

生活饮用水中游离性余氯测定条件优化研究

杨正富

提要: 系统研究了反应时间、水温、显色剂的用量及 pH 对游离性余氯测定的影响, 优化选择最佳操作条件: 控制水样 pH < 8, 水温 25℃, 显色剂用量 2.5mL, 加入显色剂后立即比色, 测定游离性余氯。在此条件下, 测定三种生活饮用水游离性余氯, 回收率在 96.7%~99.8%, 测定结果与《生活饮用水标准检验法》37.3 滴定法颇为一致。

关键词: 游离性余氯 测定 优化

游离性余氯是生活饮用水中一项很重要的细菌学指标, 是各水厂常规检测项目之一, 检测频率高。《生活饮用水标准检验法》(GB5750-85)规定了三种测定方法, 其中 37.1 邻联甲苯胺比色法简单、快速、便于现场检测; 37.2 和 37.3 法测定步骤繁琐, 操作时间长。但 37.1 法不能满足低温水游离性余氯测定要求, 37.1 法测量步骤中规定, 水样的温度最好为 15~20℃, 如低于此温度, 应将水放入温水浴中, 使温度提高到 15~20℃, 立即比色, 则得游离性余氯。但多次试验发现, 同一水样在不同的温度下, 测得的游离性余氯各不相同。游离性余氯受反应时间、水温、显色剂用量、酸碱度影响较大, 通过对这些影响因素进行试验研究, 优化选择了比色法测定游离性余氯的最佳条件。将本法用于三种水样游离性余氯的测定, 回收率在 96.7%~99.8%之间, 分析结果与 37.3 滴定法颇为一致, 与国标相比, 本法具有稳定性好, 灵敏度和准确性高, 操作简便、快速等优点。

1 试验部分

1.1 主要试验仪器及试剂

pH ST-4 酸度计。

邻联甲苯胺溶液 称取 1.35g 二盐酸邻联甲苯胺, 溶于 500mL 纯水中, 在不停搅拌下, 将此溶液加至 150mL 浓盐酸与 350mL 纯水混合液中, 盛于棕色瓶内。

游离性余氯标准溶液 将次氯酸钠稀释 100 倍, 在 250 mL 碘量瓶中, 加入 1g 碘化钾, 再加 75 mL 纯水, 摇动碘量瓶, 使碘化钾溶解, 然后加入 2 mL 的冰乙酸, 取 25.0 mL 的次氯酸稀释液, 注入碘量瓶中混匀, 于暗处静置 5 min, 用 0.100 0M 硫代硫酸钠标准溶液进行滴定, 计算出游离性余氯浓度, 使用时逐级稀释至所需的浓度。

1.2 试验过程

通过对各种影响因素试验, 选择合适的测定条件, 在最佳测试条件下, 测量水样并进行回收率测定。

2 试验结果与讨论

2.1 显色反应速度的影响

取 3 支同型号的 50 mL 的比色管, 分别加入 50 mL 生活饮用水, 在不同的室温下, 变化显色反应时间, 对水样中余氯进行试验, 结果见表 1。

表 1 时间对测定结果的影响

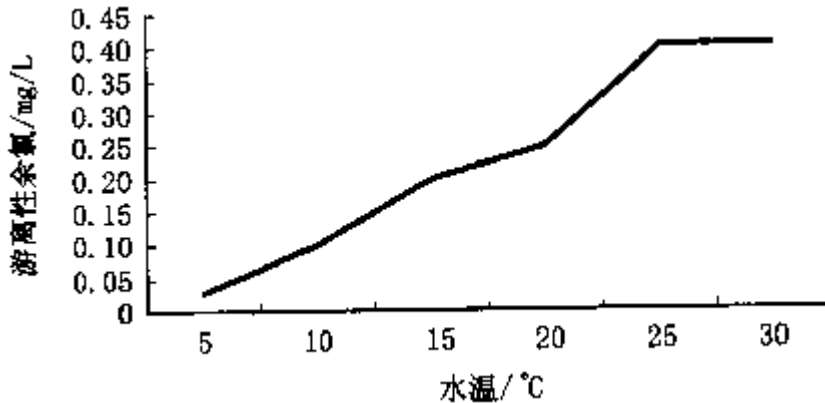
反应时间 (min)	游离性余氯 (10℃) (mg/L)	游离性余氯 (20℃) (mg/L)	游离性余氯 (25℃) (mg/L)
0	0.05	0.20	0.40
0.5	0.10	0.40	0.80
1.0	0.20	0.70	0.90
1.5	0.30	0.90	1.0
2.0	0.40	1.0	1.0

