每含約 0.1 公克之混合硫酸鹽，加氯鉑酸約 6 公撮，然後多加 3 公撮，置水浴上熱至濃漿狀，惟須蒸發迅速但不令濃漿蒸乾，濃漿冷卻後變成塊狀，在此溶液中加入 100 公撮乙醇（85%）並充分攪拌，靜置 3 小時，令 K_2PtCl_6 沉澱下沉，將澄清部份用已知重量乾燥古氏坩堝（Gooch 坩堝）並加石綿絨或熔接有多孔圓玻璃盤（Fritted-glass）之蒸發皿過濾，用澄清法以乙醇（85%）洗滌沉澱 5 次，並用乙醇洗滌盛濾液坩堝三次，再用澄清法以 Gladding 洗液洗滌沉澱三次。每次均須充分攪動沉澱，然後用 Gladding 洗液，將沉澱沖至坩堝內，充分沖洗盛濾液容器，最後用乙醇 85% 洗滌坩堝及沉澱六次，置坩堝於 105° 至 110°C 溫度乾燥約 3 小時，冷卻後秤取重量與坩堝重量之差，即為以 K_2PtCl_6 表示 K_2O 之重量。
- F. 空白試驗：用同一手續及同重量試藥作一空白試驗以校正所得之結果。
- G. 計 算：用下法計算 Na_2O 及 K_2O 之百分數至準確度 0.01。

$$\text{Na}_2\text{O}, \% = (W_1 - W_2 \times 0.3584) \times 8.728$$

$$\text{K}_2\text{O}, \% = W_2 \times 3.874$$

式內： $W_1 = \text{Na}_2\text{SO}_4 + \text{K}_2\text{SO}_4$ 重量之公克數。

$W_2 = \text{K}_2\text{PtCl}_6$ 重量之公克數。

0.3584 = K_2SO_4 對 K_2PtCl_6 之分子比率。

8.728 = Na_2O 對 Na_2SO_4 之分子比率 (0.4360)，除以所

用樣品重量 (5 公克) 乘以 100 。

$3.874 = K_2O$ 對 K_2PtCl_6 之分子比率 (0.1937) ，除以
樣品重量 (5 公克) 乘以 100 。

水 溶 性 鹼 類

註： 依第廿三條測定之水溶性鹼類，不能代替第廿二條測定之總鹼類，
在第廿三條之手續中並不能測定水泥中全部水溶性鹼類，在水
溶性鹼類之含量，可有一規定之限度或以數份水泥作水溶性鹼類
含量之比較時，則用同一方法甚為重要。

廿三、手 續：

A. 秤 25 至 150 公克水泥樣品 (註 1) 置於大燒杯中，加水 250 公撮並充
分攪動 (註 2) ，在室溫中靜置 30 分鐘後，再攪動，用 Büchner 漏斗
過濾，將殘渣移入原燒杯中用 150 公撮洗滌漏斗，並將洗液放入燒杯內
充分攪動，然後在室溫中靜置 30 分鐘，再行攪動，用 Büchner 漏斗過
濾，再依前法重複將殘渣移置燒杯中用 100 公撮水洗滌漏斗，將洗液流
入燒杯中，充分攪動，在室溫下靜置 30 分鐘後，再攪動過濾，殘渣無
須洗滌棄置之，將濾液依照前條廿二 B, D, E 節手續 (註 3) 測定之。
註 1：分析時，樣品之重量可視其水溶性鹼類之含量多少而增減之，水
溶性鹼類含量如在 0.5 % 以上，則用樣品 25 公克，如在 0.1 %
以下則用樣品量可多至 150 公克。

註 2：水溶性鹼類得量之多少與用水泥抽取之方法關係甚大。故本節所
述各項手續必須嚴格遵守。

註 3：在通常情況下多用第廿二條中之 B, D 方法因其法簡單，而能得
到所需數字。

B. 依第廿二條中 C 及 D 節之方法測定之。

C. 空白試驗：用同一方法及同量試藥作空白試驗以校正所得之結果。

D. 計算方法：用下法計算水溶性鹼中 Na_2O 之百分數至準確度 0.01。

$$Na_2O, \% = \frac{W \times 43.64}{S}$$

式內： $W = K_2SO_4 + Na_2SO_4$ 之公克數。

S = 所用樣品重量之公克數。

43.64 = Na_2O 對 Na_2SO_4 之分子比率 (0.4364) 乘以
100。

E. 如水溶性鹼類須以水溶性 Na_2O 及水溶性 K_2O 標示時，則可由第廿二
條 C 節之方法開始測定之，但必須改變 G 節中之計算方式，因已改變
樣品重量，如欲避免大量耗用氫鉍酸，可取定量之濾液再進行用水泥抽
取之各步驟。

五 氧 化 磷

廿四、試 藥：

A. 鉍酸鉍溶液：秤 100 公克鉍酸 (含 MoO_3 85%) 加 400 公撮水及 100

公撮 NH_4OH 混合溶液溶解之，冷至室溫。當不停攪拌時將溶液徐徐傾注於 600 公撮水及 400 公撮 HNO_3 之冷混合溶液中，斯時應無沉澱發生，須攪拌沉澱行溶解，加一滴 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ （每公升含 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 250 公克）於溶液中充分搖動，在使用前最少須靜置 24 小時，應用時可取部份溶液過濾使用之。

- B. 鎂劑：溶解 50 公克 $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 及 100 公克 NH_4Cl 於 500 公撮水中加 NH_4OH 使溶液略呈鹼性，靜置最少 12 小時，然後過濾，將濾液加 HCl 使呈酸性，稀釋至 1 公升。

廿五、手續：

- A. 秤取 1 至 3 公克樣品（註）及 10 公克 NH_4NO_3 置於 150 公撮之燒杯內，混合後加 10 公撮之 HNO_3 ，即行攪拌，並用圓頭玻棒，將水泥壓碎，直至水泥完全分解及膠狀之 SiO_2 分離，加蓋置於 100°C 之水浴或熱板上，加熱至 15 至 20 分鐘，在加熱期中，時加攪拌，後加熱水 20 公撮，並攪拌之，如水泥含有多量之錳，此可由有紅色或棕色之殘渣察知，則可加數公撮之 NaNO_2 （每公升含 NaNO_2 50 公克）將殘渣溶解之，將燒杯盛物煮沸至亞硝酸濃煙完全逐出，此可在不超過 5 分鐘內完成，蒸發時體積如有減少，可加水補充，過濾至三角瓶內，用吸引法過濾，濾紙則由鉛錐支持，沖洗殘渣，至濾液及洗液之體積約 150 公撮。

註：所用樣品及試藥之數量，完全依水泥中含 P_2O_5 之多寡而增減，若樣品含 P_2O_5 在 0.5 以上時，用最低量，如 P_2O_5 含量在 0.1 以下時，則可用最高量。

- B. 將濾液熱至 85°C 加 50 至 100 公撮之鉬酸銨溶液，將三角瓶塞緊用力搖動 5 分鐘，然後靜置約 30 分鐘，將沉澱過濾，用冷 KNO_3 （每公升含 KNO_3 10 公克）洗滌三角瓶 5 次，沖洗濾紙八次，將前用之三角杯置盛沉澱之漏斗下，由沉澱上面及濾紙上端周圍傾注 25 公撮之 $\text{NH}_4\text{OH}(1:4)$ 至沉澱完全溶解，用冷水沖洗濾紙三次，用 $\text{HCl}(1:1)$ 沖洗二次，最後用冷水沖洗三次，加 HCl 使濾液呈酸性，溶液如有鐵，則加 1 公撮檸檬酸（每公升含 350 公克）抑制之。
- C. 俟溶液冷卻至室溫時，移置於 400 公撮之燒杯內，此時溶液之體積約 150 公撮，加 25 公撮鎂劑，當不停攪動時，逐滴加入 50 ml NH_4OH 其速率約在 5 分鐘，加完將混合物靜置 4 小時以上，過濾，並以 $\text{NH}_4\text{OH}(1:20)$ 沖洗沉澱數次，然後加 25 公撮 $\text{HCl}(1:1)$ ，將沉澱溶解於原燒杯內，並用 $\text{HCl}(1:20)$ 洗滌濾紙，將洗液及水稀釋溶液至 50 至 100 公撮，加 1 至 2 公撮鎂劑，繼續攪拌，並逐滴加 NH_4OH 如前法，混合物靜置 2 小時以上，過濾用 $\text{NH}_4\text{OH}(1:20)$ 洗滌燒杯，並洗滌沉澱 10 次，置沉澱於已秤量坩堝內，在 1100 至 1200°C 灼燒至重量不變。
- D. 空白試驗：用同一方法及同量之試藥作空白測定以校正所得之結果。
- E. 計算：用下法計算 P_2O_5 之百分數，至準確度 0.01。

$$\text{P}_2\text{O}_5, \% = \frac{W \times 63.79}{S}$$

式內： $W = \text{Mg.P}_2\text{O}_7$ 重量之公克數。

$S =$ 使用樣品重量之公克數。

$63.79 = \text{P}_2\text{O}_5$ 對 $\text{Mg.P}_2\text{O}_7$ 之分子比率 (0.6379) 乘以 100。

氧 化 錳

廿六、試 藥：

亞砷酸鈉標準溶液(1公撮 = 0.0003公克 Mn_2O_3)：先溶 3.0公克 Na_2CO_3 及 0.90公克之 As_2O_3 於 100公撮之水中，熱之至溶液完成，如溶液混濁或含有殘渣，可過濾之，將濾液冷至室溫，並移於量度量瓶內稀釋至 1公升。

溶解 0.58公克 KMnO_4 於 1公升水中，(中國標準局所供應之標準樣品第 _____ 號) 用約 0.03公克草酸鈉，滴定之，置 30.0公撮 KMnO_4 液於三角瓶內，加 60公撮 HNO_3 (1:4) 及 10公撮 NaNO_2 (每公升含 NaNO_2 50公克)，煮沸至溶液中之 HNO_2 完全逐出，溶液冷卻後，加鉍酸鈉 (NaBiO_3) 依照下節測定水泥中錳素之方法，用 NaAsO_2 標準溶液測定之，計算每公撮 NaAsO_2 溶液相當於 Mn_2O_3 之公克數如下：

$$E = \frac{A \times 7.08}{B \times C}$$

$E =$ 每公撮 NaAsO_2 溶液相當於 Mn_2O_3 之公克數。

$A =$ $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 重量之公克數。

$B =$ 使用 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 所需 KMnO_4 之公撮數。

$C =$ 30.0公撮 KMnO_4 溶液所需 NaAsO_2 溶液之公撮數。

$7.08 = \text{Mn}_2\text{O}_3$ 對 $5\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 之分子比率 (0.236) 乘以 30 (KMnO_4 溶液之公撮數)。

