

文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-05-00	頁次/總 頁數	5-1/12
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氯鹽檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

水中氯鹽檢測方法標準作業程序

文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-05-00	頁次/總頁數	5-2/12
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氯鹽檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

目 錄

標題	頁碼
1.依據及適用範圍	5-3
2.干擾	5-3
3.設備及器材	5-3
4.樣品採樣與保存	5-5
5.檢測步驟	5-5
6.資料及數據處理	5-7
7.品質管制	5-8
8.參考文獻	5-9
附件一氯鹽檢測方法流程	5-10
附件二工作日誌	5-11

文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-05-00	頁次/總頁數	5-3/12
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氯鹽檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

1. 依據及適用範圍

本標準操作程序依據中華民國九十一年九月二十三日環署檢字第 0910065071 號公告水中氯鹽檢測方法-硝酸銀滴定法 NIEA W407.51C 而訂定，建立檢驗室檢測氯鹽之作業標準。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。

2. 干擾

- 2.1 溴離子、碘離子、氰離子亦與硝酸銀起相同的反應，形成干擾。
- 2.2 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。
- 2.3 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。
- 2.4 水樣色度深時會影響滴定終點的判讀。

3. 設備及器材

- 3.1 棕色玻璃滴定裝置：50/0.1 mL。
- 3.2 天平：使用可精秤至 0.1 mg 及可精秤至 0.01 g。
- 3.3 磁石攪拌器與攪拌石。
- 3.4 加熱板
- 3.5 烘箱
- 3.6 量瓶：各種不同體積者(100 mL、500 mL、1000 mL)。
- 3.7 球形移液管：各種不同體積者(1 mL、5 mL、10 mL、20 mL、25 mL、50 mL)。
- 3.8 刻度吸管：各種不同體積者。
- 3.9 三角瓶：250 mL。
- 3.10 量筒：50 mL、100 mL 校正。
- 3.11 棕色滴瓶
- 3.12 濾紙
- 3.13 pH 試紙

文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-05-00	頁次/總頁數	5-4/12
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氯鹽檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

3.14 試劑水：純水 16 MΩ 以上。

3.15 酚酞指示液：用 50mL 量筒取 50mL 95% 乙醇(C₂H₅OH)於 250 mL 燒杯中，再以天平稱取 0.5 g 酚酞(phenolphthalein)於燒杯中溶解後，繼續用 50 mL 量筒取 50 mL 試劑水加入燒杯中混和均勻，以棕色滴瓶貯存。（保存期限六個月）

3.16 硫酸溶液，0.5 M：用 100 mL 燒杯加入 80 mL 試劑水，再以 5 mL 刻度吸管取 2.8 mL 濃硫酸緩慢加入燒杯中，稀釋至刻度 100 mL 定量瓶，混合均勻貯存於 PE 瓶中。（保存期限六個月）

3.17 氫氧化鈉溶液，1 M：用天平稱取 4 g NaOH 於 250 mL 燒杯中加入試劑水溶解待冷卻，稀釋至刻度 100 mL 定量瓶，混合均勻貯存於 PE 瓶中。（保存期限六個月）

3.18 鉻酸鉀指示劑：用天平稱取 12.5 g 鉻酸鉀(K₂Cr₂O₇)於 250 mL 燒杯中加入 80 mL 試劑水溶解後，加入硝酸銀溶液直至生成紅色之沉澱用封口膜封口；靜置 12 小時，用濾紙過濾，然後以試劑水稀釋至刻度 250 mL 定量瓶，混合均勻貯存於玻璃瓶中。（保存期限六個月）

3.19 氯化鈉標準溶液，0.0141 M(0.0141N)：用天平稱取大約 1.6 g NaCl 放入烘箱以 140°C 乾燥隔夜後，置入乾燥器冷卻約 1 小時後取出，用天平稱取 0.8240 g 氯化鈉倒入 1000 mL 定量瓶中加試劑水溶解後，稀釋至刻度 1000 mL，混合均勻貯存於 PE 瓶或玻璃瓶中；1.00 mL = 500 μg Cl。（保存期限三個月）

3.20 硝酸銀滴定溶液，0.0141M(0.0141N)：用天平稱取 2.395 g 硝酸銀(AgNO₃)倒入 1000 mL 量瓶內加試劑水溶解後，稀釋至刻度 1000 mL；依步驟 4.1 以氯化鈉標準溶液標定之，貯存於棕色玻璃瓶。（保存期限三個月）

