



排放管道中氯氣檢測方法－鄰聯甲苯胺法

中華民國94年11月30日環署檢字第0940097070號公告
自公告日起實施
NIEA A410.71A



一、方法概要

氣體試樣中之氯氣經吸收液吸收後，使其與鄰聯甲苯胺反應呈色，於波長 435nm 比色，定量氯氣濃度。

二、適用範圍

本方法適用於排放管道中氯氣之檢驗，其濃度約相當於 0.2 ~ 10ppm (v/v)，採氣量介於 0.5 ~ 2.5L 。

三、干擾

本方法須於氧化性氣體，如溴、碘、臭氧、二氧化氮、二氧化氯和還原性氣體如硫化氫、二氧化硫等之影響可被忽略之情況下使用。

四、設備

- (一) 氣體試樣吸收瓶及採樣裝置：如圖一所示。
- (二) 分光光度計：波長可設定於 435nm 。
- (三) 滴定管。
- (四) 冷卻水槽。
- (五) 天平：可精秤至 0.1 mg 。

五、試劑

- (一) 鄰聯甲苯胺鹽酸溶液：秤取 1g 鄰聯甲苯胺鹽酸鹽〔 3，3-dimethylbenzidinedihydrochloride ， $(C_6H_3NH_2CH_3)_2 \cdot 2HCl$ 〕之粉末溶於 500 mL 之試劑水中，加鹽酸 15 mL ，再以試劑水稀釋至 1L 。此溶液須貯存於棕色瓶中，保存有效期限約 6 個月。
- (二) 吸收液：取五、(一)之鄰聯甲苯胺鹽酸溶液 100 mL ，加試劑水稀釋至 1 L 。
- (三) 澱粉指示液：秤取 0.4g 可溶性澱粉，加入少量試劑水調成均勻糊狀，將此糊狀物小心的倒入 200 mL 沸水中，繼續煮沸至澄清，冷卻後置於有蓋之玻璃瓶。
- (四) 0.05N 硫代硫酸鈉溶液：秤取 13g 硫代硫酸鈉五水合物及 0.2g 無水碳酸鈉溶於試劑水中，並稀釋至 1L ，放置一天後再行標定。

標定：將碘酸鉀在 120 ~ 140°C 乾燥 2 小時，置於乾燥器中放冷後，秤取 0.3567g ，以試劑水溶解，移至 200 mL 之量瓶，加試劑水稀釋至標線。取其 20 mL 移至附栓錐形瓶(300 mL)，加 2 g 碘化鉀及 5 mL 硫酸(1 + 5)，立即加栓緩慢搖動混合，於黑暗處放

置 5 分鐘後，加試劑水 100 mL，以此硫代硫酸鈉溶液滴定所游離之碘。溶液之黃色變淡後，加澱粉溶液 1 mL 作為指示劑，繼續滴定至碘澱粉之藍色消失為止。另以同一條件進行空白試驗，修正此硫代硫酸鈉溶液消耗量，然後依下式算出其對 0.05N 之濃度係數。

$$f = a \times \frac{b}{100} \times \frac{20}{200} \times \frac{1}{X \times 0.001783}$$

式中 f：0.05N 硫代硫酸鈉溶液之濃度係數

a：碘酸鉀秤取量(g)

b：碘酸鉀純度(%)

X：0.05N 硫代硫酸鈉溶液滴定消耗量(mL)

0.001783：0.05N 硫代硫酸鈉溶液 1 mL 之碘酸鉀相當量(g)

