

中華民國國家標準

CNS

工業廢水中餘氯檢驗法

總號 8031

類號 K9071

Method of Test for Residual Chlorine in Waste Water

1. 適用範圍：本標準適用於工業（包括事業場所）所排放廢水中餘氯檢驗法。
2. 概要：本標準餘氯之檢驗採用滴定法與比色法，選擇下列適當方法，使干擾減至最低。
 - 2.1 通氣——碘滴定法：水樣有着色、混濁及沉澱時，或氧化性物質及有機物含量較多時，採用本法。
 - 2.2 鄰托利汀——亞砷酸法：水樣中鐵、錳及亞硝酸離子等干擾物及存有少量有機氮化合物時，採用本法。
 - 2.3 反應板法（比色法）：本法為採樣現場施行之簡便迅速定量方法，但難獲精密之測定值。
3. 採樣與儲存：
 - 3.1 採樣避免過量之攪動及光線照射，以免減少餘氯量（因會加速分解）。
 - 3.2 立即分析儘量避免儲存樣品。
4. 通氣——碘滴定法：試樣中，若存有在蒸餾狀況下可與氯反應之有機物，測定值會變小。施行預試驗時，在氣體吸收瓶內，宜加入稍過量之硫代硫酸鈉溶液。
 - 4.1 試藥：
 - (a) 硫酸 (1+15)。
 - (b) N/10 硫代硫酸鈉溶液：取硫代硫酸鈉（5水鹽）約 26g 及無水碳酸鈉 0.2g，以不含碳酸之水溶解後，製成 1 升溶液，加入異戊醇約 10ml，充份搖盪後放置 2 日。
標定：以吸管吸取 25ml 之標定用 N/10 碘酸鉀溶液，注入有栓三角燒瓶，加 2g 碘化鉀及 5ml 硫酸 (1+5)，立即加栓並緩慢搖動，放置於暗處 5 分鐘後加水 100 ml。以 N/10 硫代硫酸鈉溶液滴定之，待黃色變淡時，加 3 ml 澱粉液為指示劑，繼續滴定至藍色消失為止。
以相同步驟進行空白試驗，校正過之 ml 數 (x)，計算硫代硫酸鈉溶液之濃度係數 (f)
$$f = \frac{25}{x}$$
 - (c) N/10 碘酸鉀溶液（標定用）：取試藥級碘酸鉀於 120~140°C 烘乾 2 小時，在硫酸除濕器內放冷後，以 KIO₃ 100% 計準確稱取 0.8917 克，溶於水注入 250 ml 量瓶，加水至標線。
 - (d) N/200 硫代硫酸鈉溶液：取 N/10 硫代硫酸鈉溶液 50 ml，注入 1 升量瓶內，加入不含碳酸之煮沸水至標線，此溶液應在使用前 12~15 小時配製。
 - (e) 碘化鉀。
 - (f) 碘溶液 (3N/100)：於 1 升量瓶內，加入碘化鉀 12 克，溶於水中，加入碘 4 克溶解後，加水至標線。此溶液應於使用時配製。
 - (g) 澱粉溶液指示劑：取澱粉 5 g，加冷水拌勻後，以煮沸過之冷水稀釋到 1 l。
 - (h) 醋酸鹽緩衝液：在 1 升量瓶中，置入醋酸鈉（三水鹽）240 克，加水 400 ml，溶解後，加醋酸 460 ml，並以水稀釋至標線 (pH 3.5)。

(共 4 頁)