3.21 干擾之特殊試劑氫氧化鋁懸浮液：用天平稱取 31.25 g 硫酸鉀鋁(AlK(SO₄)₂·12H₂O)或硫酸鋁銨(AlNH₄(SO₄)₂·12H₂O)於 500 mL 燒杯中加入 250 mL 試劑水，放置加熱板上加熱，用溫度計測至 60°C 時，用刻度吸管取 13.8 mL 濃氫氧化銨(NH₄OH)緩慢加入並攪拌之，靜置 1 小時後，逐次加入試劑水，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 250 mL，貯存於 PE 瓶或玻璃瓶中。（保存期限六個月）

3.22 過氧化氫(H₂O₂)，30%。（保存期限依原廠日期）



文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-05-00	頁次/總頁數	5-5/12
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氯鹽檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

3.23 氯化鈉查核標準液：購賣市售其濃為 1000 mg Cl⁻/L 之標準溶液。（保存期限依原廠日期）

3.24 氯化鈉添加儲備標準液，1.14M (1.14N)：用天平稱取大約 10 g NaCl 放入烘箱以 140°C 乾燥隔夜後，至入乾燥器冷卻約 1 小時後取出，用天平稱取 8.240 g 氯化鈉倒入 100 mL 定量瓶中加試劑水溶解後，稀釋至刻度 100 mL，混合均勻貯存於 PE 瓶中；1.00 mL = 50000 µg Cl⁻。（保存期限六個月）

3.25 氯化鈉添加標準液 1000 mg/L 配製：用移液管取氯化鈉添加儲備標準液 2 mL 於定量瓶，加試劑水稀釋至 100 mL，混合均勻貯存於 PE 瓶中。（保存期限六個月）

3.26 氯化鈉添加標準液 5000 mg/L 配製：用移液管取氯化鈉添加儲備標準液 10 mL 於定量瓶，加試劑水稀釋至 100 mL，混合均勻貯存於 PE 瓶中。（保存期限六個月）

3.27 氯化鈉添加標準液 25000 mg/L 配製：用移液管取氯化鈉添加儲備標準液 50 mL 於定量瓶，加試劑水稀釋至 100 mL，混合均勻貯存於 PE 瓶中。（保存期限六個月）

4. 樣品採樣與保存

4.1 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。

4.2 保存：樣品保存期限為 28 天。

5. 檢測步驟：流程參見附件一

5.1 硝酸銀滴定溶液之標定：

5.1.1 用移液管取 10 mL 氯化鈉標準液於 250 mL 三角瓶中，用 100 mL 量筒取 90 mL 試劑水加入 250 mL 三角瓶內，加入 1 mL 鉻酸鉀指示劑，放入磁石，三角瓶放在磁石攪拌器上攪拌以硝酸銀滴定溶液滴定至帶桃紅色之黃色終點，記錄硝酸銀滴定溶液消耗體積 (V₂) mL，重複上述步驟一次。

5.1.2 用 100 mL 定量瓶取 100 mL 試劑水，倒入 250 mL 三角瓶加入 1 mL 鉻酸

文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-05-00	頁次/總頁數	5-6/12
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氯鹽檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

鉀指示劑放入磁石，三角瓶放在磁石攪拌器上攪拌以硝酸銀滴定溶液滴定至帶桃紅色之黃色終點，記錄硝酸銀滴定溶液消耗體積為(B)mL，重複上述步驟一次取平均值。為空白試驗。

5.1.3 硝酸銀滴定溶液當量濃度取二次平均值計算公式：

$$N1 \times V1 = N2 \times (V2 - B) ; N2 = \frac{N1 \times V1}{(V2 - B)}$$

N1:氯化鈉之當量濃度

V1:氯化鈉之體積 (mL)

N2:硝酸銀滴定溶液之當量濃度

V2:硝酸銀滴定溶液消耗之體積 (mL)

B:空白消耗之硝酸銀體積 (mL)