由表 1 可见，不同的反应时间测定的结果不同。水温低时，余氯与邻联甲苯胺反应缓慢，放置时间延长，化合性余氯也与邻联甲苯胺反应，因此，应使低温水样升高到某一温度，显色后立即测定，使测得的结果为游离性余氯。

2.2 水温的影响

取 6 支 50mL 的比色管分别加入 0.4mg/L 的游离性余氯标准液 50mL，放入温水浴中，其中 1 支比色管插入带有温度计的橡胶塞，观察温度计的读数，当温度计显示某一数值时，取出 1 支比色管，加入 2.5mL 显色剂，混匀后立即比色，试验结果见图 1。从图 1 可以看出，最佳水温应为 25℃。

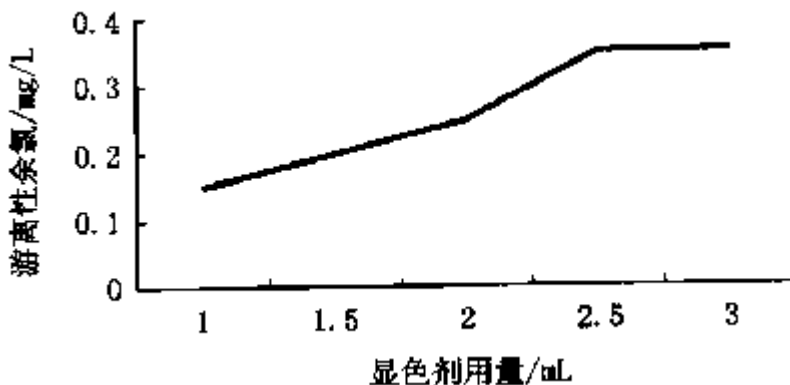
图 1 水温与游离性余氯关系



2.3 显色剂用量的影响

取 5 支 50mL 的比色管，加入 0.35mg/L 游离性余氯标准溶液 50mL，加入不同量的显色剂进行试验，结果见图 2。从图 2 可以看出显色剂的最佳用量应为 2.5mL。

图 2 显色剂用量与游离性余氯关系



2.4 pH 的影响

在 50mL 比色管中，加入 0.50mg/L 游离性余氯标准溶液 50mL，用盐酸或氢氧化钠调节溶液的酸碱度，试验结果见表 2。根据试验结果测定游离性余氯水样的 pH 应小于 8。

表 2 不同酸碱度对测定结果的影响

pH	4	5	6	7	8	9	10
游离性余氯 (mg/L)	0.50	0.50	0.50	0.50	不显色	不显色	不显色

综合上述试验结果，得出了生活饮用水游离性余氯最佳测定方法：取 2 支 50mL 的比色管，分别加入 50mL 水样，其中一只比色管插入温度计，温度计读数为 25℃时，取出另一支比色管，打开比色管盖，加入 2.5mL 显色剂，混匀后立即比色。如果水样 pH 大于 8，应用盐酸调节使 pH 小于 8，再测定。

3 水样测定

取三种不同生活饮用水，放于 50mL 的比色管中，按本法测定游离性余氯。在水样中加入不同量的游离性余氯标准溶液测定回收率，同时用国标 37.3 滴定法进行比较，试验结果见表 3。

水样	国标 37.3 法	本法	本法回收率
1 #	0.06	0.05	96.7
2 #	0.32	0.35	98.4
3 #	0.58	0.60	99.8

4 结论

根据上述试验优化出的测定方法，其灵敏度、准确度及重现性等方面均优于国标，可作为现场检测方法。

参考文献

- 1 国家环境保护局. 监测分析方法. 北京: 中国环境科学出版社, 1989. 349
- 2 美国公共卫生协会, 等编. 水和废水标准检验法(十五版). 宋仁元等译. 北京: 中国建筑工业出版社, 1985