公 布 日 期
70 年 10 月 23 日

經 濟 部 標 準 檢 驗 局 印 行

修 訂 日 期
年 月 日

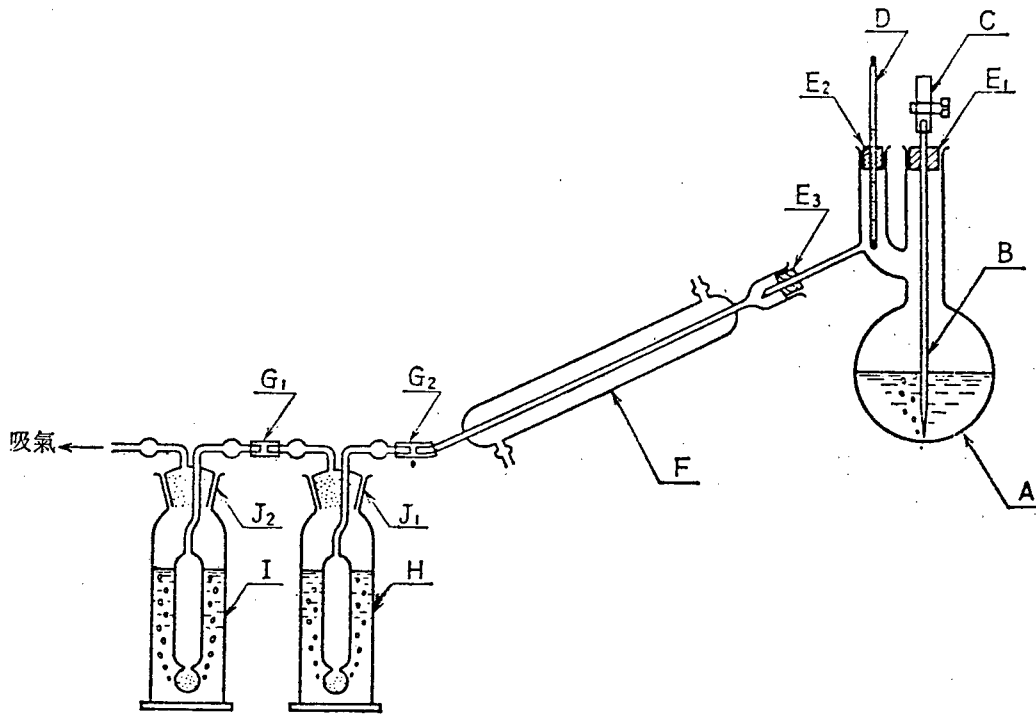
印行日期94年10月

本標準非經本局同意不得翻印

甲4 (210×297)

4.2 儀器：如圖 1 餘氯檢驗裝置

圖 1



- A：克氏燒瓶 200 ml
 B：毛細管 (內徑約 1 mm)
 C：附螺旋夾之橡膠管
 D：溫度計
 E₁~E₃：橡膠塞
 F：冷凝管 (長 200~300mm)
 G₁, G₂：橡膠管
 H, I：氣體吸收瓶 (內徑 50 mm，至瓶肩之高度 150 mm)
 J₁, J₂：磨合瓶

4.3 操作程序：取水樣 50ml (含餘氯 3~3 mg) 注入 A 內，加硫酸 (1+15) 調整 pH 值至 0.9~1.0，加水至約 80 ml，準確的加入 20 ml N/200 硫代硫酸鈉溶液於 H，5 ml N/200 硫代硫酸鈉溶液於 I，然後分別加水 50ml，醋酸鹽緩衝液 4 ml 及碘化鉀 0.1 g，搖動混合後，繼將 A 放入預先加溫至 40°C 之水浴中，施予通氣 40 分鐘，在此期間調整 C 及吸氣泵，使通氣緩慢進行，並維持 D 部溫度於 20~23°C 之範圍。

通氣後，立即將 H 及 I 內溶液倒入 300 ml 三角瓶內，同時以水洗 H、I 及 F 之內部，合併洗液倒入 300 ml 三角瓶內。然後準確加入 5 ml 3N/100 碘溶液，攪動混勻。一面攪拌，一面以 N/200 硫代硫酸鈉溶液滴定過剩之碘，當液色變為淡黃色時，加入 3 ml 澱粉溶液指示劑，繼續滴定至藍色消失為終點。

空白試驗：精取 25 ml N/200 硫代硫酸鈉溶液，置入 300 ml 三角瓶內，加醋酸鹽緩衝液 8 ml、碘化鉀 0.2 g，及水約 120 ml，搖動混勻。繼精確加入碘溶液 (3N/100) 5 ml，充份混合後，以 N/200 硫代硫酸鈉溶液滴定，依下式計算餘氯 ppm 數：

$$C = (a - b) \times f \times \frac{1000}{V} \times 0.177$$

式內， C：餘氯含量 (ppm)

a：滴定所耗用 N/200 硫代硫酸鈉溶液體積 (ml)

b：空白試驗所耗用 N/200 硫代硫酸鈉溶液體積 (ml)

f：N/200 硫代硫酸鈉溶液之濃度係數

V：水樣體積 (ml)

5. 鄰托利汀亞砷酸法：

5.1 試驗：

(a) 亞砷酸鈉溶液 (0.5 w/v %)：取亞砷酸鈉 (NaAsO₂) 5 g 溶於水，加水稀釋至 1 升。