

水中氯鹽檢測方法－硝酸銀滴定法

中華民國91年9月23日環署檢字第0910065071號公告

自中華民國91年12月23日起實施

NIEA W407.51C

一、方法概要

在中性溶液中，以硝酸銀溶液滴定水中的氯離子，形成氯化銀沈澱，在滴定終點時，多餘的硝酸銀與指示劑鉻酸鉀生成紅色的鉻酸銀沈澱。

二、適用範圍

本方法適用於飲用水水質、飲用水水源水質、地下水體及地面水體（除海水外）中氯鹽之檢驗，滴定用水樣氯離子含量為 0.15 ~ 10 mg。

三、干擾

- （一）溴離子、碘離子、氰離子亦與硝酸銀起相同的反應，形成干擾。
- （二）硫化物、硫代硫酸根、亞硫酸根等形成干擾，可以過氧化氫去除之。
- （三）磷酸根濃度大於 25 mg/L 或鐵離子濃度大於 10 mg/L，形成干擾。
- （四）水樣色度深時會影響滴定終點的判讀。

四、設備及材料

滴定管，50 mL。

五、試劑

- （一）試劑水：一般蒸餾水
- （二）酚酞指示液：溶解 0.5 g 酚酞（phenolphthalein）於 50 mL 95 % 乙醇（ C_2H_5OH ），加入 50 mL 蒸餾水。
- （三）硫酸溶液，0.5 M。

(四) 氫氧化鈉溶液，1 M。

(五) 鉻酸鉀指示劑：溶解 5.0 g 鉻酸鉀 (K_2CrO_4) 於少量蒸餾水，加入硝酸銀溶液直至生成紅色之沉澱；靜置 12 小時，過濾，然後以蒸餾水稀釋至 100 mL。

(六) 氯化鈉標準溶液，0.0141 M (0.0141 N)：在 1000 mL 量瓶內，溶解 0.8240 g 氯化鈉 ($NaCl$ ，140°C 乾燥隔夜) 於蒸餾水，稀釋至刻度；1.00 mL = 500 $\mu g Cl^-$ 。

(七) 硝酸銀滴定溶液，0.0141 M (0.0141 N)：在 1000 mL 量瓶內，溶解 2.395 g 硝酸銀 ($AgNO_3$) 於蒸餾水，稀釋至刻度；依步驟七以氯化鈉標準溶液標定之，貯存於棕色玻璃瓶。

(八) 去干擾之特殊試劑

氫氧化鋁懸浮液：溶解 125 g 硫酸鉀鋁 ($AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$) 或硫酸鋁銨 ($AlNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$) 於 1 L 蒸餾水，加熱至 60°C，緩慢加入 55 mL 濃氫氧化銨 (NH_4OH) 並攪拌之，靜置 1 小時後，逐次加入蒸餾水，充分攪拌，濾去上層澄清液直至濾液中不含氯離子；新配製之懸浮液體積約 1 L。

(九) 過氧化氫 (H_2O_2)，30%。

六、採樣與保存

(一) 採樣：使用清潔並經試劑水清洗過之塑膠瓶或玻璃瓶。在取樣前，採樣瓶可用擬採集之水樣洗滌二至三次。

(二) 保存：樣品保存期限為 28 天。

七、步驟

(一) 取 100 mL 水樣或適量水樣稀釋至 100 mL (水樣之氯離子含量為 0.15 ~ 10 mg)。

酞 (二) 如水樣顏色很深，加入 3 mL 氫氧化鋁懸浮液，混合後靜置，過濾之。如硫化物、亞硫酸根、硫代硫酸根存在時，加入 1 mL 過氧化氫溶液，攪拌 1 分鐘。

(三) 以硫酸或氫氧化鈉溶液、酚指示劑，調整水樣之 pH 至 7 ~ 10。

(四) 加入 1.0 mL 鉻酸鉀指示劑，以硝酸銀滴定溶液滴定至帶桃紅色之黃色終點。

(五) 同時以 100 mL 蒸餾水作空白試驗。

八、結果處理

氯離子濃度 ($\text{mg Cl}^- / \text{L}$) = $(A - B) \times N \times 35450 / \text{水樣體積}$
(mL)

A：水樣消耗之硝酸銀滴定溶液體積 (mL) 。

B：空白消耗之硝酸銀滴定溶液體積 (mL) 。

N：硝酸銀滴定溶液之當量濃度。

九、品質管制

(一) 空白分析：每十個或每批樣品 (當該批樣品小於十個時) 執行一次空白分析，空白分析值應小於方法偵測極限之兩倍。

(二) 重覆分析：每十個或每批樣品執行一次重覆分析，其差異百分比應在 15% 以內。

(三) 查核樣品分析：每十個或每批樣品執行一次查核樣品分析，其回收率應在 80 - 120% 範圍內。

(四) 添加標準品分析：每十個或每批樣品執行一次添加標準品分析，其回收率應在 80 - 120% 範圍內。

十、精密度及準確度

在四十一個實驗室中，對含 $241 \text{ mg Cl}^- / \text{L}$ 之合成樣品 ($108 \text{ mg Ca} / \text{L}$, $82 \text{ mg Mg} / \text{L}$; $3.1 \text{ mg K} / \text{L}$, $19.9 \text{ mg Na} / \text{L}$, $1.1 \text{ mg NO}_3 - \text{N} / \text{L}$, $0.25 \text{ mg NO}_2 - \text{N} / \text{L}$, $259 \text{ mg SO}_4^{2-} / \text{L}$, 總鹼度 $42.5 \text{ mg} / \text{L}$) 以此方法分析之相對標準偏差為 4.2% , 相對誤差為 1.7 % 。

十一、參考資料

(一) American Public Health Association, American Water Works Association & Water Pollution Control Federation. Standard methods for the examination of water and wastewater, 20th ed., Method 4500 - Cl^- , pp.4 - 67 ~ 4 - 68 , APHA, Washington, DC., USA, 1998.

註 1：本檢測方法產生之廢液，依一般重金屬廢液處理原則處理。