廿七、手 續：

A. 取水泥樣品 1.0 至 3.0 公克 (註 1) 置於 250 公撮之燒杯中，加 5 至 10 公撮水及 60 至 75 公撮之 HNO_3 (1:4) 將混合物煮沸至溶液完成，加 10 公撮 NaNO_2 (每公升含 NaNO_2 50 公克) 煮沸，將 HNO_2 完全逐出 (註 2)，惟溶液之體積不能蒸至過小致膠狀 SiO_2 沉澱析出，如有少量之 SiO_2 析出無傷，惟如溶液仍有紅色或棕色之殘渣，則可用多量 NaNO_2 (每公升含 NaNO_2 50 公克)，使完全分解，然後再煮沸逐出 HNO_2 將溶液過濾至 250 公撮之三角瓶內，並用水洗滌濾紙。

註 1：分析時，所用水泥樣品重量完全依其所含之錳素多少而增減。大概錳素含量在 1% 左右時，用 1 公克樣品，錳素含量在 0.25% 或以下時，則用樣品 3 公克。

註 2：溶液加 NaNO_2 後，煮沸時必須將 HNO_2 完全逐出，如尚有小量 HNO_2 殘存液中，將與加入之 NaBiO_3 反應，而減低 NaBiO_3 之氧化能力，如水泥中含有錳素當先加入少量 NaBiO_3 時，溶液應呈紫色。

B. 濾液之體積須有 100 至 125 公撮，冷至室溫，將 0.5 公克之 NaBiO_3 徐徐加入濾液，並繼續搖動之，至全部加完後不時搖動約 5 分鐘，然後再加 50 公撮，預先將 HNO_2 逐出之冷 HNO_3 (1:33)，用吸引法經過填有已灼燒過之石棉絨之 Gooch 坩堝或裝有炭或玻璃層之濾器過濾，殘渣用冷 HNO_3 (1:33) 沖洗四次，濾液即行用 As_2O_3 標準溶液滴定之，生成不帶棕色或淺紫色之純黃色，雖再加 As_2O_3 其黃色不變時，即為滴定之終點。

C. 空白試驗：依同一方法及同量試藥作一空白試驗，以校正分析所得之結果。

D. 計 算：計算 Mn_2O_3 之百分數至準確度 0.01，如下

$$\text{Mn}_2\text{O}_3, \% = \frac{EV}{S} \times 100$$

E = 每公撮 NaAsO_2 溶液相當於 Mn_2O_3 之公克數。

V = NaAsO_2 用量之公撮數。

S = 樣品重量之公克數。

不 溶 物

說明：本法或任何其他方法，用於測定各種水泥中酸性不溶物之含量，均靠實驗之經驗，因不溶物之多少對於溶化時所用試藥之多少，溫度之高低，及時間之長短，均有關係，如不溶物數量頗大，則兩次所作測定之結果必略有差異，故分析時必須對本方法嚴格遵守，庶可使差異減至最少，如本法用於測定滲合水泥，則當卜特蘭水泥熟料在酸液中完全分解，則分解已認為已完成，用 NH_4Cl 溶液洗滌則可阻止微細之不溶物通過濾紙。

廿八、手續：

A. 秤取 1 公克樣品，加冷水 10 公撮，當混合物劇烈攪拌時，加 5 公撮 HCl ，如有需要微熱之，並用圓頭玻璃棒壓碎至水泥完全分解（註）為止，將溶液稀釋至 50 公撮，並適在稍低於煮沸之溫度熱 15 分鐘，將殘渣過濾，用熱水洗滌六次，將濾紙及殘渣加於 100 公撮之 NaOH （每公升含 10 公克）中，在適沸之溫度維持 15 分鐘，用甲基紅為指示劑，加 HCl 使溶液呈酸性，並多加相當 4 至 5 滴之 HCl ，過濾，並用熱 NH_4Cl （每公升含 NH_4Cl 20 公克）洗滌殘渣 12 至 15 次，置殘渣於已知重量之坩堝內，在 900° 至 1000°C 灼燒之，然後將坩堝置乾燥器中，冷卻後秤之。

註：如卜特蘭水泥樣品含有多量氧化錳，將為棕色之錳素化合物，於冷 HCl 中溶解甚慢，惟於適當濃度之熱 HCl 中，則溶解迅速，在任何情況下，於水泥完全分解後應立即稀釋。

B. 空白試驗：用同一方法及同量之試藥作空白測定，以校正所得之結果。

C. 計 算：將所得殘渣之重量乘以 100，以計算不溶物之百分數至準確度 0.01。

氟仿可溶性之有機物

廿九、試 藥：

氯仿：第卅條 E 節之空白測定手續中，如氯仿用量超過 0.0015 公克，則氯仿在使用前必須先行蒸餾，在本條所述手續中收回之氯仿可能略呈酸性，惟仍可使用一部份與樣品之酸性水溶液，在 1 公升之漏斗內一起搖動，洗滌濾紙及抽取所用之氯仿，必須新製者，或從新蒸餾者。

說明：本法為測定卜特蘭水泥中之凡士林杉脂 (Vinsol resin) 及動物脂肪所特別設計者，其中如有礦物性油，普通松香，硬脂酸鈣，及脂肪酸之化合物，或其他有機物存在時，均包括於測定之結果中，有經驗之分析者，全部儀器之裝置及測定，可於 3 小時內完成。在全部手續進行中，必須十分小心，本方法除卜特蘭水泥外，其他種水泥亦可應用，如水泥含大量之酸性不溶物，乳狀物分出緩慢，必須減輕劇烈搖動，及用多量氯仿及多次洗滌者。

三十、手 續：

A. 置約 40 公克水泥於 1 公升之 Squibb 分液漏斗 (註 1) 中，將 520 公撮水分為二等份，先加入一份立即劇烈搖動，使充分擴散，然後再加另一份，再劇烈搖動，急速一次加入溶有 10 公克 SnCl_2 之 HCl 溶液 185 公撮 (註 2)，立刻將漏斗塞緊倒持，並旋轉搖動數秒鐘，令水泥全部疏鬆擴散，小心避免過份振盪，致發生內部壓力，鬆弛內部壓力，可隨時開關栓塞，重複振盪及鬆弛壓力，至水泥完全分解為止，如有結塊可用長玻棒打碎之，用水噴曬，冷至室溫後，加 75 公撮氯仿，將漏斗關閉，劇烈振盪約 5 分鐘，靜置 15 分鐘，使水及氯仿分離。

註 1：避免用油脂潤滑漏斗之栓塞及玻璃塞，操作前可將塞栓等以水潤溼之，如此可容易操作也。

註 2：加 SnCl_2 之目的，為防止化合硫被氧化為元素硫。而元素硫可溶於氯仿，但樣品中，若有 Vinsol resin 存在時，則其所含之 Methoxyl 將被 SnCl_2 還原。

B. 將下層之氯仿及所含之全部浮膜 (註 3) 及微量之水溶液放入 125 公撮之 Squibb 分液漏斗中，因含有過量之水，將使浮膜之抽取不能完全，並生成乳狀液，致不易分離，劇烈搖動漏斗，務使浮膜完全分出，將氯仿分開，放入盛有 50 公撮水及數滴 HCl 之 Squibb 分離漏斗 (250 公撮) 中，使浮膜遺留於 125 公撮之原漏斗中，將 250 公撮漏斗劇烈搖動，並將氯仿層放入另一盛有 50 公撮水及數滴 HCl 之 Squibb 漏斗中，劇烈搖動如前，當氯仿層分開時，放入三角瓶 (註 4)，並小心勿將水帶入三角瓶中。

註 3：在液面相接處通常有暗色之浮膜，當漏斗劇烈搖動後，此浮膜含有氯仿可溶性有機物質，其中水之比例較氯仿為大，將浮膜抽至漏斗最狹處時，並將漏斗慢慢旋轉，則浮膜可因集中一處而濃縮。

註 4：最後將收集之液體，蒸餾，惟不能用軟木塞或橡膠塞，用 250 或 300 公撮之分析燒瓶，連接磨口凝結管，即可適用。玻管在瓶頸處彎曲，其剩餘部份與水冷却器相接，如此收回之氯仿可照廿九條之手續重行使用。

C. 在原用之 1 公升分離漏斗中，加 25 公撮氯仿照前面所述之手續操作之

，保持原洗液於 250 公撮漏斗中，再加入 25 公撮之氯仿重行操作。

- D. 將抽出之氯仿液集中於錐形瓶，蒸餾至體積縮少至 10 至 15 公撮，將剩餘之溶液照已用氯仿洗滌過之小濾紙過濾至 100 公撮已秤之燒杯或鉑蒸發皿中，用少許氯仿沖洗錐形瓶及濾紙數次，將提出物在低溫蒸乾後，（溫度不能超過 63°C ）（註 6），再置入 57° 至 63°C 之烘箱乾燥 3 分鐘，通以乾燥空氣 15 秒鐘，冷卻後秤之，重複灼燒至兩次連續重量之差，不超過 0.001 公克，而最後二次重量之較高者即為實重。

註 5：使用鉑蒸發皿最為適宜，因其易降至與天秤相同之溫度，如用玻璃燒杯，則須於秤取重量前在天秤罩內置 20 分鐘。

註 6：提出物乾燥時，必須小心，因如加熱時間過長，則氯仿可溶性有機物雖在適當溫度之下亦將揮發損失。為防止塵灰之聚集，在室溫蒸發最佳。

如須急速蒸乾，則可將溶液置微溫之熱板上，用乾燥空氣流通過玻璃管（玻璃管之內徑約 1 公分）吹之，至溶液深度約 0.3 公分，移去熱板，繼續用乾氣吹之至殘渣蒸乾，繼續用乾氣急速吹約 5 分鐘，然後放置於 57 至 63°C 烘箱中在秤取重量前，每灼熱 3 分鐘，須吹乾氣 15 秒，所用乾氣，可將空氣先通過廉價之乾燥劑，如氯化鈣或硫酸，然後再通過效率較高之乾燥劑，如過氯酸鎂，或無水硫酸鈣，惟須小心，勿使乾燥劑之細末為空氣帶入。

