

環境用藥過氧化氫檢測方法—滴定法草案

NIEA D436.20B

一、方法概要

樣品於酸性溶液中以高錳酸鉀 (KMnO_4) 溶液滴定，高錳酸根與過氧化氫進行氧化還原反應（註 1），當達到滴定終點，多餘之高錳酸根使溶液形成粉紅色，由滴定量即可求得樣品中過氧化氫含量。

二、適用範圍

本方法適用於環境用藥樣品中過氧化氫含量檢測，適用濃度範圍 0.25% (w/w) 到 70% (w/w)。

三、干擾

在酸性條件下，可被高錳酸鉀氧化之物質（如氯離子）會產生干擾。

四、設備與材料

- (一) 分析天平：可精稱至 0.1 mg。
- (二) 加熱裝置。
- (三) 滴定裝置：最小刻度至 0.05 mL 之滴定管、電子滴定管或自動滴定儀。
- (四) 玻璃定量瓶。
- (五) 燒杯、三角錐瓶。
- (六) 乾燥器。
- (七) 磁石、磁攪拌器。

五、試劑

檢測時使用之試劑除非另有說明，否則必須至少為試藥級。

- (一) 試劑水：不含待測物之去離子水或市售純水。
- (二) 濃硫酸：不含還原物質，測試方法為加 2 滴高錳酸鉀溶液於濃硫酸中，淡粉紅色至少維持 30 分鐘以上。
- (三) 硫酸溶液，1+3：緩緩將 1 份濃硫酸加至 3 份體積之試劑水中。

(四) 草酸鈉標準溶液，0.05 M：溶解 6.700 g 草酸鈉 ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) (純度 $\geq 99.9\%$ ，先在 105°C 至 110°C 烘乾 2 小時)，再定容至 1 L。

(五) 高錳酸鉀滴定溶液，0.02 M：可使用市售滴定溶液，或按照下述任一方式配製，至少每 2 週標定一次。

1. 溶解 3.2 g 高錳酸鉀於 1 L 試劑水中（或依比例配製適量體積），貯存於附有玻璃瓶蓋之棕色玻璃瓶中，至少靜置 1 週後，小心倒出或以吸量管吸取上層澄清液，勿使沈澱物質受到攪動。

2. 溶解 3.2 g 高錳酸鉀於 1 L 試劑水中（或依比例配製適量體積），和緩煮沸 1 小時至 2 小時，置於暗處冷卻，隔夜後以玻璃過濾器過濾之（過濾前後不可水洗），濾液貯存於附有玻璃瓶蓋之棕色玻璃瓶中。

標定方法：

取 10.0 mL 0.05 M 草酸鈉標準溶液，稀釋至 50 mL，加入 10.0 mL 1+3 硫酸溶液，加熱至 90°C 至 95°C ，攪拌並以高錳酸鉀滴定溶液滴定至淡粉紅色滴定終點，顏色至少維持 30 秒。另以試劑水進行空白實驗。

$$A = \frac{10 \times 0.05 \times 2}{(B - C) \times 5}$$

A：高錳酸鉀滴定溶液莫耳濃度 (M)

B：標定時高錳酸鉀滴定溶液消耗體積 (mL)

C：空白實驗高錳酸鉀滴定溶液消耗體積 (mL)

六、採樣與保存

採取足夠供檢測之樣品量。樣品為包裝完善且密封完整之環境衛生用藥成品時，則以原包裝在室溫保存。

七、步驟

(一) 稱取 1 mL (精稱至 0.1 mg) 樣品於適當容器中，（此體積係以市售標示 30% 過氧化氫為例，如為其他濃度，依比例增減體積）。

(二) 將上述樣品，以試劑水洗入含有 5 mL 試劑水之 200 mL 定量瓶中，定容至標線。

(三) 在含有 50 mL 1+3 硫酸溶液之三角錐瓶中，加入上述稀釋樣品

10 mL，過程中持續攪拌。

(四) 以 0.02 M 高錳酸鉀滴定溶液滴定至淡粉紅色滴定終點，顏色至少維持 30 秒，記錄高錳酸鉀滴定溶液消耗量。

(五) 使用 10 mL 試劑水依同樣步驟做空白實驗。

八、結果處理

每個樣品均須執行重複樣品分析，以平均值出具報告（兩測值須符合方法九、品質管制之規定）。

$$\text{樣品中過氧化氫含量 \% (w/w)} = \frac{(A-B) \times M \times 5 \times 1.701 \times 20}{W}$$

A：樣品高錳酸鉀滴定溶液消耗體積 (mL)

B：空白實驗高錳酸鉀滴定溶液消耗體積(mL)

M：高錳酸鉀滴定溶液莫耳濃度 (M)

W：樣品重(g)

九、品質管制

(一) 空白樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少執行一次空白樣品分析，空白樣品分析值（高錳酸鉀滴定溶液消耗體積）應小於等於 0.1 mL。

(二) 重複樣品分析：每樣品均執行二重複樣品分析，其相對差異百分比應在 5% 以內。

十、精密度與準確度

單一實驗室以市售過氧化氫進行分析，其檢測結果如附表。

十一、參考資料

(一) 行政院環境保護署，環境衛生用藥檢測方法 — 樣品製備法
(一) NIEA D901.01B，中華民國 98 年。

(二) 行政院環境保護署，亞硝酸鹽氮檢測方法 — 比色法 NIEA W418.53C，中華民國 104 年。

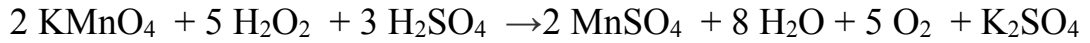
(三) 中華民國國家標準 CNS 1748 K7249，1994。

(四) CEFIC PEROXYGENS H₂O₂ AM-7157- Hydrogen Peroxide for industrial use Determination of hydrogen peroxide content Titrimetric method, March 2003。

(五) USP technologies Ceric Sulfate Titration Hydrogen Peroxide 。

(六) Solvay Chemicals, Inc. H₂O₂_Determin_Reserved1-800-765-8292
www.solvaychemicals.us 。

註 1：高錳酸鉀滴定反應式



註 2：本檢測廢液，依一般無機廢液處理原則處理。

附表 市售樣品測試結果之準確度與精密度

市售過氧化氫	標示平均濃度 (%)	分析結果 (%)	平均值 (%)	平均回收率 (%)	相對標準偏差 (%)
樣品 A	30.2	30.01	30.21	100.0	0.354
		30.20			
		30.33			
		30.23			
		30.26			
樣品 B	4.0	4.11	4.107	102.6	0.633
		4.09			
		4.11			
		4.15			
		4.07			