

§06014

燒鈉明礬

Burnt Sodium Alum

分子式： $\text{AlNa}(\text{SO}_4)_2$

分子量：242.09

1. 含量：本品所含 $\text{AlNa}(\text{SO}_4)_2$ ，應在 96.5 % 以上。
2. 外觀及性狀：本品為無色結晶、白色顆粒或粉末狀。無臭，略帶鹹味及澀味，可緩慢地溶於水中，但不溶於酒精。
3. 鑑別：本品應呈一般鑑別試驗法(附錄 A-117)中鋁鹽、鈉鹽及硫酸鹽之反應。
4. 氟化物：緩慢溶解低氟含量之氧化鈣(約含 2 ppm 之氟) 56 g 於水 250 mL，一邊攪拌一邊緩慢加入 60% 過氯酸 250 mL，加熱沸騰產生大量過氯酸蒸氣，冷卻，加水 200 mL，再加熱沸騰，再重複一次稀釋及加熱沸騰，冷卻，稀釋至相當量，若有二氧化矽沈澱產生則以玻璃過濾器過濾之，將澄清液加至氫氧化鈉溶液(1:9) 1000 mL 並攪拌，待沈澱物沈澱，將上層液吸除，沈澱物置大離心瓶中水洗五次去除鈉鹽，將沈澱物搖動稀釋成 2000 mL 之石灰懸浮液，使用前振搖。使用氟化物檢查法(附錄 A-34)之蒸餾裝置，取本品 1.67 g，精確稱定，置蒸餾瓶中，加稀硫酸(1:1) 25 mL，蒸餾至溫度達 160 °C，由漏斗加水維持 160~165 °C，收集蒸餾液 300 mL，小心加入不含氟之 30 % 過氧化氫(去除硫酸鹽) 2~3 mL，靜置數分鐘，置白金皿中加過量懸浮液蒸發，於 600 °C 短暫熾灼，冷卻，以水 10 mL 潤濕灰分，覆蓋錶玻璃，小心加入足夠之 60 % 過氯酸溶解灰分，以過氯酸 20 mL 溶解灰分並移置另一蒸餾裝置，經漏斗加水 10 mL 及數滴過氯酸銀溶液(1:1)，加熱至 135 °C 蒸餾，收集蒸餾液前 100 mL 為檢品溶液 A，繼續收集餾液 50 mL 為檢品溶液 B，另以水經上述方法蒸餾所得供作對照溶液，按照氟化物檢查法(附錄 A-34)檢查之，其所氟化物(以 F 計)應在 30 ppm 以下。
5. 銨鹽：本品 1 g 加氫氧化鈉試液 10 mL，以蒸氣浴加熱 1 分鐘，不得發生氨臭。
6. 硒：取本品 200 mg 按照硒檢查法第 II 法(附錄 A-33)檢查之，其所含硒(以 Se 計)應在 30 ppm 以下。
7. 鉛：取本品 1 g 溶於水 10 mL，按照鉛試驗法(附錄 A-24)試驗之，其所含鉛(以 Pb 計)應在 10 ppm 以下。
8. 砷：取本品 0.25 g 溶於水 35 mL，按照砷檢查第 I-1 法(附錄 A-8)檢查之，其所含砷(以 As_2O_3 計)應在 4 ppm 以下。

- 9. 重金屬**：取本品 1.0 g，溶於水 20 mL，加稀鹽酸試液數滴，置蒸發皿中蒸乾，殘渣加水 20 mL 及鹽酸羥胺 50 mg，蒸氣中加熱 10 分鐘，冷卻後加水定容至 25 mL，按照重金屬檢查第 I 法(附錄 A-7)檢查之，其所含重金屬(以 Pb 計)應 20 ppm 以下。
- 10. 乾燥減重**：本品於 200° 乾燥 16 小時，其減失重量不得超過 10 %。
- 11. 含量測定**：取乾燥減後之本品約 500 mg，精確稱定，以醋酸 1 mL 濕潤之，溶於水 50 mL，以蒸氣浴加熱至完全溶解，冷卻以氫試液中和，加 0.05 M 乙烯二胺四醋酸二鈉液 50 mL，加熱沸騰 5 分鐘，冷後持續攪拌並依序加入 pH4.5 緩衝溶液 20 mL(醋酸銨 77.1 g 及冰醋酸 57 mL 加水溶解至 1000 mL)、乙醇 50 mL 及二苯硫脲試液 2 mL，以 0.05 M 硫酸鋅液滴定至玫瑰紅色，另作空白試驗校正之。每 mL 0.05 M 乙烯二胺四醋酸二鈉液相當於 12.10 mg 之 $\text{AlNa}(\text{SO}_4)_2$ 。