

行政院環境保護署公告

中華民國 108 年 10 月 2 日  
環署授檢字第 1080006229 號

主 旨：預告訂定「環境用藥過氧化氫檢測方法－滴定法（NIEA D436.20B）」草案。

依 據：行政程序法第 154 條第 1 項。

公告事項：

- 一、訂定機關：行政院環境保護署。
- 二、訂定依據：環境用藥管理法第 57 條。
- 三、草案如附件。本案另詳載於本署環境檢驗所網站（<https://www.epa.gov.tw/niea/C79C6CF22A0FE69D>）「草案預告」網頁及公共政策網路參與平台之眾開講（<https://join.gov.tw/policies/>）。
- 四、對於本草案內容有任何意見或修正建議者，請於本預告刊登公報之次日起 60 日內陳述意見或洽詢：
  - (一) 承辦單位：行政院環境保護署環境檢驗所
  - (二) 地址：桃園市中壢區民族路 3 段 260 號
  - (三) 電話：(03)4915818 分機 2117
  - (四) 傳真號碼：(03)4910419
  - (五) 電子郵件：tjlin@epa.gov.tw

署 長 張子敬

## 環境用藥過氧化氫檢測方法－滴定法（NIEA D436.20B）草案總說明

為執行環境用藥過氧化氫之檢測，參考中華民國國家標準(CNS 1748 K7249)及歐洲化學工業委員會方法(CEFIC PEROXYGENS H2O2 AM-7157- Hydrogen Peroxide for industrial use Determination of hydrogen peroxide content Titrimetric method)，並經驗證，爰依環境用藥管理法第五十七條，整併現行檢測相關規定，擬具「環境衛生用藥過氧化氫檢測方法－滴定法（NIEA D436.20B）」草案，其要點如下：

過氧化氫(Hydrogen peroxide)溶液於酸性中以高錳酸鉀(KMnO<sub>4</sub>)溶液滴定，高錳酸根與過氧化氫進行氧化還原反應，當達到滴定終點，滴定量即可求得過氧化氫重量百分比(%，w/w)。

## 環境用藥過氧化氫檢測方法－滴定法（NIEA D436.20B）草案

公告	說明
主旨：公告「環境用藥過氧化氫檢測方法－滴定法（NIEA D436.20B）」，並自中華民國一百零九年五月十五日生效。	方法名稱及生效日期。
依據：環境用藥管理法第五十七條。	法源依據。
公告事項：方法內容詳如附件。	方法內容。

## 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 ( $\text{KMnO}_4$ ) 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  $105^\circ\text{C}$  至  $110^\circ\text{C}$  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  $90^\circ\text{C}$  至  $95^\circ\text{C}$ ，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。

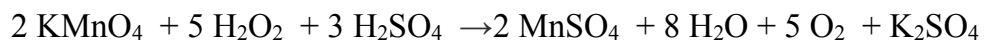
(三) 中華民國國家標準 CNS 1748 K7249，1994。

(四) CEFIC PEROXYGENS H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 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. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>\_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			