空氣壓縮機常致氣流染有油，塵土，及水汽，故可置氯仿溶液於鐘形玻璃罩下，用抽氣法或真空泵，引導氣流經過乾燥器，以代替之。

如已知樣品中僅含松脂(Vinsol resin)，則燒灼殘渣之溫度可高至 100 至 105°C 替代 57 至 63°C ，如此可將氯仿，完全逐出。

- E. 空白測定：作空白測定時可將 40 公克水泥樣品在 950° 至 1000°C 灼燒約 1 小時（註 7），然後重行研碎，將燒過之樣品依照上法及相同試藥處理後，校正所得之結果。

註 7：小心將樣品所含之有機物完全燒去。100 公撮之平底鉑蒸發皿，可易致樣品飛散，故以使用 Muffle 烘乾器為宜。如無上項烘乾器時，則可用較高溫之 Meker 式噴燈，用該燈時可充分將樣品每 5 分鐘攪拌一次。

- F. 計 算：將殘渣重量之公克數（註 8）乘以 2.5（即 100 除以樣品重 40 公克之商），計算氯仿可溶性有機物之百分數至準確度 0.001。

註 8：如水泥樣品所含之有機物為動物脂，則殘渣應為脂肪酸，係脂肪在熱酸溶液中經水解後所生成，故應將殘渣重量之公克數乘以 1.05 還原為動物脂中甘油脂類之重量。

如水泥樣品所含為硬脂酸鈣，則殘渣應為硬脂酸，乘以 1.07 變成硬脂酸鈣之重量。

卜特蘭水泥及熟料中之游離氧化鈣

- A. 酚 指示劑：溶 1 公克酚於 100 公撮之純乙醇中，並用 NaOH 之純乙醇溶液中中和之。
- B. 甘油之純乙醇溶劑：製備一溶液，使其中含有 1 體積甘油（註 1）及五體積純乙醇，每公升上項溶液中加入 2 公撮指示劑，此溶劑對指示劑應呈微鹼性（註 2），如此時溶劑為無色，則可加稀 NaOH 之純乙醇溶液，直至呈淺粉紅色為止。如溶劑開始即呈粉紅色，則可加醋酸銨標準溶液（C 節），將顏色褪去後，再加 NaOH 溶液，使再微現紅色，取溶劑 60 公撮煮沸，如粉紅色不變，加 1 小滴之醋酸銨標準溶液（0.02 公撮 = 0.0001 公克 CaO）於熱溶液中，如加熱時粉紅色不褪去，則表示溶劑中含鹼量過多，須將鹼量減少，溶劑如放置時間過久，將微呈酸性，故如有需要，應時常核對並調整之（註 3）。

註 1：甘油（Glycerol）應適合 CNS —— 分析試藥對甘油規定之條件。在製造商所標明不純物之表上，通常不包括水，但經常均含有水，唯水之含量不能超過 5%，試驗水含量應在 25°C 時，用比重瓶測定而 $^{25}/_{25}^{\circ}\text{C}$ 時其比重不得少於 1.249。

註 2：溶劑至沸點時，適為中性最為理想，中性溶劑因其終點不甚顯明，故不易製備，有加醋酸銨過多之危險，在測定游離 CaO 時，因溶劑微呈鹼性所引起之誤差，如不超過 0.10% 時，可不重視，製備溶劑時，將溶劑盛於高筒燒杯內，而將燒杯置於白紙上，則較易觀測終點，並可以小高筒燒杯盛呈酸性溶劑，同時在溶劑上端觀測以比較其顏色。

註 3：甘油及乙醇均有高度吸水性，故每一操作均設法避免暴露於空氣中，瓶之引出管應近瓶底或裝置虹吸管較為便利，或在其頂端裝一盛有蘇打石灰之管保護之，凝結器亦可在上端裝置同樣之玻管。

- C. 醋酸銨標準溶液（1 公撮 = 0.005 公克 CaO）：製備標準醋酸銨之純乙醇溶液如下：溶 16 公克結晶醋酸銨（註 4）於 1 公升乙醇中，用純 CaO（此由新煅燒之純碳酸鈣或草酸鈣於鉑坩堝內，在溫度 900 至 1000°C 中灼至重量不變製得者）滴定校準之，當煅燒之 CaO 在乾燥中冷卻後，須迅完成下面之操作：將 CaO 在瑪瑙鉢中研碎，秤取 0.05 至 0.06 公克置於乾燥之 200 至 250 公撮之三角瓶內，加 60 公撮甘油—乙醇溶劑（註 5），裝一逆流凝結器（註 6）劇烈搖動，令 CaO 擴散，將混合物煮沸，惟不可沸騰過烈，致溶液跳躍及過分蒸發，然後移去凝結器，在近沸點時，即用標準醋酸銨溶液滴定之，再將凝結器裝上並煮沸如前，在相同時間內重複滴定（註 7），在滴定中間，可時常搖動燒瓶，以縮短煮沸時間，溶液繼續煮沸約 1 小時，顏色不再現出時，則滴定已完成（註 8），CaO 之用量除以所需溶液體積，計算每公撮醋酸銨溶液相當於 CaO 之公克數。

註 4：市場所售之醋酸銨均有溼氣，故在使用前必先乾燥之，最好置在乾燥劑中，乾燥兩週以上。

註 5：純 CaO 有時在燒瓶底結成塊狀，特別當甘油為無水時，如在 CaO 及溶劑，加入以前預先在瓶底置數公克乾淨之石英砂可避免結塊

現象。

註 6：新瓶塞附着白粉應在使用前洗滌乾淨，其直徑 6 公釐，長 50 至 100 公分之玻管可用為空氣冷凝器。過短之冷凝器不可使用，因酒精必因蒸發而損去，如此情形，則須時時注入中性乙醇而保持甘油與乙醇之比例不變。

設其比例增至 1:3 時，水泥將發生部份分解，所用儀器最好用磨口玻璃 (Ground-in glass) 如利用標準玻璃連接管則更佳。

長度不短於 1 公尺之水冷凝器最為適用，當滴定时，凝結器下滴將失去微量酒精，故必須加入中性乙醇以資補償。

註 7：適當時間約為 20 分鐘，但主要須視 CaO 溶解迅速與否而決定之，開始時，5 至 10 分鐘已足，最終可能增至 30 分鐘或 1 小時，如溶液含有大量已溶之 CaO，煮沸時間繼續延長，而未行滴定时則將生成結晶 (可能為甘肅鈣) 而結晶物溶解遲緩，並須長時間，始能完成滴定时手續。

註 8：熱溶液與冷溶液之終點不盡相同，尤以溶液中存有大量之醋酸鈣時更為明顯，故滴定时手續多在溶液熱至沸點時舉行，如滴定时終點準確測定，則溶液冷時顏色應為紅色，如此可助吾人知悉，終點未曾超過。

卅二、手 續：

A. 秤取 1 公克已充分研磨之水泥或熟料 (註 1) 置燒瓶中加 60 公撮溶劑，依照卅一條 C 節，校準醋酸銨溶液之手續進行。當連續煮沸 2 小時 (註 2) 而樣品中之游離 CaO 含量之增加不超 0.05 % 時，即已達滴定时之終點。

註 1：本方法特為新製之熟料所設計，故對游離 CaO 及游離 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 並無分別，即有游離 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ，亦包含於所測定及計算之游離 CaO 含量內，本法如用以處理水泥或放置甚久之熟料，則游離 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 可能存在，此必須牢記心中。

樣品必須充分研成粉末至全部通過試驗篩 0.08 CNS 386，如不能全部通過則可秤取 1.2 公克樣品，先用小型試驗篩 0.08 CNS 386 篩後將殘渣充分研磨，至粉末全部通過試驗篩 0.08 CNS 386，將篩得粉末及研磨後篩得之粉末充分混合，取約超過 1 公克之粉末于瑪瑙钵中迅速研磨 2 至 3 分鐘後，秤 1 公克粉末為測定游離 CaO，儘量避免將樣品暴露於空氣中，如樣品可全部通過篩孔，篩後取微超過 1 公克重，如前法研磨後秤取 1 公克為測定之用。

註 2：每次加醋酸銨均不可過量，因過量之醋酸銨將與鋁酸鈣和矽酸鈣起反應。為防止此弊可用小型滴定时管或量液吸管裝一玻璃活栓或有夾子之橡皮管，管上裝尖端細管，如此溶液流出 50 滴約為一公撮，如相間滴定时時間過長，則試藥將在尖端蒸發，故每次滴定时必須先滴去數滴，最後計算滴數並換算成公撮數，每一次滴定时後紅顏色保留於液中，以便與下一次相比較。

水泥樣品較純石灰劇烈煮沸更需要，故在煮沸時間毋須劇烈搖動燒瓶，又在燒瓶未與冷凝器連接時，亦不可劇烈搖動，因在過熱情況下，溶劑將沸騰逐出酒精，而將空氣中之水氣及 CO_2 吸入，最好之手續，在開始時，先將溶劑及樣品用本生燈急速熱至沸騰，然後移至熱板上，並接上凝結器，如液體有碰撞之趨向時，可置玻璃小球或純淨石英砂於瓶內，或在燒瓶及熱板間墊一層石棉絨席，滴定終了而對終點表懷疑時，可再加一滴指示劑於靜止之溶液而仔細觀察指示劑與液面接觸之瞬間是否呈鮮明之顏色，如無顏色發生則終點業已到達。如煮沸時，樣品下沉而成澄清溶液時，在加醋酸銨以後可將燒瓶旋轉搖動，避免樣品擴散，亦為克服不易準確觀察顏色變更之一法，用反射器反射強烈太陽燈光，亦可用為準確觀察終點之辦法，或以另一燒杯盛以同樣含有過量醋酸銨溶液比較其顏色。

