

環境用藥次氯酸鈉檢測方法—滴定法草案

NIEA D437.20C

一、方法概要

次氯酸鈉 (Sodium hypochlorite) 溶液，經配製至適當濃度（約 0.1 M）及體積（約 40 mL 左右）後，次氯酸鈉與過量碘化鉀(KI) 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，求得有效氯重量百分比，次氯酸鈉含量以有效氯重量百分比（以 Cl 計，%）表示，亦可換算成次氯酸鈉含量。

二、適用範圍

本方法適用於環境用藥次氯酸鈉溶液之有效氯及次氯酸鈉含量測定。

三、干擾

略

四、設備與材料

- (一) 定量瓶 250 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) 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

分鐘後靜置隔夜；加入 0.2 g 水楊酸 (Salicylic acid) 保存之，使用時取其上層澄清液。亦可使用市售粉末指示劑。

- (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) (先在 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，或依適當比例配製使用體積。本溶液至少每 1 個月須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。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) 取 25 mL 樣品 (稱其重量並記錄為 W (g)，精確至 0.01 g)，加入 250 mL 定量瓶內 (此體積係以市售標示之 6% 有效氯為例，如為其他濃度，可等比例增減體積)，再以試劑水定容至刻度。
- (二) 在裝有 50 mL 試劑水之三角瓶中，加入 2 g 至 3 g 碘化鉀，待溶解後，再加入 10 mL 冰醋酸，最後使用移液管吸取上述稀釋樣品 10 mL 於三角瓶中，加入時應使移液管尖端在液面下。
- (三) 以標定過之硫代硫酸鈉溶液滴定至淡黃色，加入 1 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耗體積為 V (mL)。

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）。

(一) 有效氯含量計算公式：

$$\text{有效氯以 Cl 計\% (w/w)} = \frac{V \times M \times 0.03546 \times 25}{W} \times 100$$

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)

W = 取 25 mL 樣品原液之重量 (g)

(二) 次氯酸鈉含量計算公式：

$$\text{次氯酸鈉含量 \% (w/w)} = \frac{V \times \left(\frac{M}{2}\right) \times 0.07444 \times 25}{W} \times 100$$

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)

W = 取 25 mL 樣品原液之重量 (g)

九、品質管制

重複樣品分析：每樣品均執行重複樣品分析，其相對差異百分比應在 5% 以內。

十、精密度與準確度

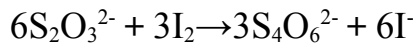
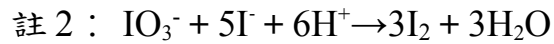
略

十一、參考資料

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

(二) <https://www.oxy.com/OurBusinesses/Chemicals/Products/Documents/sodiumhypochlorite/bleach.pdf>.

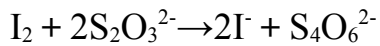
註 1：測試碘化鉀是否含碘酸鹽，可稱取 2.0 g 碘化鉀加入 5 mL 1.0 M 鹽酸溶液，此時不應有黃色出現，再加入 1 mL 澱粉指示劑，不會有藍色產生，此為不含碘酸鹽等級之碘化鉀。



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 g

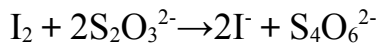
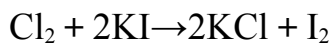
碘酸鉀分子量為 214 g



1 莫耳次氯酸鈉消耗 2 莫耳硫代硫酸鈉

次氯酸鈉分子量為 74.44 g

有效氯 (Available chlorine) 表示次氯酸鈉的氧化能力，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 g