5.2 樣品分析步驟：

5.2.1 取水樣時用 100 mL 定量瓶取 100 mL 水樣倒入 250 mL 三角瓶，用 25 mL 量筒取試劑水 10 mL 清洗定量瓶倒入 250 mL 三角瓶中（重複一次），若水樣之氯離子含量超過其範圍 0.15~10 mg(硝酸銀滴定體積 0.3~20 mL)，用適當移液管取水樣於 250 mL 三角瓶，依其移液管所取的水樣用 100 mL 量筒取適量試劑水加入 250 mL 三角瓶中，(或水樣 > 10000 mg/L 應在定量瓶中稀釋至適當範圍進行水樣分析)。

5.2.2 如水樣顏色很深，用刻度吸管加入 3 mL 氫氧化鋁懸浮液，混合後靜置，用濾紙過濾。如水樣含硫化物、亞硫酸根、硫代硫酸根存在時，用刻度吸管加入 1 mL 過氧化氫溶液，用磁石攪拌器攪拌 1 分鐘。

5.2.3 由 pH 試紙確認水樣 pH 是否在 7~10 範圍，若水樣 pH 不在 7~10 範圍，以硫酸或氫氧化鈉溶液、酚酞指示劑，調整水樣之 pH 至 7~10。

5.2.4 水樣依上述步驟確認可分析時加入 1.0 mL 鉻酸鉀指示劑，水樣之三角瓶放在磁石攪拌器上攪拌以硝酸銀滴定溶液滴定至帶桃紅色之黃色終點，記錄硝酸銀滴定溶液消耗體積 (mL)。

5.3 樣品品管配製分析：

文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-05-00	頁次/總頁數	5-7/12
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氯鹽檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

5.3.1 樣品空白配製分析：用 100 mL 量瓶取 100 mL 試劑水，依照樣品分析步驟分析執行檢測。

5.3.2 樣品查核配製分析：若預知樣品濃度範圍(有過去分析數據時)，查核樣品之濃度與待測物樣品之濃度相當，查核樣品濃度判定確認完，用氯化鈉查核標準液配製所需適當濃度，依照樣品分析步驟分析執行檢測。

範例：假設以每批次執行重複分析的樣品濃度為 30.4 mg/L，須配製相當查核濃度為 30 mg/L，取 1000 mg/L 氯化鈉查核標準液用移液管取 3 mL 於 100 mL 量瓶加試劑水至 100 mL，依照樣品分析步驟分析執行檢測。

5.3.3 樣品重複配製分析：將重複的樣品依照樣品分析步驟執行檢測。

5.3.4 樣品添加標準品配製分析：滴定液以不超過 20 mL 為原則，依比例添加，使添加量為樣品之 1~5 倍。

樣品濃度(mg/L Cl ⁻)	添加方式	滴定取用添加樣品(mL)
ND~10 mg/L Cl ⁻	取 1000 mg/L Cl ⁻ 添加標準液 1 mL 置於 100 mL 定量瓶，以樣品稀釋至 100 mL。	100
10~50 mg/L Cl ⁻	取 5000 mg/L Cl ⁻ 添加標準液 1 mL 置於 100 mL 定量瓶，以樣品稀釋至 100 mL。	50
50~250 mg/L Cl ⁻	取 25000 mg/L Cl ⁻ 添加標準液 1 mL 置於 100 mL 定量瓶，以樣品稀釋至 100 mL。	20
250 mg/L Cl ⁻ 以上	依比例添加使添加量為樣品量 1~5 倍	

6. 資料及數據處理

6.1 填寫工作日誌：包括檢測日期、工作內容摘要、樣品編號、檢測項目、檢測方法與相關標準作業程序、使用試劑、檢測相關品管措施、檢測數據、計算過程、檢測結果、其他事項如樣品外觀、異常之檢測過程。參見附件二

6.2 填寫記錄表：水中氯鹽檢測記錄表(TS-05-01)

6.3 樣品計算

文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-05-00	頁次/總頁數	5-8/12
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氯鹽檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

$$\text{氯離子濃度 (mgCl}^{-}\text{/L)} = \frac{(A-B) \times N \times 35450}{\text{水樣體積(100mL)}} \times X$$

