

测定污染源氯气甲基橙分光光度法的改进

王 玫

(福建省环境监测中心站,福建 福州 350003)

中图分类号:O657.32 文献标识码:C 文章编号:1006-2009(2002)06-0033-01

甲基橙分光光度法测定氯气是氯的特殊反应。现就甲基橙分光光度法测定污染源氯气时出现的问题进行讨论,并提出改进方法。

应注意,由于该反应是褪色反应,因此,测定吸光值时应该从 6 号管开始,由高浓度氯到低浓度氯逐一测定,这样便能减少测定误差,提高精密度。

1 吸收液的配制

根据《空气和废气监测分析方法》甲基橙分光光度法测定污染源氯气,用作采样吸收液的甲基橙贮备液需用 8.46×10^{-4} mol/L 溴酸钾标准溶液标定。在标定过程中,发现终点很难控制,不同的操作者滴定结果相差很大,即使同一操作者标定的重现性也不好。究其原因,该方法要求滴定将近终点时,每加入 1 滴溴酸钾标准溶液必须振摇 5 min,但在操作中,振摇的时间不好掌握,并且每个人振摇的频率和强度也不太一样,加之该滴定的终点又不易观察,致使滴定结果相差很大。后在实验中发现,如果不用目视比色,改用分光光度法测定,只要标准色列和采样用的吸收液是同一批配制,误差就会很小。因此,在该方法中只要准确称量甲基橙 0.1000 g,在配制吸收液时就可直接量取 50 mL 甲基橙贮备液倒入 250 mL 容量瓶中,再加入 1.0 g 溴化钾,用水稀释至标线即可,而不必根据标定甲基橙贮备液所用的溴酸钾标准溶液的量来配制吸收液。

3 样品测定

按方法规定,采样时间为 5 min ~ 10 min,在实际采样时发现,应观察吸收液颜色的变化以控制采样时间,使甲基橙褪色强度恰好在测定范围内,即当发现吸收液颜色明显褪色时,立即停止采样。采样后应分别将两支吸收管的溶液用水稀释至 10 mL 标线,摇匀,按标准管同样方法作比色测定。

$$(Cl_2) = \frac{W_1 + W_2}{V_{nd}} \quad \text{mg/m}^3$$

式中: W_1 、 W_2 ——分别为第 1、2 吸收管中氯的测定结果, μg ;

V_{nd} ——标准状态下干废气的采样体积, L。

对污染源氯气采样时还会遇到下面的情况:

(1) 当吸收液急剧褪色时,由于采样没有及时停止,第 1 管会很快变为无色,而第 2 管尚有红色未褪尽,这时采样后可将两管经洗涤后样品混合,用水稀至 20 mL 摇匀,作比色测定。

$$(Cl_2) = \frac{W}{V_{nd}} \times 2 \quad \text{mg/m}^3$$

式中: W ——混合样品中氯的比色测定结果, μg 。

(2) 在污染源氯气净化装置的进口采样时,氯气浓度较高,有时只需几十秒甚至更短的时间就会使两支吸收管的吸收液颜色全都褪尽,这时可将两支吸收管改为内装吸收液 10.0 mL 和 3 mol/L 硫酸溶液 2.0 mL 进行采样。采样后两管分别用水稀释至 20 mL,摇匀,作比色测定。

$$(Cl_2) = \frac{W_1 + W_2}{V_{nd}} \times 2 \quad \text{mg/m}^3$$

收稿日期:2002-05-30;修订日期:2002-11-15

作者简介:王玫(1969—),女,福建福州人,高级工程师,学士,主要从事环境监测分析工作,曾发表论文 6 篇。

2 标准曲线绘制

当绘制标准曲线时,用分光光度法进行测定,就不必按《空气和废气监测分析方法》中配制 11 支标准管,只需按表 1 配制标准色列即可。

表 1 溴酸钾标准色列

| 管号 | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---------------------------|------|------|------|------|------|------|------|
| 0.846 mmol/L 溴酸钾标准溶液 V/mL | 0 | 0.20 | 0.30 | 0.50 | 0.60 | 0.70 | 0.80 |
| 水 V/mL | 4.00 | 3.80 | 3.70 | 3.50 | 3.40 | 3.30 | 3.20 |
| 相当于氯含量 m/ μg | 0 | 6 | 9 | 15 | 18 | 21 | 24 |