如有必要在測定未完成前，將燒杯移去，可加入足令紅色褪去之醋酸銨，然後塞緊燒瓶，如重新滴定时，須先將混合物煮沸後再滴定之。

B. 計算：用下法計算游離 CaO 之百分數至準確度 0.1。

$$\text{游離 } \text{CaO}, \% = EV \times 100$$

E = 每公撮醋酸銨溶液相當於 CaO 之公克數。

V = 醋酸銨溶液用量之公撮數。

簡 易 法

註：由卅三條至五十二條所述之簡易法手續簡短為經常測定某種成分時比較快速之方法，惟對結果如有懷疑時，仍以第八條至第卅二條之手續所得之結果為準。

二氧化矽(簡易法)

卅三、手 續：

A. 以水泥樣品 0.5 公克及 NH_4Cl 0.5 公克置於 50 公撮燒杯內混合後，蓋以表玻璃，小心加 5 公撮 HCl 由燒杯邊緣流下，至化學反應停止，將蓋揭開加一、二滴 HNO_3 ，用玻棒攪拌混合物，重行加蓋，置燒杯於水浴上熱約 30 分鐘（註1），在溶化期間應時時攪拌，並將結塊壓碎，此可使水泥分解順利完成，沉澱勿加水稀釋，全部移置於濾紙上，俟濾液瀝盡，用套有橡皮之玻棒，將燒杯內殘存沉澱移集於濾紙上，用熱 HCl (1:99) 沖洗燒杯及濾紙二、三次，然後用小量熱水沖洗 10 至 12 次，每次洗液必須瀝盡後再行沖洗，將濾液及洗液集中後，保留為測定氫氧化銨組（註2）之用。

註 1：如熱板之熱能均勻，一如水浴則可用熱板代替水浴。

註 2：測定氫氧化銨組，可用第九條之手續，測定後保留濾液為測 CaO （依第十三條或卅五條）之用。

B. 將含殘渣之濾紙移至已知重量之鉑坩堝內，先用微熱烘乾濾紙，並將濾

紙完全燒去後，加高溫度 1050 至 1100°C 灼燒 1 小時，所得殘渣之重即為 SiO_2 之重量（註3）。

註 3：所得之 SiO_2 百分數如與規格不合時，可依第八條 C 節所述之手續，將殘渣所含之雜質用 HF 及 H_2SO_4 處理後，核定準確 SiO_2 之重量，水泥不能因 SiO_2 含量過低，而擯棄，除非經過第八條 D 節手續測定 SiO_2 含量後。

- C. 空白測定：用同一方法及同量試藥作一空白測定以校正分析所得之結果。
- D. 計算：用 SiO_2 重量乘以 200，或除以樣品重量 0.5 公克後乘以 100 計算 SiO_2 百分數準確至 0.1。

氧化鈣（簡易法）

註：參閱前第卅三條之註。

卅四、試 藥：

高錳酸鉀標準溶液(0.18N)：製備每公升含 KMnO_4 5.64 公克為基數之 KMnO_4 溶液， KMnO_4 溶液不能用含有任何有機物之過濾器過濾，惟可簡單的，即將澄清部份溶液用虹吸管吸出，而不攪動瓶底之沉渣，其濃度可用標準草酸鈉 0.7500 公克之溶液校準之，如滴管之讀數為 62.77 公撮，則每公撮溶液含有 0.0056357 公克之 KMnO_4 ，即相等於 0.005 公克之 CaO ，惟因 KMnO_4 含有什質及變質，在校準時，其讀數不正在 62.77 上。依下法計算每公撮溶液相等於 CaO 之公克數。

$$E = \frac{0.31385}{V}$$

E = 每公撮 KMnO_4 溶液相當於 CaO 之公克數。

V = 0.75 公克 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 所需 KMnO_4 溶液之公撮數。

0.31385 = 62.77 乘以 0.005。

註：溶液預定製成每公撮相當於 0.005 公克之 CaO ，或每公撮表示在 0.5 公克之樣品中含 1% 之 CaO ，0.0056357 及 62.77 數字由下法計算得來：

0.005 公克 CaO 乘以 2KMnO_4 ，對 5CaO 分子之比率得 0.0056357 公克之 KMnO_4 。0.75 公克之 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 乘以 2KMnO_4 ，對 $5\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 分子之比率得 0.35375 公克之 KMnO_4 。

0.35375 公克 KMnO_4 除以每公撮 0.0056357 公克數得 62.77 公撮。

卅五、手 續：

- A. (參閱本條之註 1 及第卅三條註 2) 將第九條測定氫氧化銨組所保留之集合濾液中加數滴 NH_4OH 使呈鹼性，如容積過多可蒸發至約 200 公撮，加 5 公撮 HCl ，數滴甲基紅指示劑，及 30 公撮熱草酸銨溶液（每公升含草酸銨 50 公克），將溶液加熱至 70 至 80°C，逐滴加入 NH_4OH (1:1)，而不停攪拌，直至溶液顏色由紅變黃為止，不再加

熱，任令溶液靜置約 1 小時（不可過久），在前 30 分鐘應時加攪拌，過濾用熱水沖洗沉澱 8 至 10 次，惟洗滌燒杯及沉澱所用之水量，不宜超過 75 公撮，將濾液保留為測定 MgO 之用（第十五，卅六，四十條）。小心揭開濾紙，將沉澱沖洗至原先沉澱時之燒杯中，稀釋至 200 公撮，加 10 公撮 H_2SO_4 (1:1)，加熱至將沸時，用 $KMnO_4$ 標準溶液（註 2）滴定之，至紅色不變，將濾紙加入溶液中，並粉碎之，繼續慢慢滴定直至紅色能保持 10 秒鐘為止。

註 1：如溶液中含有多量錳在卅六條測定時致 MgO 之百分數超過限度，則在進行第卅五條前，應先將濾液中之錳除去，除去錳之法雖可依照第十三條 A 節進行，惟未照第十五條方法測定 MgO 前則不能因 MgO 超過限度而將水泥擯棄。

註 2：測定 CaO 時， $KMnO_4$ 標準溶液之溫度，不應與滴定时之溫度相差過鉅，致引起嚴重之誤差，在室溫時純水之體積隨溫度之高低而增減，大約溫度每變更 $1^\circ C$ 體積改變 0.01% 至 0.04%。

B. 空白測定：用同一方法及同量試藥作一空白測定以校正分析所得之結果。

註：如草酸鈣之數量過少，則 $KMnO_4$ 氧化開始非常遲緩，故在滴定前可加少量之 $MnSO_4$ 溶液為觸媒，促進反應加速。

C. 計算：計算 CaO 百分數至準確度 0.1 如下：

$$CaO, \% = EV \times 200$$

E = 每公撮 $KMnO_4$ 溶液相當於 CaO 之公克數。

V = 所需 $KMnO_4$ 溶液之公撮數。

200 = 100 除以樣品 0.5 公克重之商。

氧化鎂

註：如用第卅五條測定 CaO 時保留之濾液測定 MgO，則可用簡易法 A，如無須測定 SiO_2 ， Al_2O_3 ， Fe_2O_3 及 CaO 等可用簡易法 B。

簡易法 A：重量簡捷測定法

註：可參閱前第卅三條註。

卅六、手續：

A. 將測定 CaO（第卅五條）時所保留之濾液，加 HCl 使呈酸性，煮沸蒸發至約 250 公撮，冷至室溫加 10 公撮之 $(NH_4)_2HPO_4$ （每公升含 100 公克），及 30 公撮之 NH_4OH ，當加入 NH_4OH 溶液時須劇烈攪拌，加完後繼續攪拌 10 至 15 分鐘，然後任令溶液在冷空氣中，靜置最少 8 小時過濾，殘渣用 NH_4OH (1:20) 洗滌 5 至 6 次，然後連同濾紙置於已秤之鉑或瓷坩堝中燒灼之，初以低溫徐徐將濾紙焦化燒去，然後在 1050° 至 $1100^\circ C$ 溫度中燒灼 30 至 45 分鐘，殘渣之重量即為 $Mg_2P_2O_7$ 之重量。

B. 空白測定：用同一方法及同量試藥作一空白測定，以校正分析所得之結果。

C. 計算：計算 MgO 百分數準確至 0.1 如下：

$$\text{MgO, \%} = W \times 72.4$$

$W = \text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 重量之公克數。

72.4 = 2MgO 對 $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 之分子比率 (0.362)，除以樣品重量 (0.5 公克) 乘以 100。

簡易法 B：簡捷鹼滴定法

註：參閱前第卅三條註。

卅七、試藥：

- A. 三硝基苯指示劑：溶 1.0 公克 1-3-5- 三硝基苯於 100 公撮乙醇 (95 至 100%) 中。
- B. 酚酞指示劑：溶 0.4 公克 酚酞於 100 公撮乙醇 (50%) 中。
- C. 標準氫氧化鈉溶液 (0.33N)：溶 13.0 公克 NaOH 於水中加新濾之 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 飽和溶液 10 公撮，再用新煮沸冷却之水，稀釋至 1 公升，在數小時內，時常將溶液搖動之，然後過濾於備有玻璃管之瓶內，裝以自動滴管，在瓶及滴管上端，置盛有蘇打石灰之玻璃管，以防溶液與空氣中之 CO_2 相接觸。用標準之苯二甲酸鉀或安息香酸滴定之，測定溶液之濃度由 1 公撮 NaOH (1N) 相當於 0.02016 公克 MgO，以計算 MgO 之公克當量數。
- D. 酸標準溶液 (0.33N)：將 32 公撮 HCl 或 26 公撮 HNO_3 用水稀釋至 1 公升，以酚酞為指示劑，用 NaOH 標準溶液滴定之，並將酸溶液稀釋至其濃度與鹼溶液之濃度相等。
- E. 碘化鉀—澱粉紙：混合等體積之 KI (每公升含 50 公克) 溶液及可溶性澱粉溶液 (每公升含 10 公克)，並將長條濾紙浸入混合液內。

卅八、手續：

- A. 置 5 公克水泥樣品於 600 公撮之燒杯內，加 50 公撮水及 50 公撮 HCl (1:1) 煮沸至水泥完全溶解，此時可能有少許 SiO_2 析出 (註 1)，加 5 公撮飽和溴水繼續煮沸，至剩餘溴素完全逐出。此可用浸有碘化鉀澱粉溶液之試紙，置於氣流上，應無藍色變化顯示。然後用熱水稀釋至約 250 公撮，在沸液內用移液管加 NaOH (每公升含 200 公克) 以中和多餘之酸及沉澱開始析出，繼續煮沸溶液，用移液管謹慎加入 HCl (1:1)，將沉澱溶解，惟不能過多，此時預想溶液之顏色必呈 FeCl_3 之黃色，用熱水沖洗燒杯邊緣，再繼續煮沸約 1 至 2 分鐘，然後將燈移去。