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。

X：稀釋倍數

6.4 品管計算

$$6.4.1 \text{ 重覆分析差異百分比R\%} = \frac{|\text{分析值} - \text{重覆值}|}{\frac{1}{2}(\text{分析值} + \text{重覆值})} \times 100\%$$

$$6.4.2 \text{ 查核分析回收率 r\%} = \frac{\text{測定濃度}}{\text{已知配製標準液濃度}} \times 100\%$$

$$6.4.3 \text{ 添加分析回收率 P\%} = \frac{\text{添加後濃度(mg/L)} - \text{樣品濃度(mg/L)}}{\text{添加標準品濃度 mg/L}} \times 100\%$$

6.5 報告位數：最小表示位數至小數點以下一位，最多有效位數三位；採用四捨六入，五後面為 0 或沒有數據時成雙，五後面有 0 以外之數據時進一位。如：

氯鹽值 mg/L		報告值 mg/L
1092	→	1090
106.6	→	107
43.65	→	43.6
12.15	→	12.2

7.品質管制：

7.1 空白分析：每十個或每批次樣品(當該批樣品小於十個時)應作樣品空白分析，分析過程中需與樣品同時執行，空白分析值應低於方法偵測極限之兩倍。

文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-05-00	頁次/總頁數	5-9/12
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氯鹽檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

7.2 重覆分析：每十個或每批樣品執行一次重覆分析，樣品濃度 < 3.3 倍 MDL 時避免作重複樣品分析，但需作重複添加；重複樣品須與樣品分析同樣條件進行，其差異百分比應在管制範圍以內(15%)。

7.3 查核樣品分析：每十個或每批樣品執行一次查核樣品分析，查核樣品須與樣品分析同時進行，查核回收率 % 應落在實驗室自訂之管制範圍內(80~120%)。

7.4 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，添加樣品須與樣品分析同條件進行，添加回收率 % 應落在實驗室自訂之管制範圍內(80~120%)。