- (五) 氯儲備溶液(1 mg Cl₂/mL)：取 10/n mL 次氯酸鈉溶液置於 100 mL 量瓶中(n：有效氯含量)以試劑水稀釋至標線。有效氯含量 n 之標定法如下所述：取 vmL (通常是 10 mL) 的次氯酸鈉溶液，置於 200 mL 之定量瓶，加試劑水稀釋至標線，再取 10 mL 的上述溶液至 300 mL 的有栓錐形瓶中，加試劑水使之接近 100 mL，加 1 ~ 2g 碘化鉀和 6 mL 醋酸(1 + 1)，立刻加蓋振搖充分混合後，於黑暗處靜置 5 分鐘，再以 0.05N 硫代硫酸鈉溶液滴定，當溶液顏色褪為極淡的黃色時，加 2 mL 澱粉指示劑，並繼續滴定至澱粉的藍色消失。另外，取 vmL 試劑水做空白試驗，並依相同方法測出滴定值。

$$n = a \times f \times \frac{200}{10} \times \frac{1}{v} \times 0.001773 \times 100$$

n：有效氯含量(%)

a：滴定所耗用 0.05N 硫代硫酸鈉溶液之體積(mL)

f：0.05N 硫代硫酸鈉溶液之濃度係數

v：次氯酸鈉溶液之體積(mL)

0.001773：與 0.05N 硫代硫酸鈉溶液相當之氯的重量(g)

- (六) 氯標準溶液(0.01 mg Cl₂/mL)：精取氯儲備溶液 10 mL 置於 1000 mL 量瓶，以試劑水稀釋至標線。

六、採樣與保存

(一) 採集試樣氣體

1. 連結氣體採集裝置，如圖一所示。採樣管須插入煙道橫截面 1/3 至 1/2 位置，如煙道直徑 2m 以上時，須插入至少 1m。
2. 採樣管及導管宜使用不受排氣中之氯及共存成分侵蝕之材料，如玻璃管、不銹鋼管、石英管、鐵氟龍管等。
3. 為防止排氣中之粒狀物混入，須於採樣管之適當位置裝配過濾材料(如玻璃棉)。
4. 若有水分可能凝縮於配管內，採樣管至吸收瓶間之管路均須加熱至 120°C 以上。
5. 加熱部分之配管連結，須使用磨砂玻璃接頭或矽質橡膠管。
6. 取 50mL 的吸收液於吸收瓶中。
7. 將三通活栓轉至旁路，並調整抽氣流率為 100 ~ 200mL/min。
8. 採樣開始前進行測漏後才準備開始採氣。
9. 手握三通活栓，眼觀流量計，於打開活栓的同時讀取流量計之數值，並記錄之。
10. 記錄大氣壓力、氣體溫度及流量計錶壓。
11. 採氣量視排氣中含氯濃度適當增減。

12.採樣結束後關掉三通活栓，並同時讀取流量計之數值，記錄之。

13.採樣完後 10 分鐘內將樣品從吸收瓶倒入 100mL 的量瓶中，並用吸收液將吸收瓶內壁稍做清洗，並將此吸收液倒入上述量瓶中，最後以吸收液定容至 100mL，此即為分析用檢液。

(二) 保存本方法為現場採樣，應立即分析。

七、步驟

(一) 檢量線之製作

當吸收液冷卻至 5 ~ 10°C 時，逐一取不同體積的氯標準溶液於 100 mL 的量瓶，並加吸收液至 100 mL。取此溶液以波長 435 nm 測吸光度，並以吸收液當對照溶液。

(二) 分析操作步驟

取分析用檢液適當體積置於 100 mL 分析用量瓶，以吸收液定容至 100 mL，10 分鐘內以波長 435 nm 測其吸光度，並以吸收液為對照溶液。最後由檢量線求出氯含量。

八、結果處理

依下式可計算出標準狀況時(0°C，760 mmHg)試樣氣體中氯之濃度。

$$C = \frac{A \times 100 / V}{X \times \frac{P_a + P_m - P_v}{760} \times \frac{273}{273 + t}} \times 1000$$

$$C' = C \times \frac{22.4}{70.9}$$

C：氯之濃度(mg/Nm³)

C'：氯之濃度(ppm)

A：由檢量線求得之氯含量(mg)

V：檢液分取量(mL)

X：氣體採樣量(L)

P_a：大氣壓(mmHg)

P_m：氣體流量計所顯示之錶壓(mmHg)