註 1：如樣品為特別含鐵及錳較多時，則煮沸時間應較長，加微過量 HCl 使溶液完成。

- B. 小心加 4.0 公克 CaCO_3 (準確至 0.1 公克) 於溶液內，此量不但可存酸完全中和，且尚餘有微量存在。將溶液用熱水稀釋至約 400 公撮劇烈煮沸約 10 分鐘，然後將燒杯由燈或熱板移下，用滴管小心加 KMnO_4 (每公升含 5 公克) 至熱溶液內，並劇烈攪拌，至停止攪拌少頃而液體呈粉紅色為止。避免使用較多之 KMnO_4 ，以致顏色變深，繼續煮沸約 2 分鐘，加 2 公撮乙醇，並繼續煮沸至紅色消失 (註 2) 為止。

註 2：加 KMnO_4 之目的為將樣品中之錳素移去，如不移去，將與鎂素

同時沉澱，而報告為 MgO 重量，因 KMnO_4 在熱溶液中能將錳素氧化成不溶解之 MnO_2 ，而自身則還元為 MnO_2 ，乙醇則將沉澱過量之 KMnO_4 使成 MnO_2 ，如樣品含錳過少或不含錳則本節手續可略去。

- C. 將燒杯中含物移置於 500 公撮之量瓶內，冷至室溫，稀釋至量瓶之刻度，搖動使混合均勻，用乾濾紙過濾，將最先流出之 10 至 20 公撮濾液拋棄後，用移液管移 200 公撮濾液至 500 公撮之三角瓶中，熱至沸騰，並加 3.0 公撮之三硝基苯為指示劑，每次加 1 公撮之 NaOH 標準溶液後，繼續煮沸之，如此重複至鎂完全沉澱，而溶液之粉紅顏色在煮沸時不變為止，記取 NaOH 之總用量（註 3）。

註3：令鎂完全沉澱必須加入足夠之 NaOH 溶液，惟不能過多，用過多之 NaOH 將致溶液中之鈣沉澱，如有懷疑時，在適當手續之指導下，可用 1 至 2 公撮溶液以酸反滴定之。對三硝基苯指示劑顏色變化略有經驗之工作者，即能在上列之限度內舉行反滴定。

- D. 將溶液移置於 250 公撮之量瓶內，冷至室溫，稀釋至量瓶之刻度，搖動使混合均勻，用乾濾紙過濾於有刻度量筒內，將最初之 10 至 20 公撮濾液棄去，至濾液達 125 公撮時，移此 125 公撮溶液至燒杯內，加數滴之酚酞指示劑，用酸標準溶液滴定至紅色褪去。

- E. 空白測定：用同一手續及同量試藥作空白測定，以校正分析所得之結果。

- F. 計算：如酸與鹼之強度相等，則鹼液之公撮數減去 2 倍酸之公撮數，等於 2 公克樣品中 MgO 之公克數，計算 MgO 分數準確至 0.1 如下：

$$\text{MgO, \%} = E (V_1 - 2V_2) \times 50$$

E = 每公撮鹼標準溶液相當於 MgO 之公克數。

V_1 = NaOH 標準溶液用量之公撮數。

V_2 = 酸標準溶液用量之公撮數。

50 = 100 除以滴定時所含樣品 (2 公克) 之重量。

簡易法 C：簡捷脛基嚙啉酸鎂滴定測定法

註：參閱前第卅三條註。

廿九、試藥：

- A. 8-脛基嚙啉溶液：溶 25 公克 8-脛基嚙啉於 60 公撮醋酸內，溶液完成後，用冷水稀釋至 2 公升，如此 1 公撮溶液相當於 0.0016 公克 MgO。
- B. 硫代硫酸鈉標準溶液 (0.1N)：溶 25 公克 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 於 200 公撮水中，並稀釋至 1 公升，溶液濃度可直接用 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 滴定之。1 公撮準確 0.1 N 之 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 相當於 0.000504 公克之 MgO。
- C. 溴酸鉀—溴化鉀標準溶液 (0.2N)：溶 20 公克溴化鉀 (KBr) 及 5.57 公克溴酸鉀 (KBrO_3) 於 200 公撮水中，並稀釋至 1 公升，用下法求取溶液強度與硫代硫酸鈉標準溶液強度之比率：在 400 公撮燒杯中，

盛水 200 公撮，加準確 25 公撮之 $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ 標準溶液，並加 20 公撮 HCl 攪拌後再加 10 公撮 KI (每公升含 250 公克)，充分混和後，用硫代硫酸鈉滴定至將近無色，加 2 公撮澱粉溶液再用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴定至藍色完全退去為止。用滴定時所耗之 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液體積，除以所用之 $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ 溶液之體積，計算 $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ 標準溶液強度對 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 標準溶液強度之比率。

- D. 澱粉溶液：在 500 公撮沸水中加入 25 公撮混懸有 5 公克可溶性澱粉之冷溶液，冷卻後加入 50 公撮溶有 5 公克 NaOH 之冷溶液，及 15 公克 KI ，充分混和之。

四十、手續：

- A. 置 0.5 公克水泥樣品 (註 1) 於 400 公撮之燒杯內加 10 公撮水及 10 公撮 HCl 微熱之，如有顆粒，用圓頭玻棒壓碎之，至完全分解，加熱水稀釋至總容積為 100 公撮。

註 1：如 SiO_2 氫氧化銨組及 CaO 已由第八條，卅三條，九條，十三條或卅五條分別測定後，所保留之濾液可照第四十條 C 節測定 MgO ，惟如測定之 MgO 不合格時，不能將水泥擯棄，除非已照第十五條測定 MgO 之含量。

- B. 在溶液中加 3 滴甲基紅為指示劑 (每公升乙醇含 2 公克)，然後加 NH_4OH ，此時溶液之顏色應為鮮明之黃色，煮沸 1 至 2 分鐘，然後將溶液由燈上汽浴或熱板上移去，靜置至沉澱沉下，過濾，並用熱 NH_4Cl (每公升 20 公克) 溶液沖洗沉澱 2 次，將濾紙連同沉澱移置於燒杯內，加 10 公撮 HCl (1:1) 溶解之，稀釋至約 100 公撮熱至沸騰，重行沉澱，過濾，用氫化銨洗滌氫氧化物如前法。將前後兩次之濾液及洗液集合後，使容積約為 200 公撮，加 5 公撮 HCl 使溶液呈酸性，加數滴甲基紅為指示劑，及 30 公撮熱草酸銨溶液 (每公升 50 公克) 用 70° 至 80°C 溫度熱之，再攪拌溶液，並於攪拌時，逐滴加入 NH_4OH (1:1) 溶液，至顏色由紅變黃，然後任令溶液靜置 1 小時，不再加熱 (不能過久)，並在前 30 分鐘時加攪拌之。

- C. 將溶液加熱至 70°C ，加 10 至 25 公撮之 8-羥基喹啉試藥 (註 2)，再對每 100 公撮溶液加 4 公撮 NH_4OH 溶液，用機械攪拌裝置攪拌溶液約 15 分鐘，然後任令靜置至沉澱沉下 (註 3)，過濾，用熱 NH_4OH (1:40) 溶液洗滌沉澱，將沉澱溶於 50 至 75 公撮之熱 HCl (1:9) 稀釋至 200 公撮，再加 15 公撮 HCl ，將溶液冷至 25°C 後，用移液管加 10 至 35 公撮之 $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ 標準溶液 (註 4)，任令靜置 30 秒鐘，至溴化完成，再加 10 公撮 KI (每公升含 250 公克) 充分攪拌，然後用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴定至碘之顏色變為暗黃色，此時加 2 公撮澱粉溶液，再滴定至藍色褪去。

註 2：如須用過量之 8-羥基喹啉試藥，而却用量過少，則所測定之 MgO 含量必較實際為低，反之，如用量超過太多，則測定之含量必過高，如欲得準確之 MgO 含量可照下列之指導：

MgO 含量之近似百分數 試藥用量之近似值 (公撮)

| | |
|-----------|----|
| 0 至 1.5 | 10 |
| 1.5 至 3.0 | 15 |
| 3.0 至 4.5 | 20 |
| 4.5 至 6.0 | 25 |

註 3：沉澱應在 1 小時內過濾，如靜置時間過久，將致結果過高。

註 4：KBrO₃-KBr 標準溶液用量如下：

| MgO 含量之近似百分數 | KBrO ₃ -KBr 標準溶液用量(公撮) |
|--------------|-----------------------------------|
| 0 至 1 | 10 |
| 1 至 2 | 15 |
| 2 至 3 | 20 |
| 3 至 4 | 25 |
| 4 至 5 | 30 |
| 5 至 6 | 35 |

D. 空白測定：用同一方法及同量試藥作空白測定，以校正分析所得之結果。

E. 計 算：計算 MgO 百分數至準確度 0.1 如下(註5)：

$$\text{MgO, \%} = E (V_1 R - V_2) \times 200$$

E = 1 公撮 Na₂S₂O₃ 溶液相當於 MgO 之公克數。

V₁ = KBrO₃-KBr 溶液用量之公撮數。

R = KBrO₃-KBr 溶液強度對 Na₂S₂O₃ 溶液強度之比率。

V₂ = Na₂S₂O₃ 溶液用量之公撮數。

200 = 100 除以樣品用量 (0.5 公克)。

註 5：V₁ R 表示 Na₂S₂O₃ 所用體積相當於 KBrO₃-KBr 所用之體積數，V₂ 表示未被羥基噻啉酸鎂還原之多餘 KBrO₃-KBr 所需之 Na₂S₂O₃ 數量。

三 氧 化 硫

簡 易 法：混濁計 (Turbidimeter) 測定法

註：參閱前第卅三條註。

四十一、儀 器：儀器包括下列各種：

A. 混濁計 (Turbidimeter)：混濁計上裝置有光源，電池阻塞過濾器 (Retarding filter)，沉澱槽，光電管和保護器，提攜設備可不必要，並需一個微安計可測由 0 至 50 或 100 微安電流，並有穩定電動勢 (Emf)，其電壓須為 6-V，可用汽車起動及照明用之蓄電池，如混濁計同時用以測定細度及三氧化硫時，則須分別使用沉澱槽。

