

## Methods of Test for Chloride Ion in Waste Water

- 適用範圍：本標準規定工業（包括事業場所）所排放之廢水中氯離子之檢驗法。
- 概要：本標準採用硝酸汞滴定法測定廢水中氯離子含量。將水樣之 pH 值調至 3.1，加入硝酸汞標準液，產生難以解離之氯化汞，而多餘之汞離子與混合指示劑二苯基苾巴脲 (diphenyl carbazone) 反應呈紫色，即為終點。  
定量範圍 ( $\text{Cl}^-$ ) 0.2~5 mg，反復操作之標準偏差百分數為 10~2%。  
本法試驗結果，除氯離子外，亦包含碘及溴離子在內。水樣中若存在亞硫酸離子、聯胺、脛胺等還原性物質會干擾實驗，加入過氧化氫氧化即可消除干擾，鉻酸根離子及鐵離子 ( $\text{Fe}^{+3}$ ) 在 10 ppm 以下將不受干擾。

## 3. 試藥：

- 混合指示劑：分別稱準二苯基苾巴脲 (diphenyl carbazone) 0.50 g，溴酚藍 (bromephenol blue) 0.05 g，及氰氫基二甲苯 (xylene cyanol FF) 0.12 g，溶於 95% 乙醇 100 ml，貯存於褐色瓶內。
- 硝酸 (1+65)。
- 氯離子標準液 (1 mg  $\text{Cl}^-/\text{ml}$ )：取試藥級氯化鈉，於 500°~600°C，加熱 40~50 分鐘，在硫酸除濕器中放冷，精稱 100 % NaCl 1.648 克，在 1 升量瓶內，加水稀釋至標線。
- 0.0282N 硝酸汞溶液：取硝酸汞 ( $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) 4.84 克溶於含有硝酸 0.5 ml 之水 20 ml，移至 1 升量瓶，加水至標線：  
標定：精取氯離子標準液 20 ml (1 mg  $\text{Cl}^-/\text{ml}$ )，移入三角燒瓶內，以水稀釋至 100 ml，加混合指示劑 5 滴，以硝酸 (1+65) 滴定至液色由藍變為青綠色 (pH=3.1)，然後以此硝酸汞溶液滴定，液色由青綠變為灰色再變為灰紫，至最後變成明顯之紫色為終點。  
由消耗之硝酸汞溶液 (x) ml 依下式計算 0.0282N 硝酸汞溶液 (1 mg  $\text{Cl}^-/\text{ml}$ ) 之濃度係數 (f)。

$$f = \frac{20}{x}$$

- 操作程序：水樣先以濾紙過濾，棄去最初 50 ml 濾液，然後取 100 ml 濾液（若  $\text{Cl}^-$  含量超過 5 mg 時，酌減取水樣量，以水稀釋成 100 ml 溶液），注入三角燒瓶內。  
水樣內若有亞硫酸離子、聯胺、脛胺等還原性物質存在，則加入過氧化氫 (30%) 數滴。攪動分解後，隨即加混合指示劑 5 滴，先以硝酸 (1+65) 滴定至液色由藍色變成明顯之青綠或黃綠色，繼以 0.0282N 硝酸汞溶液滴定。液色由青綠變灰或灰紫，再變為明顯之紫色為終點。依下式計算氯離子 ppm 數。

$$C = a \times f \times \frac{1000}{v} \times 1$$

式內， C：氯離子濃度 ( $\text{Cl}^-$ ) (ppm)。

a：滴定消耗之硝酸汞溶液體積 (ml)。

f：0.0282N 硝酸汞溶液之濃度係數。

v：水樣體積 (ml)。