

§06003

## 燒鉀明礬

### Burnt Potassium Alum

(Aluminum Potassium Sulfate, Anhydrous)

分子式： $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

分子量：258.21

1. 含量：本品所含  $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2$  按乾品計算應在 96.5 % 以上。
2. 外觀及性狀：本品為白色粉末或多孔鬆塊，無臭、味略甜，具澀味。
3. 鑑別：本品之水溶液(1→20)應呈一般鑑別試驗法(附錄 A-17)中，鋁鹽、鉀鹽及硫酸鹽之反應。
4. 溶液性狀：本品 1 g 溶於水 10 mL，其溶液應無色且濁度應為『殆澄明』。
5. 水不溶物：取預經 200°C 乾燥 4 小時之本品 2.0 g，加約 80°C 之水 200 mL，置水浴中並時時攪拌加熱 10 分鐘，冷後，以已知重量之玻璃過濾器(1G4)過濾，不溶物以水 100 mL 洗滌，連同玻璃過濾器於 105°C 乾燥 2 小時，其量應在 2 % 以下。
6. 氟化物：緩慢溶解低氟含量之氧化鈣(約含 2 ppm 氟) 56 g 於水 250 mL，一邊攪拌一邊緩慢加入 60 % 過氧酸 250 mL，加熱沸騰產生大量過氧酸蒸氣，冷卻，加水 200 mL，再加熱沸騰，再重覆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→10) 1000 mL 中並攪拌，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→2) 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，置白金皿中加過量石灰懸浮液蒸發，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 % 過氧酸溶解灰分，以過氧酸 20 mL 溶解灰分並移置另一蒸餾裝置，經漏斗加水 10 mL 及數滴過氧酸銀溶液(1→2)，加熱至 135°C 蒸餾，收集蒸餾液前 100 mL 為檢品溶液 A，繼續收集餾出液 50 mL 為檢品溶液 B，另以水經上述方法蒸餾所得 50 mL 供作對照溶液，按照氟化物檢查法(附錄 A-34)檢查之，其所含氟化物(以 F 計)應在 30 ppm 以下。
7. 鐵：取預經 200°C 乾燥 4 小時之本品 0.054 g，溶於稀硝酸(1→10) 6 mL 及水使成 20 mL，加硫代硫酸銨 0.05 g 及硫氰酸銨試液 5 mL，振盪混合後，再加正丁醇 15 mL 激烈振盪混合 30 秒鐘後靜置，其正丁醇層之液色不得較鐵標準溶液 1 mL 依同法操作之液色為濃，其所含鐵(Fe)應在 190 ppm 以下。
8. 鉛：取本品 1.0 g 溶於水 10 mL，按照鉛試驗法(附錄 A-24)試驗之，其所含鉛(Pb)應在 10 ppm 以下。

9. 砷 : 取本品 0.25 g, 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。
10. 硒 : 取本品 200 mg 加氧化鎂 100 mg, 按照硒檢查法(附錄 A-33)檢查之, 其所含硒(以 Se 計)應在 30 ppm 以下。
11. 重金屬 : 取本品 0.5 g, 溶於水 45 mL, 必要時過濾, 加 0.1 N 鹽酸液 2 mL, 作為檢品溶液, 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)應在 40 ppm 以下。
12. 含量測定 : 取預經 200°C 乾燥 4 小時之本品粉末約 0.8 g, 精確稱定, 加水 100 mL, 振搖下於水浴中加熱溶解, 過濾, 不溶物以水充分洗滌, 洗液合併濾液, 再加水使成 200 mL, 取此液 25 mL, 加 0.01M 乙烯二胺四醋酸二鈉 50 mL, 徐徐加熱, 沸騰, 冷後, 加醋酸鈉溶液(2→15) 7 mL 及乙醇 85 mL, 加二甲苯酚橙試液(xylene orange T.S.) 3 滴為指示劑, 用 0.01 M 醋酸鋅液滴定至溶液由黃色變為紅色為止。每 mL 之 0.01M 乙烯二胺四醋酸二鈉相當於 2.5821 mg 之  $AlK(SO_4)_2$ 。