

HZ-HJ-SZ-0149

水质—余氯的测定—碘量法

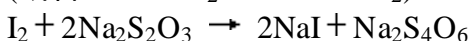
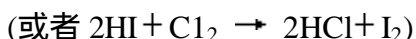
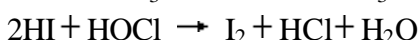
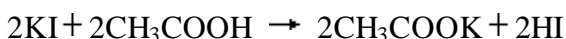
1 范围

本法适用于生活用水的测定。

水中如含有亚硝酸盐(如水中含有游离性余氯则不可能存在,如采用氯胺消毒则可能存在)、高铁和锰,能在酸性溶液中与碘化钾作用,并释出碘,而产生正干扰。由于本法采用乙酸盐缓冲液,酸度为 pH3.5~4.2 时,可减低上述物质的干扰作用。此时,亚硝酸盐和高铁含量高达 5mg/L 也不干扰测定。

2 原理

余氯在酸性溶液内与碘化钾作用,释放出定量的碘,再以硫代硫酸钠标准溶液滴定。



本法测定值为总余氯,包括 HOCl 、 OCl^- 、 NH_2Cl 和 NHCl_2 等。

3 试剂

3.1 碘化钾(要求不含游离碘及碘酸钾)。

3.2 (1+5)硫酸溶液。

3.3 重铬酸钾标准溶液($1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 0.0250\text{mol/L}$):称取 1.2259g 优级纯重铬酸钾,溶于水中,移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至标线。

3.4 0.05mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液:称取约 12.5g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),溶于已煮沸放冷的水中,稀释至 1000mL。加入 0.2g 无水碳酸钠及数粒碘化汞,贮于棕色瓶内,溶液可保存数月。

标定:用无分度吸管吸取 20.00mL 重铬酸钾标准溶液于碘量瓶中,加入 50mL 水和 1g 碘化钾,再加 5mL(1+5)硫酸溶液。静置 5min 后,用待标定的硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色时,加入 1mL 1%淀粉溶液,继续滴定至蓝色消失为止(注意:此时应带淡绿色,因为含有 Cr^{3+}),记录用量。

硫代硫酸钠标准溶液浓度按下式计算:

$$c \times 20.00 / V$$

式中, c ——重铬酸钾标准溶液浓度(mol/L);

20.00——吸收重铬酸钾标准溶液的体积(mL);

V ——待标定硫代硫酸钠标准溶液用量(mL)。

3.5 0.0100mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液:把已标定的 0.05mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液,用煮沸放冷的水稀释 5 倍。

3.6 淀粉溶液, 10g/L。

3.7 乙酸盐缓冲溶液(pH4):称取 146g 无水乙酸钠溶于水中,加入 457mL 乙酸,用水稀释至 1000mL。

4 仪器

碘量瓶: 250~300mL。

5 试样制备

余氯在水中很不稳定,尤其含有有机物或其他还原性无机物时,更易分解而消失。因此,余氯应在采集现场进行测定。

6 操作步骤

6.1 用无分度吸管吸取 100mL 水样(如含量小于 1mg/L 时,可取 200mL 水样于 300mL 碘量瓶内,加入 0.5g 碘化钾和 5mL 乙酸盐缓冲溶液。

6.2 自滴定管加入 0.0100mol/L 硫代硫酸钠标准溶液至变成淡黄色,加入 1 mL 淀粉溶液,继续滴定至蓝色消失,记录用量。

7 结果计算

$$c_{\text{总余氯}}(\text{Cl}_2, \text{mg/L}) = c \cdot V_1 \times 35.46 \times 1000 / V$$

式中: c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度(mol/L);

V_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液用量(mL);

V ——水样体积(2mL);

35.46——总余氯(Cl_2)摩尔质量(g/mol)。

注意事项:

水样加入 5mL 乙酸盐缓冲溶液后, pH 应为 3.5~4.2。如大于此 pH 值,应继续调 pH 至 4。然后再进行测定。

8 参考文献

《水和废水监测分析方法》编委会编, 水和废水监测分析方法 (第三版), pp. 345~346, 中国环境科学出版社, 北京, 1997。