B. 攪拌儀器：攪拌器必須維持其轉速在每分鐘 225 至 300 轉，維持其變動在每分鐘 20 轉以下，其轉速可用任何適當之裝置控制之，一個電動機其能力足夠維持其常速，傳動摩擦或減速齒輪，滑輪系統可為永久之裝置，電動機之轉速如不甚知悉，可計算其在 15 至 30 秒鐘內之轉速或用光測頻器盤校正之。實驗室簡單之電動攪拌器難免有轉速之變化，惟用電動計或光測頻器照下法控制時，亦可應用。其法如下：在電動機

上裝置一特別之軸可伸延，至罩之上端，在軸之頂端裝一1公分×5公分之黃銅飛輪，飛輪帶動光測頻盤上有甚多黑白相間之扇形（註1），盤用霓虹燈照亮，其上部塗以顏色用以保護使用者之眼睛，免為光所眩暈，攪拌速度由是盤之明亮條紋完全隨交流電之頻率及扇形之多少而變化，如電流為60週波，則燈每分鐘有7200次之閃光。例如：有黑白扇形各24個之盤其速率為每分鐘300轉（即 $7200 \div 24$ ），調整變動計至盤之光亮條紋固定不變或近於不變（註2），如條紋移動方向與電動機轉動方向相同，則電動機速率等於每分300轉加上條紋之速率，反之如條紋移動之方向與電動機轉動方向相反，則電動機速率將少於每分鐘300轉。

註1：此特殊之軸及飛輪可在修理間或製造攪拌器之廠家製造，盤可由使用者自製而黏着於飛輪之頂端。

註2：如速率為理想速率（例如600轉/每分，900轉/每分等）之倍數時，則有不變之條紋，惟較理想速率所生之條紋不明晰，速率如為理想速率之約數（例如150轉/每分，100轉/每分等），亦有不變之條紋，但有較多之扇形。

C. 攪拌棒：攪拌棒可用直徑0.5至0.6公分，長15至20公分之實心玻棒製成，離下端4.5至5.5公分處彎成半徑為2.2至2.8公分之圓。

D. 量杓：用金屬管製一杓，裝以適當長度之柄，杓之容量為當盛滿時可盛0.5公克結晶氧化鋇。內徑0.63公分，長1.12公分之杓，其容量約為0.35公撮。

四十二、試 藥：

結晶氫化鋇：將能穿過試驗篩0.4 CNS 386及存留於試驗篩0.2 CNS 386上之結晶氫化鋇充分混和，使大小結晶體分佈均勻，在此必須注意最好能一次混和多量之結晶物，俾能供多次測定之用，因新的檢定曲線必須繪製，以檢定每批所用之結晶，如新結晶物所繪得之曲線與前一批所得之曲線相平行，則可調整光之強度，使兩曲線相合。

四十三、檢 定：

A. 標準沉降：混濁計之燈應保持一定標準強度數值。此可經由變動計調整絲之溫度，將沉澱槽移去，由阻滯濾器觀察之，則微安計之讀數可達一預定之數值，此數值可由下法測定之：取一已知 SO_3 含量之樣品，秤一數量使所含 SO_3 之重量與欲測定樣品（註1）預計最低之 SO_3 含量相近似，將樣品加HCl然後依照第四十四條之各手續操作。調整光之強度（註2），在攪拌停止60秒鐘後，微安計之讀數恰在範圍內高限度下，然後將阻滯濾器重新放上，讀取微安計之讀計，此將造成標準沉降。

註1：例如水泥 SO_3 含量為1.8%，而最低含量為1.3%，則應秤取

水泥之重為0.3611公克（ $0.5 \text{ 公克} \times \frac{1.3}{1.8}$ ），惟最低含量不能

少於1.3%，最高不能超過實在的含量。

註2：無論何時將燈轉換時，應任令燈繼續燃點，直至每5分鐘重複讀

取微安計之刻度，表示其電壓不變為止，燈並應繼續燃點，至工作完畢，惟其強度應加校正毋令其通過微安計之電流超出範圍太多致損毀微安計，此種危險可在全部操作中保持阻滯器或混懸物置於光線上而避免之。電圍上電線接頭應保持清潔及接緊，最好用鐸鐵熔接，當讀數計取後，其密室應予關閉。

- B. 檢定手續：秤取已知 SO_3 含量之水泥樣品，其 SO_3 含量已依照第十六條手續測定者，至一確定之重量，令其所含 SO_3 之重量與 0.5 公克樣品之所含量相差在 4% 左右(註 3)，然後將樣品水泥用 HCl 處理，依照第四十四條由加 HCl 後之手續操作，將所得之讀數在圖表紙上描一曲線(第 C 節)，每一點至少用三次測定數字之平均數決定之(註 4)。
- 註 3：依 SO_3 含量限度而變化之百分數，為正常試驗中所希冀者，百分數為 1.30, 1.60, 1.90, 2.20 及 2.50 為理想之範圍，檢定用之標準水泥 SO_3 含量之平均數應為 1.7 至 1.9%。
- 註 4：任何情況下如光之系統改變，例如調換燈，濾器，或槽，則儀器應重新檢定。
- C. 檢定曲線：將第 B 節所得之平均讀數，對 SO_3 含量在半對數(一週波)紙上描，對數軸之讀數或將讀數之對數值，對 SO_3 含量之百分數描於橫截面紙上。連絡各點描一平滑之曲線，此曲線必為直線，且微向軸之原點彎曲，如用相同之儀器，所得之曲線必均互相似，且近似互相平行，由曲線所作之圖表可供吾人查知 SO_3 之百分數。

四十四、手 續：

- A. 置 0.5 公克樣品於 150 公撮之燒杯內，加 10 公撮冷水旋轉搖動，混合至樣品完全分佈均勻，繼續旋轉搖動，並加 5 公撮 HCl 用玻棒將塊打碎，因其不易溶解，用熱水(約 90°C)將溶液稀釋至 30 至 40 公撮，並在各略煮沸之溫度溶解至溶液澄清，此須 5 至 10 分鐘(註 1)，過濾至 250 公撮之燒杯內，並用熱水充分洗滌殘渣，將溶液及洗液在量筒內稀釋為 200 公撮，調整溶液溫度在 20 至 30°C 內之任何適當溫度(註 2)，將溶液注回燒杯內，調整攪拌器，至攪棒下端距燒杯底約 0.5 至 1.0 公分，電動機之轉速約在每分鐘 225 轉及 300 轉之間，維持其變動在每分鐘 20 轉以下(註 3)，當攪拌時，加 0.45 至 0.55 公克之 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 於溶液內，如攪拌器轉速為每分鐘 225 轉，繼續攪 60 秒鐘，如轉速為每分鐘 300 轉則 30 秒鐘已足，移去攪拌器，由溶液移部份溶液，其量足在沉澱槽中液面恰在光線上，在儀器指導下，小心放置沉澱槽，移去阻滯濾器，並關閉小室，在攪拌停止後，準確 60 秒鐘時，讀取微安計之偏轉。

註 1：如水泥含多量氧化錳，此棕色之錳素化合物，不易溶於 HCl，可加熱溶解之，惟應小心，不應加熱過久而致失去多量之 HCl。

註 2：在 2°C 內檢定及測定之溫度應相同，本法為草業，故每一手續之細節均應謹慎及嚴格遵守，在特定之變動範圍內，同一條件是達準確結果之要素。

註 3：保持光測頻器盤上條紋絕對不變，實無此必要。但其轉速亦不能

超過每分鐘 20 次，如條紋開始轉動時，可將變動器微轉動，以阻止其運動，攪拌器之速率應固定在每分 225 轉至 300 轉內任一轉速上，惟依照第四十一條第 B 節方法用變動計即容易控制。其變動在每分鐘 5 轉內。

B. 計 算：在檢定曲線或圖表上讀取 SO_3 之百分數（註 4）。

註 4：如讀數不在檢定曲線限度內，則應視其準確度之要求而用較少或較多數量之樣品重行測定。

氧化鈉及氧化鉀

簡 易 法

註：參閱前第卅三條註。

四十五、試 藥：

- A. 醋酸鈾氧鋅試藥：將 20 公克醋酸鈾氧 ($\text{UO}_2(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 及 60 公克之醋酸鋅 ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)，5 公撮醋酸及 175 公撮熱水，將此混合物，不停搖動約 1 小時或間斷搖動數小時，如生成澄清溶液則加少量 NaCl 或醋酸鈾氧鋅鈉 ($\text{NaZn}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{CO}_2)_9 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)，再繼續搖動，試藥使用時之溫度須與醋酸鈾氧鋅鈉飽和之溫度相同，任令溶液靜置至溫度不變，使用時始過濾一小部份應用。在實際一切操作中如製備試藥，用酒精洗滌沉澱，過濾，並洗滌醋酸鈾氧鋅鈉，均須保持相同之溫度。
- B. 酒精洗液：溶少量醋酸鈾氧鋅鈉於含有醋酸（1%）之乙醇中，將所得溶液不停搖動約 1 小時，或間斷搖動數小時，使用時視需要量過濾，有關操作時溫度，可參閱本條 A 節，乙醇可為絕對的，或為 95% 純乙醇或變性乙醇。
- C. 氯鉑酸溶液：溶解 5 公克氯鉑酸 ($\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 於 95 公撮水及 5 公撮 HCl 中。
- D. Gladding（格拉丁）洗液：參閱第廿一條第 B 節。

四十六、手 續：

- A. 溶液之製備：置 2 公克水泥於鉑蒸發皿中，加 5 公撮冷水，用鉑棒攪拌混和之，然後小心加入 10 公撮 HNO_3 （1:1）繼續攪拌至水泥完全溶解，加 10 公撮 HClO_4 及 25 公撮 HF （註 1），並用鉑棒攪拌至完全混合均勻，用水洗滌鉑棒後，將溶液蒸乾或生 HClO_4 煙後（註 2）將溶液冷卻，用少許熱水洗滌容器邊緣，並重複蒸發之，小心對燈置於皿底或增加輻射器之溫度，以逐出過剩之 HClO_4 ，惟不能將器底熱至赤紅。蓋以石英玻璃或抗熱玻璃裝之表面玻璃，加高溫度，將過氯酸鹽，轉變為氟化物，惟仍避免熱至赤紅，當殘渣融成棕色塊狀時，將生發熱反應，故此轉變反應，可熱少量之殘渣，同時只須加不超過能令反應進行之溫度已足。至反應完成後，繼續用較赤紅略低之溫度灼燒 1 至 2 分鐘，並將蒸發皿及表面玻璃冷卻（註 3），並沖洗表面玻璃將洗液流至燒杯中，加少量水，至蒸發皿內，任令殘渣靜置並軟化。並用玻璃杵