P_v：氣體溫度 t°C 時之飽和水蒸氣壓(mmHg)

t：氣體流量計所顯示氣體之溫度(°C)

九、品質管制

(一) 本方法採樣時之抽氣流率必須控制在 100 ~ 200 mL/min 之間，同時吸收瓶保溫在 5 ~ 10°C 之間。

(二) 本方法之黃色呈色物之色度隨呈色時間延長而衰減，因此必須在 10 分鐘內測定其吸光度，因此檢量線標準溶液與樣品必須現場測定吸光度。

(三) 檢量線：檢量線之相關係數應大於或等於 0.995。

(四) 空白分析：每 10 個或每一批次之樣品至少執行一個樣品空白分析，空白分析值應小於方法偵測極限之二倍。

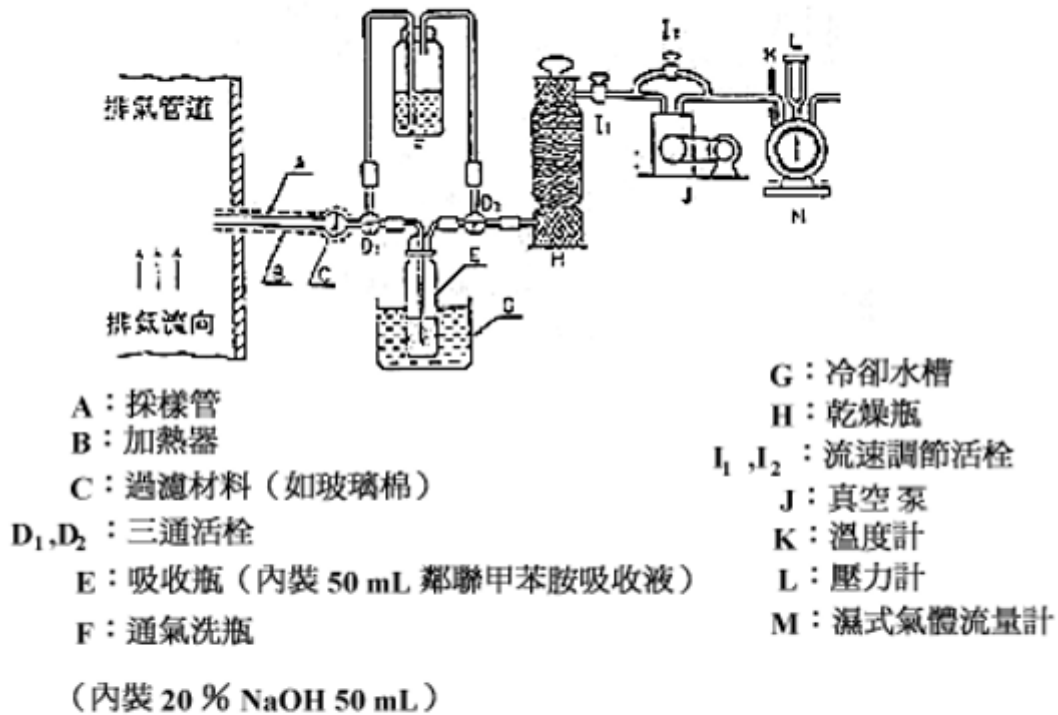
(五) 查核樣品分析：每 10 個或每一批次之樣品至少執行一個查核樣品分析，並求其回收率。回收率應涵括於 85 ~ 115% 範圍內。

十、精密度及準確度

某單一實驗室以本方法進行精密度與準確度之測定，對於 13.1ppm 標準氣體之測定值標準偏差為 0.6ppm。

十一、參考資料

- (一) 日本規格協會,1982,JISK0106,排氣中氯之分析方法。
- (二) 工業技術研究院化學工業研究所,1993,固定污染源空氣污染物標準檢驗方法之研究及建議(一),EPA-81-E3S 1-09-01。
- (三) 1992,中華民國國家標準 CNS 7054K9062,排氣中氯之檢驗法。



圖一 煙道排氣中氯氣之採樣裝置