



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 547—2009

固定污染源废气 氯气的测定 碘量法 (暂行)

Stationary source emission -Determination of chlorine-
Iodometric method

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2009-12-30发布

2010-04-01实施

环 境 保 护 部 发 布

目 次

前 言.....	II
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 干扰.....	1
5 试剂和材料.....	1
6 仪器和设备.....	3
7 样品.....	3
8 分析步骤.....	3
9 结果计算.....	4

前 言

为贯彻实施《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国大气污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范固定污染源废气中氯气的监测方法，制定本标准。

本标准规定了测定固定污染源废气中氯气的碘量法。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准起草单位：北京市环境保护监测中心。

本标准环境保护部 2009 年 12 月 30 日批准。

本标准自 2010 年 4 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

固定污染源废气 氯气的测定 碘量法（暂行）

警告：在现场采样时，如氯气浓度较高，操作人员应在上风向并带好防毒口罩操作，严防氯气中毒。

1 适用范围

本标准规定了测定固定污染源废气中氯气的碘量法。

本标准适用于固定污染源废气中氯气的测定。

本方法检出限为 0.03μg；采样体积为 10L 时，检出限为 12 mg/m³。

2 规范性引用文件

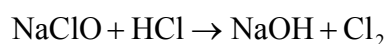
本标准内容引用了下列文件中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

GB/T 16157 固定污染源排气中颗粒物测定和气态污染物采样方法

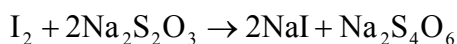
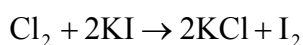
HJ/T 373 固定污染源监测 质量保证与质量控制技术规范（试行）

3 方法原理

氯气被氢氧化钠溶液吸收，生成次氯酸钠，用盐酸酸化，释放出游离氯。反应式如下：



游离氯再氧化碘化物生成碘，用硫代硫酸钠标准溶液滴定，计算出氯的量。



4 干扰

废气中含氯化氢时，测定不受干扰；含有氧化性及还原性气体时有干扰。

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂；实验用水，GB/T 6682，三级。

5.1 盐酸：ρ（HCl）=1.19g/ml，优级纯。

5.2 碘化钾晶体 (KI)：优级纯。

5.3 碘酸钾 (KIO₃)：优级纯。

5.4 盐酸溶液：2+1。

用盐酸 (5.1) 配制。

5.5 盐酸溶液： $c(\text{HCl}) = 1.2\text{mol/L}$ 。

量取 100ml 浓盐酸 (5.1)，用水稀释至 1000ml。

5.6 氢氧化钠吸收液： $\omega(\text{NaOH}) = 0.4\%$ 。

称取 4.0g 氢氧化钠，溶解于水，稀释至 1000ml。

5.7 碘酸钾标准溶液： $c(1/6\text{KIO}_3) = 0.1000\text{mol/L}$ 。

称取 3.567g 在 105-110℃ 烘干 2h 并冷却的碘酸钾 (5.3)，溶于水，移入 1000 ml 容量瓶，稀释至标线，摇匀，贮于棕色具塞玻璃瓶内。

5.8 硫代硫酸钠标准溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.1\text{mol/L}$ 。

称取 25g 硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)，溶于新煮沸并已冷却的水中，加 0.20g 无水碳酸钠，稀释至 1000ml，贮存于棕色玻璃瓶中保存。若溶液呈现浑浊时，应加以过滤。(0~4)℃ 可保存 6 个月，临用标定。

标定方法：吸取 10.00ml 碘酸钾标准溶液 (5.7)，置于 250ml 碘量瓶中，加入 85ml 新煮沸并已冷却的水，加 1.0g 碘化钾 (5.2)，振荡至完全溶解后，再加入 10.0ml 盐酸溶液 (5.5)，立即盖好瓶塞，混匀。在暗处置放 5min 后，用硫代硫酸钠溶液 (5.8) 滴定至淡黄色，加 5ml 淀粉指示剂 (5.10)，继续滴定至蓝色刚好褪去，记录消耗硫代硫酸钠溶液的体积 (V)。按下式计算硫代硫酸钠溶液的浓度：

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{0.01 \times 10.00}{V}$$

式中：

$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ —硫代硫酸钠溶液的浓度，mol/L；

V —标定碘酸钾所用硫代硫酸钠溶液的体积，ml。

5.9 硫代硫酸钠标准使用液

吸取 50.00ml 标定过的硫代硫酸钠溶液 (5.8)，置于 500ml 容量瓶中，用新煮沸并已冷却的水稀释至标线，摇匀，临用现配。

5.10 淀粉指示剂： $\omega = 0.20\%$ 。

称取 0.20g 可溶性淀粉，加少量水调成糊状，慢慢倒入 100ml 沸水中，继续煮沸至溶液澄清，冷却后贮于细口瓶中，临用现配。

6 仪器和设备

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准 A 级玻璃仪器。

6.1 烟气采样器：（0~1）L/min。

6.2 采样管：玻璃或聚四氟乙烯材质。

注：氯气在有水蒸气存在时，生成盐酸和次氯酸，具有很强的腐蚀性，因此采样管应采用玻璃或聚四氟乙烯材质制作。

6.3 多孔玻板吸收瓶：125ml。

6.4 棕色酸式滴定管：25 或 50ml。

6.5 碘量瓶：250ml。

7 样品

7.1 样品采集

采样点位布设及采样方法按 GB/T 16157《固定污染源排气中颗粒物测定和气体污染物采样方法》执行。采样时，串联两个多孔玻璃板吸收瓶，瓶中各装（30~40）ml 氢氧化钠吸收液（5.6），以（0.5~1）L/min 流量采样，采样（10~30）min。

7.2 样品保存

样品采集应尽快分析，若不能当天测定，应将样品密封后置于冰箱，（0~4）℃保存，5 天内测定。

8 分析步骤

8.1 试样制备

采样后，将两管样品溶液全部转移到 100ml 的容量瓶中，用吸收液（5.6）洗涤吸收管及吸收瓶，合并转移到此容量瓶中，加吸收液至标线，混匀。

8.2 试样测定

吸取 25.00ml 试样（8.1）于碘量瓶中，加入等体积水，加入 2.0g 碘化钾（5.2），待溶解后，加 10.0ml 盐酸溶液（5.4），塞紧、混匀，于暗处放置 5min。用硫代硫酸钠标准溶液（5.9）滴定至淡黄色，加入 5ml 淀粉溶液（5.10），继续滴定至蓝色刚好消失为止，记录消耗量（V）。

8.3 空白试样测定

另取 25.00ml 吸收液，加等体积水，同时进行空白滴定，记录消耗量（ V_0 ）。

9 结果计算

氯气含量按下式计算

$$\rho(\text{Cl}_2) = \frac{(V - V_0) \times c \times 35.5}{V_{\text{nd}}} \times \frac{V_t}{V_a} \times 1000$$

式中： $\rho(\text{Cl}_2)$ ——氯气含量， mg/m^3 ；

V ——滴定试样溶液所消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积， ml ；

V_0 ——滴定空白试样溶液所消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积， ml ；

c ——硫代硫酸钠标准使用液浓度， mol/L ；

35.5——氯（ $1/2\text{Cl}_2$ ）的摩尔质量， g/mol ；

V_t ——试样溶液总体积， ml ；

V_a ——滴定时所取样试样溶液体积， ml ；

V_{nd} ——换算成标准状态下（ 0°C ， 101.325kPa ）干排气的采气体积， L 。