研成糊狀(註4)後，沖洗至燒杯內，稀釋至 40 至 50 公撮煮沸約 15 分鐘，保持容積在 25 至 40 公撮之間，並加少量已軟化之濾紙漿，然後將溶液過濾至 100 公撮之量瓶內，瓶內預置足夠之 HCl 使濾液呈酸性(註5)洗滌濾紙及殘渣至少 10 次，至濾液容積約 100 公撮，任令冷卻(註6)，稀釋，至瓶頸之痕記並充分混合之。

註1：加酸時不能將瓶上之蠟帶入，在高溫時，有機物與 HClO_4 將發生爆炸，如已知或猜想水泥樣品中含有有機物時，在用 HClO_4 處理前可將水泥置蒸發皿內，敷成薄層，用 600° 至 700°C 溫度燒灼 10 至 15 分鐘，使有機物分解，以免在高溫與 HClO_4 起爆炸作用。

註2：蒸發時須小心從事，因溶液有跳躍飛濺之弊，尤於蒸發皿與高溫之火焰或熱板接觸時，其最好之方法厥惟利用適當之設備，如可利於工作者及其工作之進行。如：將蒸發皿放在低溫之熱板上或水浴上過夜，如熱板溫度過高時可將石棉絨置於蒸發皿之底，如用燃燒氣體之輻射器，輻射器可置接近皿之底部，因利用其輻射作用較傳導作用更佳也。此種輻射器可用庫存之管子裝置，其法為置承物圈於接近之螺紋接口管上方，管裝螺帽及聯軸接，將兩者旋緊，並將圈夾牢，如鐵較厚可用米克燈(Meker Type)為熱器，如用薄銅或白鐵製造可用本生燈為熱器，惟應避免鉑與鐵相接觸，殘渣經第二次蒸發後，如殘渣須靜置過夜，則皿須置於電爐或乾燥器內以防止其吸收濕氣。

註3：因氯鉑酸銨與氯鉑酸鉀相似，不溶於乙醇內，故在測定氧化鉀時，每一步驟均須在不含銨氣或銨鹽之空氣中進行。

註4：殘渣應先充分研細，始能將氯化鈉或氯化鉀完全提出，如皿底為圓形，不適於研磨時，用水及套有橡皮之玻棒，將殘渣移至有柄之蒸發皿中，用澄清法將大部分水注於燒杯內，然後研磨殘渣。

註5：通常一二滴酸已足，吸氣過濾法可應用，其最簡便之裝置，可用大玻璃鐘，其邊緣塗以油脂覆於玻板上，鐘頂開有 1 至 2 吋之孔，用二孔之橡膠塞緊，將漏斗及玻管分別插入二孔中，玻管與 T 形管相接，管之一端接以吸氣機或真空泵，如此裝置若免除真空則無須移去吸氣機或真空泵，在鐘內之玻管須略向鐘邊彎曲，管端接一橡皮管使延長至鐘底，如此可防止空氣及水回流而中斷工作，此鐘裝置用吸氣法可過濾於任何形式及大小之容器內。

註6：將濾液冷至任何特定之溫度過久實無必要，如燒瓶及移液管相同溫度中檢定，及溶液之溫度使接近檢定之溫度，均不必要。

Na₂O 之 測 定

- B. 將樣品溶液(本條 A 節)20 公撮，置於小容器內，蒸乾(註7)冷卻後，用 1 公撮水提出殘渣，加 15 公撮醋酸鈷氧銻試藥，攪拌之，任令靜置 30 至 60 分鐘(註8)，並時加攪拌，用吸氣法，經過已知重量(註9)之 15 公撮，古氏(Gooch)坩堝過濾之，移置沉澱於坩堝內，並以少

量之醋酸鈾氧鋅及套有橡皮套之玻棒洗擦燒杯，用酒精洗液（註10）洗滌沉澱6次，每次約2至3公撮，小心將坩堝邊緣之沉澱沖下，再用無水醚沖洗沉澱三次，每次4至5公撮，然後用吸抽空氣經過坩堝，將餘醚完全除去用溼布揩擦坩堝外邊，然後置於乾燥器內約1小時（或15分鐘在Vacuo），再秤取醋酸鈾氧鋅鈉($\text{NaZn}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{CO}_2)_9 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)重量。

註7：最初蒸發可用燈或熱板上以氣流吹於液面，最後置於汽浴上或 105°C 之電爐內乾燥之。

註8：如 Na_2O 含量甚低時（低於0.2%），則溶液靜置時間最少須1小時。

註9：洗滌，烘乾，及秤空坩堝之各種手續，應與過濾醋酸鈾氧鋅鈉存在時相同。

註10：當試藥與酒精洗液相混，靜置幾小時後，將有白色沉澱析出，此種沉澱不溶於過量之洗液內，故用酒精洗液洗滌時應迅速為之。

C. 空白測定：用同一方法及同量試藥作空白測定，以校正分析所得之結果。

D. 計 算：計算 Na_2O 百分數如下：

$$\text{Na}_2\text{O}, \% = W \times 5.0375$$

$W = \text{NaZn}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{CO}_2)_9 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 重量之公克數。

$5.0375 = \text{Na}_2\text{O}$ 對 $2\text{NaZn}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{CO}_2)_9 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 之分子比率（0.02015），除以取用樣品溶液內含有樣品之重量（0.4公克），並乘以100。

K_2O 之 測 定

E. 移樣品溶液（本條A節）75公撮於容器內蒸發至約5公撮，加5公撮氫鉑酸繼續在汽浴上蒸發，至冷卻後成軟塊狀固體物時（註11）為止，加30公撮乙醇（85%）於容器內，並用玻璃棒研成細末靜置1小時，用已知重量之15公撮玻璃坩堝或古氏(Gooch)坩堝過濾之，用少量乙醇（85%）洗擦容器，並用乙醇洗滌坩堝及殘渣5次，每次用3至5公撮然後用Gladding洗液沖洗六次。每次均在停止吸氣時行之，並每次均用洗液細流將殘渣攪成乳狀液（註12）最後用乙醇（85%）沖洗六次，每次並小心將坩堝邊緣之沉澱沖下，然後置坩堝於 105° 至 110°C 溫度乾燥至少2小時，或在 130° 至 135°C 之溫度下烘乾至少30分鐘，然後置乾燥器內冷卻，秤取 K_2PtCl_6 之重量。

註11：樣品中 K_2O 之含量如估計在1.5%以下，則5公撮氫鉑酸約等於實際需要量之兩倍，故如樣品中 K_2O 之含量在1.5%以上時，則所需氫鉑酸數量須比例增加之，溶液內可能含有大量之氯化鈣，則在蒸發終了時，將有多量之氯化鈣及少量之 K_2PtCl_6 結晶析出，而泥漿狀之溶液將變為軟泥狀，故最後一次蒸發必需小心，或需冷卻後再蒸發，如此重複數次，如蒸發時間延長過久，則氫鉑酸將部份分解或成塊狀固體，在乙醇中不易破碎。

註12: K_2PtCl_6 含有不溶於乙醇，但能溶於 Gladding 洗液之雜質，為此用 Gladding 洗液充分沖洗甚為重要。

F. 空白測定：用同一方法及同量試藥作空白測定，以校正分析所得之結果。

G. 計算：計算 K_2O 百分數如下：

$$K_2O, \% = W \times 12.92$$

$W = K_2PtCl_6$ 重量之公克數。

12.92 = K_2O 對 K_2PtCl_6 之分子比率 (0.1938)，除以 75 公撮溶液所含樣品之重量 (1.5公克) 再乘以 100。

五 氧 化 磷

簡 易 法

註：參閱前第卅三條註。

四十七、試 藥：

A. 鉬酸鉍溶液：依照第廿四條 A 節所述之方法製備之。

B. 氫氧化鈉標準溶液 (0.3N)：溶解 12 公克氫氧化鈉於 1 公升新煮沸，除去 CO_2 之冷水中，加 10 公撮新濾過之 $Ba(OH)_2$ 飽和溶液，將溶液時加搖動約數小時，然後過濾，並避免與空氣中之 CO_2 相接觸，用標準磷苯二甲酸鉀或安息香酸滴定之。計算每公撮溶液相當於 P_2O_5 (註) 之公克數如下：

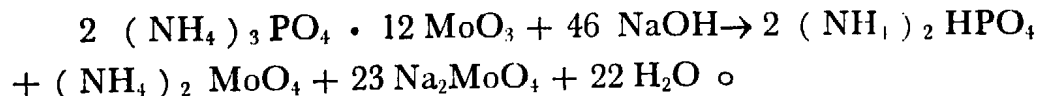
$$E = N \times 0.003086$$

E = 每公撮 NaOH 溶液相當於 P_2O_5 之公克數。

N = NaOH 溶液當量濃度。

0.003086 = 每公撮 1N NaOH 溶液相當於 P_2O_5 之公克數。

註：溶液之值基於估計水泥中之磷素，生成 $2(NH_4)_3PO_4 \cdot 12MoO_3$ 之沉澱，所生成之沉澱並將與 NaOH 溶液起如下之化學反應：



0.003086 數字，為將 P_2O_5 分子量除以 46 (因上面之化學反應方程式中用 46 分子 NaOH) 及 1000 (1公升中之公撮數) 所得。

由於實際沉澱之成分受沉澱時各種條件所影響，故規定手續中之每一細節均應嚴格遵守。

C. 硫酸標準溶液 (0.15N)：用新煮沸冷卻之水，稀釋 4.0 公撮 H_2SO_4 至 1 公升，用 NaOH 標準溶液校準之，將滴定时 NaOH 溶液之體積除以所用 H_2SO_4 溶液之體積，而測定 H_2SO_4 標準溶液與 NaOH 標準溶液強度之比率。

