

環境用藥中次氯酸鈣檢測方法－滴定法草案

NIEA D438.20C

一、方法概要

次氯酸鈣 (Calcium hypochlorite) 樣品經配製至適當濃度及體積後，與過量碘化鉀於酸性溶液中反應釋出碘，再以硫代硫酸鈉溶液滴定釋出的碘，求得有效氯 (Available chlorine) 重量百分比。次氯酸鈣含量可以有效氯重量百分比 (以氯計，%) 表示，亦可經換算以次氯酸鈣重量百分比表示。

二、適用範圍

本方法適用於環境用藥中有效氯及次氯酸鈣含量檢測。

三、干擾

略

四、設備與材料

- (一) 定量瓶 500 mL 或其它體積亦可適用。
- (二) 移液管或刻度吸量管。
- (三) 燒杯、三角瓶。
- (四) 滴定裝置：刻度至 0.05 mL 之滴定管、電子滴定管或自動滴定儀。
- (五) 磁石、磁攪拌器。
- (六) 分析天平：可稱至 200 g 重量，精稱至 0.1 mg。

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，使用之溶液，可依試劑比例配製所需使用體積。

- (一) 試劑水：不含待測物之去離子水或純水。
- (二) 冰醋酸 (Glacial acetic acid)。
- (三) 鹽酸溶液，1.0 M：將 16.6 mL 濃鹽酸緩慢加入約 160 mL 試劑水中，定容至 200 mL。
- (四) 澱粉指示劑，0.5%：取 0.5 g 可溶性澱粉於燒杯，加入 5 mL 試劑水攪拌成乳狀液後，倒入於 95 mL 沸騰之試劑水中，煮沸數分

鐘後靜置冷卻，加入 0.2 g 水楊酸 (Salicylic acid) 保存之，使用時取其上層澄清液。亦可使用市售指示劑。

- (五) 碘化鉀：粒狀結晶，不含碘酸鹽 (Iodate-free) 等級 (註 1)。
- (六) 碘酸鉀標準溶液，0.0167 M：溶解 3.574 g 碘酸鉀 (KIO₃) (先於 120°C 烘乾 1 小時) 於試劑水中，並定容至 1 L。
- (七) 硫代硫酸鈉溶液，約 0.1 M：溶解 25 g 硫代硫酸鈉 (Na₂S₂O₃ · 5H₂O) 於新鮮煮沸過且已冷卻的試劑水中，並定容至 1 L，貯存於棕色瓶。亦可使用市售溶液。本溶液至少每 30 天用碘酸鉀標準溶液標定。

硫代硫酸鈉溶液之標定：精取 20 mL 0.0167 M 的碘酸鉀標準溶液在三角瓶中，再加 20 mL 試劑水及 1 g 不含碘酸鹽之碘化鉀，待溶解後，加入 15 mL 1.0 M 鹽酸溶液，隨即以硫代硫酸鈉溶液滴定所釋出的碘，在接近滴定終點 (即呈淡黃色) 時，加入 1 mL 澱粉指示劑，繼續滴定至藍色消失 (註 2)，硫代硫酸鈉溶液莫耳濃度 (M) 為如下公式：

$$M = \frac{20 \times 0.0167 \times 6}{A}$$

A = 硫代硫酸鈉滴定耗用的體積 (mL)