7.5 方法偵測極限：每年至少作一次。

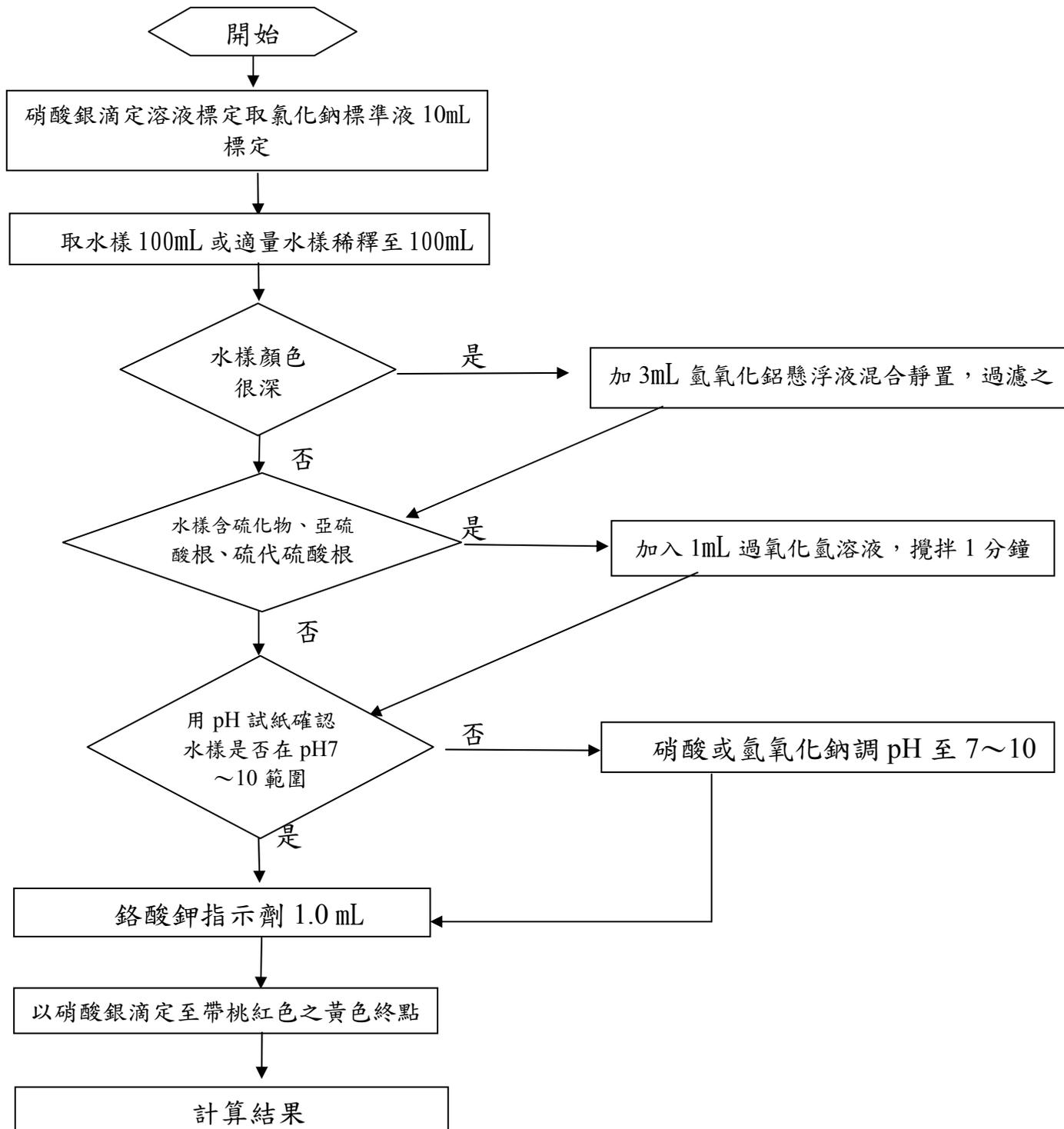
8. 參考文獻

8.1 行政院環境保護署，水中氯鹽檢測方法 NIEA W407.51C 檢測方法，2002。

8.2 行政院環境保護署，[環境檢驗品管分析執行指引\(NIEA-PA104\)](#)，2004。

文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-05-00	頁次/總頁數	5-10/12
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氯鹽檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

附件一、氯鹽檢測方法流程



文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-05-00	頁次/總頁數	5-11/12
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氯鹽檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

附件二、工作日誌

氯鹽檢測

一、分析方法：NIEA W407.51C

二、設備與試劑：

- 1 設備詳見水中氯鹽檢測標準作業程序 S-05-00
- 2 試劑水：純水 16MΩ 以上。
- 3 酚酞指示液：試
- 4 硫酸溶液，0.5M：試
- 5 氫氧化鈉溶液，1M：試
- 6 鉻酸鉀指示劑：試
- 7 氯化鈉標準溶液，0.0141M：標
- 8 硝酸銀滴定溶液，0.0141M：試
- 9 氯化鈉查核標準溶液 1000 mg/L：
- 10 氫氧化鋁懸浮液：試
- 11 過氧化氫(H₂O₂)，30%：
- 12 氯化鈉添加儲備標準液 50000 mg/L：標
- 13 氯化鈉添加標準液_____ mg/L：標

三、品管樣品配製：

- 1.空白樣品分析：取試劑水_____ mL。
- 2.查核樣品分析：取氯化鈉查核標準溶液_____ mg/L_____ mL，以試劑水稀釋定量到 100 mL，其濃度=_____ mg/L。
- 3.查核樣品分析：取氯化鈉查核標準溶液_____ mg/L_____ mL，以試劑水稀釋定量到 100 mL，其濃度=_____ mg/L。
- 4.添加樣品分析：取_____ mL+氯化鈉標準溶液_____ mg/L_____ mL，以試劑水稀釋定量到_____ mL，其添加濃度=_____ mg/L。
- 5.添加樣品分析：取_____ mL+氯化鈉標準溶液_____ mg/L_____ mL，以試劑水稀釋定量到_____ mL，其添加濃度=_____ mg/L。

四、分析步驟：詳見水中氯鹽檢測標準作業程序 S-05-00

五、分析數據

文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-05-00	頁次/總頁數	5-12/12
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氯鹽檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審核核准單位	 行政院農業委員會		

氯化鈉標準溶液		空白滴定量		硝酸銀標定溶液		標定溶液平均當量濃度(N)
N_1 當量濃度(N)	V_1 體積(mL)	B 體積(mL)	B 平均體積(mL)	N_2 當量濃度(N)	V_2 體積(mL)	

樣品編號	pH=(約)	水樣量(mL)		最初滴定體積 V_0 (mL)	最終滴定體積 V_L (mL)	樣品外觀
		原取量	最終體積			