四十八、手 續：

A. 秤 1 至 3 公克樣品 (註 1) 及 10 公克 NH_4NO_3 同置於 150 公撮之燒杯內，混和後加 10 公撮 HNO_3 ，急速攪攪之，並用玻棒將成涸之水泥壓碎至水泥完全分解。膠狀 SiO_2 亦解散。用表面玻璃將燒杯加蓋後

，置 100°C 汽浴或熱板上熱約 15 至 20 分鐘，時加攪拌，加 20 公撮熱水並繼續攪拌，如有紅色或棕色殘渣，則顯示水泥含有多量之錳，此時可加數公撮 NaNO_2 （每公升含 50 公克），將殘渣溶解，煮沸溶液至亞硝酸煙完全逐出，此種手續費時不致超過 5 分鐘，在蒸發時失去之水，須再加水補足之，用鉑製錐形架支持濾紙用吸氣法過濾至 400 公撮燒杯內，沖洗 SiO_2 殘渣，至濾液及洗液之容積共約 150 公撮。

註 1：樣品及試藥之用量全視水泥中磷含量之多寡而定，如磷素成 P_2O_5 含量在 0.5% 以上，即用最低數量，如 P_2O_5 含量在 0.1 以下，則用最高數量。

- B. 將溶液熱至 69 至 71°C，然後由熱源移去，即行加入 50 至 100 公撮鉬酸銨溶液，劇烈攪拌約 5 分鐘，用冷 KNO_3 溶液（新煮沸除去 CO_2 之冷水，1 公升含 10 公克 KNO_3 ），沖洗燒杯邊緣，加表面玻璃蓋，靜置 2 小時，沉澱（註 2）用吸氣法過濾，用澄清法將澄清溶液移出而不攪動沉澱，然後用 KNO_3 溶液細流將燒杯中之沉澱攪動，再用澄清法過濾，然後將沉澱沖洗至濾紙上，用套有橡皮之玻棒將攪棒及沉澱用之燒杯擦洗。洗滌沉澱至不呈酸性，（註 3）每次洗滌必先濾盡後再另加新洗液。

註 2：濾器須用普通小濾紙用鉑錐形架支持之，或用濾紙裁小置於小型 Hirsch 漏斗上，並墊以薄紙漿或經酸洗過之石綿絨，過濾須小心不令沉澱損失，濾紙並須製置妥善，在過濾前即行吸氣，直至洗滌完了。

註 3：普通須約洗滌十次，將第十次之洗液加入 1 滴中性酚酞指示劑及 1 滴 NaOH 標準溶液試之（參閱本條 C 節），如有鮮明之紅色保持至少 5 分鐘，則沉澱可認為不含酸性，反之仍須繼續沖洗。

- C. 將濾紙及沉澱置於先前沉澱時所用之燒杯內。用溼濾紙將漏斗內殘存之沉澱措下，加 20 公撮無 CO_2 之冷水至燒杯，並用曾洗擦燒杯，套有橡皮之玻棒，將濾紙打破，加過量之 NaOH 標準溶液後攪拌之，直至極微黃色消失，再用 50 公撮無 CO_2 冷水洗滌攪棒及燒杯邊緣，然後加 2 滴中性酚酞為指示劑（每公升乙醇含 10 公克），加量得體積之 H_2SO_4 標準溶液足夠使紅色消失，然後再用 NaOH 溶液滴定至呈鮮明之紅色保持至少 5 分鐘為止。

- D. 空白測定：用同一方法及同量試藥作空白測定，以校正分析所得之結果。

- E. 計 算：用下法計算 P_2O_5 百分數至準確度 0.01。

$$\text{P}_2\text{O}_5, \% = \frac{E(V_1 - V_2R)}{S} \times 100$$

E = 每公撮 NaOH 溶液相當於 P_2O_5 之公克數。

V_1 = NaOH 溶液用量（公撮數）。

V_2 = H_2SO_4 溶液用量（公撮數）。

R = H_2SO_4 溶液對 NaOH 溶液強度之比率。

S = 樣品用量（公克數）。

氧 化 錳

註： 參閱前第卅三條註。

四十九、試 藥：

高錳酸鉀標準溶液(0.18N)：製備每公升含 5.64 公克之 KMnO_4 溶液(註)， KMnO_4 溶液不能用含有機物之濾紙過濾，惟可用簡易方法將澄清部份溶液用虹吸管吸出而不攪動瓶底之沉澱物，用標準草酸鈉滴定之，計算每公撮溶液相當於 Mn_2O_3 之公克數如下：

$$E = \frac{0.2650}{A}$$

E = 每公撮 KMnO_4 溶液相當於 Mn_2O_3 之公克數。

A = 0.7500 公克 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 所需 KMnO_4 之公撮數。

$0.2650 = 3\text{Mn}_2\text{O}_3$ 對 10 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 之分子比率 (0.3534) 乘以 0.7500。

註： 在第卅四條規定之 0.18N $\cdot \text{KMnO}_4$ 溶液為經常用於容量分析法測定水泥及生料中之 CaO 者至為簡便，準確 0.005 公克之 CaO 相當於 0.004224 公克之 Mn_2O_3 。

五十、手 續：

A. 置 2 公克樣品於 250 公撮之燒杯內，加約 50 公撮水，攪拌混合物至完全擴散後加 15 公撮 HCl 將混合物加熱至溶液完成，加 5 公撮 HNO_3 及 50 公撮水煮沸至氯氣完全逐出，如有需要加熱水令溶液體積保持 100 公撮，停止加熱後加 ZnO 粉於溶液，將酸中和，再加適量之 ZnO 粉約 3 至 5 公克，並煮沸數分鐘。

B. 不需過濾，斷續將溶液加熱，保持溫度在 90 至 100°C，用 KMnO_4 標準溶液滴定至最後 1 滴 KMnO_4 恰使溶液呈不變之紅色為止(註)。當終點已達後，繼續逐滴加入標準溶液而不停攪拌之，任令沉澱下沉，並從燒杯邊緣觀察溶液之顏色。

註： 如水泥中 Mn_2O_3 之含量不知時，初步之測定可在溶液溫度在沸點左右一次加入 0.5 至 1 公撮之標準溶液迅速滴定之。

C. 空白測定：用同一方法及同量試藥作一空白測定，以校正分析所得之結果。

D. 計 算：用下法計算 Mn_2O_3 百分數至準確度 0.01。

$$\text{Mn}_2\text{O}_3, \% = EV \times 50$$

E = 每公撮 KMnO_4 溶液相當於 Mn_2O_3 之公克數。

V = KMnO_4 溶液用量之公克數。

50 = 100 除以樣品用量 (2 公克)

游 離 氯 化 鈣

簡 易 法

註： 參閱前第卅三條註。

五十一、試 藥：

A. 酚酞指示劑：依照第卅一條 A 節手續製備之。

B. 甘油-乙醇溶劑：依照第卅一條第 B 節手續製備。加無水 $BaCl_2$ 或 $NaCl$ 促進溶液游離 CaO ，如用無水 $BaCl_2$ ，在溶劑中和以前加一公克 $BaCl_2$ 於約 60 公撮之溶劑中（註），如用 $NaCl$ ，則將 $NaCl$ 加入燒瓶內，瓶內預先盛有溶劑及新製之 CaO 或水泥樣品，此全視校準或測定開始時之情況如何而定之。

註：製備大量溶劑簡易之方法為熱 $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ 至 120° 至 $130^\circ C$ ，約數小時，即溶於熱甘油（ 100 至 $125^\circ C$ ）中無須研細，然後將溶液再與乙醇混合，如鉍鹽在過高之溫度中失去結晶水，即研成細末亦將緩慢溶於熱甘油或溶劑中。

C. 醋酸銨標準溶液（ $0.2N$ ），依照第卅一條 C 節手續，並用本條 B 節所述之促進劑，製備醋酸銨標準溶液。

五十二、手續：

依照第卅二條方法測定水泥或熟料之游離 CaO ，惟下列方法例外：

(1) 依第五十一條 B 節方法用無水 $BaCl_2$ 或 $NaCl$ 。

(2) 在最後之煮沸中，如所增加游離 CaO 百分數不超過 0.05% ，則可認已達終點（註）。

註：如煮沸時間延續過久，樣品可能部份分解，則分解後生成物將阻擾終點之顏色，故本簡易法所測定之結果，可能較第卅二條所測之結果為高，故簡易法所得之結果應時常與其他方法所得結果校正之。

報 告

分析報告格式

五十三、下列格式為本標準對分析卜特蘭水泥結果報告之格式。

A. 主要成分：

| | |
|-----------|-------|
| SiO_2 | 二氧化矽 |
| Al_2O_3 | 三氧化鋁 |
| Fe_2O_3 | 三氧化二鐵 |
| CaO | 氧化鈣 |
| MgO | 氧化鎂 |
| SO_3 | 三氧化硫 |
| 燒失量 | |

B. 次要成分：

| | |
|----------------|------|
| Na_2O | 氧化鈉 |
| K_2O | 氧化鉀 |
| P_2O_5 | 五氧化磷 |
| Mn_2O_3 | 三氧化錳 |
| Sulfide sulfur | 化合硫 |

C. 個別測定者：

不溶物

氯仿可溶性之有機物

游離氧化鈣

水溶性鹼

公 佈 日 期
年 月 日

經 濟 部 中 央 標 準 局 印 行

修 訂 日 期
年 月 日

中國國家標準

魚 肝 油

總號

2 9 6

C N S

(外銷用原油)

類號

K 1 0 7

- 一、適用範圍：本標準適用於含維生素甲 5,000 至 40,000 國際單位之外銷用魚肝油原油。
- 二、維生素：每一公克含維生素甲 5,000 至 40,000 國際單位，其實際含量應與標明值相符，許可差不得超過標明值之 8%。
- 三、游離脂肪酸：應在 1.6% 以下。
- 四、水分及夾雜物：應在 1% 以下。
- 五、氣 味：本品稍帶特異之魚臭，但無刺激性及不良敗油性之氣味，加溫時亦不得發散異臭。
- 六、檢 驗：本品之檢驗適用 CNS _____, K _____ 魚肝油（外銷用原油）檢驗法。

第一次修訂：47 年 7 月 10 日

公 佈 日 期
42 年 9 月 25 日

經 濟 部 中 央 標 準 局 印 行

修 訂 日 期
年 月 日