

環境用藥過氧化氫檢測方法—滴定法

中華民國 109 年 4 月 7 日環署授檢字第 1091001535 號公告
自中華民國 109 年 7 月 15 日生效
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，過量之高錳酸根使溶液形成淡粉紅色，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，可被高錳酸鉀氧化的物質（如氯離子）會產生干擾。

四、設備與材料

- (一) 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 週或使用前標定一次。

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

採取足夠供檢測及保存之樣品量。樣品為包裝完善且密封完整之環境用藥成品時，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。

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

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：精稱原液樣品之重量(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。

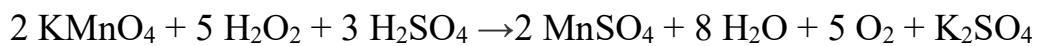
十、精密度與準確度

單一實驗室以市售過氧化氫樣品進行重複分析，結果如附表。

十一、參考資料

- (一) 中華民國國家標準 CNS 1748 K7249，1994。
- (二) Hydrogen Peroxide for Industrial Use Determination of Hydrogen Peroxide Content Titrimetric Method, CEFIC PEROXYGENS H₂O₂ AM-7157, Mar 2003 .
- (三) USP technologies Permanganate Titration Hydrogen Peroxide .
- (四) Determination of Hydrogen Peroxide Concentration(20% to70%)
<https://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 市售樣品重複分析精密度

市售過氧化氫	分析結果 (%)	相對標準偏差 (%)
樣品 A	30.01	0.354
	30.20	
	30.33	
	30.23	
	30.26	
樣品 B	4.11	0.633
	4.09	
	4.11	
	4.15	
	4.07	