

氯气的甲基橙（分光法）应用方案

方法原理

空气中氯气用大型气泡吸收管采集，在酸性溶液中，氯置换出溴化钾中的溴，溴破坏甲基橙分子结构使褪色；根据褪色程度，于 515nm 波长处测量吸光度，定量测定。

仪器及试剂

美析 UV1300 紫外分光光度计。

大型气泡吸收管。

空气采样器，流量 0~ 1L/min。

具塞比色管，10ml。

实验用水为无氯蒸馏水。

吸收液：称取 0.1000g 甲基橙，溶于约 100ml 40~ 50℃ 水中，冷却后加入 20ml 95%(V/V)乙醇，

用水定量转移入 1000ml 容量瓶中，并稀释至刻度。1ml 此溶液约相当于 24μg 氯。

标定方法：

量取 5.0ml 此溶液于 100ml 锥形瓶中，加入 0.1g 溴化钾，20ml 水和 5ml 硫酸溶液(2.57mol/L)；

用 5ml 微量滴定管逐滴加入氯标准溶液；在滴定至接近终点时，每加 1 滴必须振摇 5min，待颜色完全褪去后才能再加，滴加至甲基橙红色褪去为止。根据标准溶液用量计算 1ml 此溶液相当于氯的含量。

然后，取相当于 1.25mg 氯的此溶液(约 50ml)，于 500ml 容量瓶中，

加入 1g 溴化钾，加水至

刻度。1ml 此溶液相当于 2.5ug 氯。再取 400ml 此溶液与 100ml 硫酸溶液(2.57mol/L)混合，为吸收液。

标准溶液:准确称取 0.3925g 溴酸钾(于 105℃ 干燥 2h)，溶于水并定量转移入 500ml 容量瓶

中，稀释至刻度。此溶液 1ml 相当于 1.0mg 氯标准贮备液。临用前，用水稀释成 1ml 相当于 10.0ug 氯标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

样品的采集、运输和保存

现场采样按照 GBZ 159 执行。

在采样点，将一只装有 5.0ml 吸收液的大型气泡吸收管，以 500ml/min 流量采集 10min 空气样品。

采样后，封闭吸收管的进出气口，置清洁容器内运输和保存。样品应在 48h 内测定。

分析步骤

对照试验：将装有 5.0ml 吸收液的大型气泡吸收管带至采样点，除不连接空气采样器采集空气样品外，其余操作同样品，作为样品的空白对照。

样品处理：用采过样的吸收液洗涤进气管内壁 3 次。将吸收液倒入具塞比色管中，用 1.0ml 吸收液洗涤吸收管，洗涤液倒入具塞比色管中，摇匀。若样品液中待测物的浓度超过测定范围，可用吸收液稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

标准曲线的绘制：取 6 只具塞比色管，分别加入 0.00、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80ml 氯标准溶液，各加水至 1.00ml，配成 0.0、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0ug 氯标准系列。各标准管加入 5.0ml 吸收液，摇匀；放置 20min，于 515nm 波长下测量吸光度；每个浓度重复测定 3 次，以吸光度均值对相应的氯含量（ug）绘制标准曲线。

样品测定：用测定标准系列的操作条件测定样品和空白对照溶液。样品吸光度值减去样品空白对照吸光度值后，由标准曲线得氯含量（ug）。

计算

按式（1）将采样体积换算成标准采样体积：

$$V_0 = V \times \frac{293}{273 + t} \times \frac{P}{101.3} \quad \dots\dots (1)$$

式中：V₀ — 标准采样体积，L；

V — 采样体积，L；

t — 采样点的气温，℃；

P — 采样点的大气压，kPa。

8.2.2 按式（2）计算空气中氯的浓度：

$$C = \frac{m}{V_0} \quad \dots\dots (2)$$

式中：C - 空气中氯的浓度，mg/m³；

m - 测得样品溶液中氯的含量，ug；

V_0 - 标准采样体积, L。

注意事项

本法的检出限为 0.2ug/ml ;最低检出浓度为 0.2mg/m³ (以采集 5L 空气样品)。测定范围为 0.2 ~ 8ug/ml 相对标准偏差为 0.7% ~ 2.8%。

本法采样效率为 98.5% ~ 100%。采样时, 若吸收液颜色迅速褪去, 则应立即结束采样。

标准系列和样品使用的吸收液应是同一次配制的。

氯化氢和氯化物对测定无干扰。

氯气的标准曲线

体积 (ml)	0.00	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8
浓 度 (ug/mL)	0.00	1.0	2.0	4.0	6.0	8.0
荧光值	0.900	0.817	0.715	0.502	0.280	0.067
曲线	Y=0.1055X+0.9162 r=0.9996					

氯气的检出限的测定

[illegible]

氯气的精密度的测定

对有证标准物质（高、中、低）进行 7 次平行测定，检测结果见下表

标准样品		测定值		
标准值		1.00 (mg/L)	6.00 (mg/L)	2.00 (mg/L)
测定结果	1	1.09	5.98	1.94
	2	1.09	5.98	1.94
	3	1.09	5.98	1.94
	4	1.09	5.98	1.94
	5	1.09	5.98	1.94
	6	1.10	5.99	1.94
	7	1.10	5.99	1.94
平均值 (mg/L)		1.09	5.98	1.94
标准偏差 S		0.005	0.005	0
相对标准偏差 RSD (%)		0.1	0.1	0

关于美析

美析主营光谱类仪器：可见分光光度计、紫外可见分光光度计、原子吸收光谱仪、原子荧光光度计、ICP-AES、ICP-MS，生命科学仪器：超微量分光光度计、全自动核酸提取仪，目前，我们的产品已广泛应用于有机化学、无机化学、生物化学、医药、环保、冶金、石油、农

业等领域。同时美析利用在产品机械结构、光学设计、电气应用和软件开发方面积累的丰富经验，结合市场的最新实际需求，近期将陆续推出一批全新的分析类仪器。