六、採樣與保存

採取足夠供檢測之樣品量，室溫保存。樣品為包裝完善且密封完整，以原包裝保存，非完整包裝樣品可使用塑膠瓶密封保存。

七、步驟

- (一) 樣品須在容器內搖晃混合均勻再取樣；為減少暴露於大氣之時間，如非粉狀樣品，須盡速破碎、研磨及混合。
- (二) 取 3.6 g 至 4.0 g 樣品 (稱其重量並記錄為 W (g)，精確至 0.1 mg)，加入已含約 100 mL 試劑水之 500 mL 定量瓶內，搖晃定量瓶至大部分固體溶解，再以試劑水定容至刻度，配製次氯酸鈣溶液。
- (三) 取步驟 (二) 之次氯酸鈣溶液 25 mL (此體積係以市售標示 70% 到 75% 有效氯之次氯酸鈣為例，如為較低含量，可等比例增加體積；**取樣時**須再次搖晃溶液，使懸浮固體均勻分布)，加入在裝有 125 mL 至 150 mL 試劑水之三角瓶中，加入 2 g 至 3 g 碘化鉀，混合後，再加入 8 mL 冰醋酸。每個樣品均須執行**重複滴定分析**。

(四) 硫代硫酸鈉溶液滴定至淡黃色，加入 2 mL 澱粉指示劑，繼續滴定至第一次藍色消失時，即為滴定終點（註 3），記錄硫代硫酸鈉滴定所消耗體積 V (mL)。

八、結果處理

(一) 有效氯含量計算公式：

$$\text{有效氯以氯計 \% (w/w)} = \frac{V \times M \times 0.03546 \times A}{W} \times 100$$

V = 消耗之硫代硫酸鈉溶液體積 (mL)

M = 硫代硫酸鈉溶液莫耳濃度 (M)

A = 分液係數 (500 mL 次氯酸鈣溶液取 25 mL 滴定，
500/25=20)

W = 精稱原樣品之重量 (g)

(二) 次氯酸鈣含量計算公式：

$$\text{次氯酸鈣含量 \% (w/w)} = \frac{V \times \left(\frac{M}{4}\right) \times 0.014298 \times A}{W} \times 100$$

V = 消耗之硫代硫酸鈉溶液體積 (mL)

M = 硫代硫酸鈉溶液莫耳濃度 (M)

A = 分液係數 (500 mL 次氯酸鈣溶液取 25 mL 滴定，
500/25=20)

W = 精稱原樣品之重量 (g)

(三) 兩次滴定分析計算之測值，其相對差異百分比應在 10% 以內，以平均值出具報告。

九、品質管制

每個樣品均執行重複滴定分析，其相對差異百分比應在 10% 以內。

十、精密度與準確度

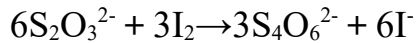
略

十一、參考資料

Standard Test Methods of Sampling and Chemical Analysis of Chlorine-Containing Bleaches, ASTM D2022-89 2016.

註 1：測試碘化鉀是否含碘酸鹽，可稱取 2.0 g 碘化鉀加入 5 mL 1.0 M 鹽酸溶液，此時不應有黃色出現，再加入 1 mL 澱粉指示劑，不會有藍色產生，此為不含碘酸鹽等級之碘化鉀。

註 2： $\text{IO}_3^- + 5\text{I}^- + 6\text{H}^+ \rightarrow 3\text{I}_2 + 3\text{H}_2\text{O}$

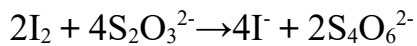


1 莫耳碘酸鉀消耗六莫耳硫代硫酸鈉

硫代硫酸鈉（含 5 結晶水）分子量為 248.18

碘酸鉀分子量為 214

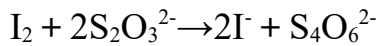
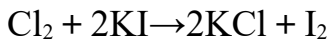
註 3： $\text{Ca}(\text{OCl})_2 + 4\text{CH}_3\text{COOH} + 4\text{KI} \rightarrow \text{CaCl}_2 + 4\text{CH}_3\text{COOK} + 2\text{I}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$



1 莫耳次氯酸鈣消耗 4 莫耳硫代硫酸鈉

次氯酸鈣分子量為 142.98

有效氯表示次氯酸鈣之氧化能力，以下列反應式代表：



1 莫耳氯分子 (Cl_2) 消耗 1 莫耳 I_2

1 莫耳氯原子消耗 1 莫耳硫代硫酸鈉

氯原子量為 35.46