

聚乙烯醇指示剂用于医院污水总余氯的测定

许 炜

(南京浦镇车辆厂卫生防疫站,江苏南京 210031)

摘要: 目的 探讨医院污水总余氯测定新指示剂的使用。方法 参考《铁道法规汇编》提供的方法,应用PVA(聚乙烯醇)作指示剂进行余氯测定。结果 对4组不同浓度的样品用淀粉和PVA作指示剂进行测定,浓度分别为7.39、9.51、5.56、12.47和7.43、9.47、5.54、12.51 mg/L。结论 PVA(聚乙烯醇)作指示剂,精密度和准确度均满足要求,且稳定性优于淀粉指示剂,故可取代。

关键词: 医院污水;余氯测定;指示剂

中图分类号: X832 **文献标识码:** B

根据医院污水总余氯测定现行方法^[1],使用淀粉作指示剂显示终点。淀粉指示剂易得、配制简单,但也存在不稳定、不易长时间保存等缺点。作者根据碘酸钾盐中碘的测定方法^[2],认为PVA作指示剂在稳定性、显色性方面均优于淀粉指示剂,故可取代淀粉。

1 实验部分

1.1 原理

污水中的总余氯在酸性条件下与加入过量的标准硫代硫酸钠反应,余下的硫代硫酸钠用碘标准溶液进行反滴定,碘与硫代硫酸钠反应完全后,少量的碘与PVA指示剂分别生成络合物,显红色,指示终点,而计算出污水中余氯的含量。

1.2 仪器

碘量瓶、移液管、滴定管。

1.3 试剂

1.3.1 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.00564 \text{ mol/L}]$ 硫代硫酸钠标准溶液:

(1)配制约 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.10 \text{ mol/L}]$ 硫代硫酸钠溶液。称取约25 g分析纯硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于煮沸放冷的蒸馏水中,稀释至1 000 ml,加0.4 g NaOH(可保存数月),储存于棕色瓶中,置冰箱保存,2周后标定^[3]。

(2)根据配制的 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.10 \text{ mol/L}]$ 硫代硫酸钠标准溶液,用除去 CO_2 的蒸馏水稀释成 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.00564 \text{ mol/L}]$ 硫代硫酸钠标准溶液。

1.3.2 10 g/L 淀粉指示剂:新配制。

1.3.3 20 g/L PVA指示剂:称取10 g聚乙烯醇(摩尔质量为 1750 ± 50)加水至500 ml,在不断搅拌下加热使其溶解,煮沸10 min(防止溢出)冷却,过滤除去未溶解的残渣,保存于瓶中。

1.3.4 50 g/L 碘化钾:溶解25 g分析纯碘化钾于少量新煮沸冷却的蒸馏水中,再稀释至500 ml,盛于棕色玻璃瓶中,于冰箱冷藏。

1.3.5 醋酸盐缓冲液(pH=4):称取14.6 g无水醋酸钠或24.3 g三水醋酸钠于蒸馏水中,加48 g冰醋酸,用蒸馏水稀释至100 ml。

1.3.6 $[c(1/2\text{I}_2) = 0.0282 \text{ mol/L}]$ 碘标准溶液

(1)先配制 $[c(1/2\text{I}_2) = 0.10 \text{ mol/L}]$ 碘溶液 溶解40 g分析纯的碘化钾于25 ml蒸馏水中,加入13 g分析纯碘片,不断搅拌到溶解,移入1 000 ml容量瓶中,加水至刻度,混匀,待标定^[3]。

(2)根据配制的 $[c(1/2\text{I}_2) = 0.10 \text{ mol/L}]$ 碘标准溶液,用蒸馏水稀释成 $[c(1/2\text{I}_2) = 0.0282 \text{ mol/L}]$ 碘标准溶液。

1.4 操作步骤

1.4.1 污水水样中余氯小于10 mg/L时,取200 ml污水样,余氯高时应按比例减少水样体积。

1.4.2 将200 ml污水样加入500 ml碘量瓶中,加入50 ml $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.00564 \text{ mol/L}]$ 硫代硫酸钠标准溶液,1 ml碘化钾溶液和1 ml醋酸盐缓冲液,使pH保持在3.5~4.2之间,用 $[c(1/2\text{I}_2) = 0.0282 \text{ mol/L}]$ 碘标准溶液滴定,接近

收稿日期:2003-03-03;修订日期:2003-04-01

作者简介:许炜(1966-),女,上海人,毕业于南昌航空工业学院,中国南车集团南京浦镇车辆厂卫生防疫站,主管检验师。

终点前^[1],加入1 ml 淀粉指示剂(或5 ml PVA 指示剂)继续滴定至蓝色(或红色)为终点,混匀后蓝色(红色)不应消失。把最后1滴碘溶液的体积(约0.05 ml),从读数中减去^[1]。碘滴定法测得的余氯为总余氯,按下式计算:

$$\rho(\text{Cl}_2) = (V_1 - 5V_2) \times 200/V_3$$

式中: $\rho(\text{Cl}_2)$ ——总余氯(mg/L);

V_1 ——[$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.005\ 64\ \text{mol/L}$]硫代硫酸钠标准溶液的体积;

V_2 ——[$c(1/2\text{I}_2) = 0.028\ 2\ \text{mol/L}$]碘标准溶液的体积;

V_3 ——污水体积。

2 结果与讨论

2.1 PVA、淀粉2种指示剂测定方法精密度试验:见表1。

2.2 准确度实验:见表2。

表1 2种指示剂的比较 $\rho/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$

批号	测定次数	PAV 指示剂			淀粉指示剂		
		\bar{x}	s	CV/%	\bar{x}	s	CV/%
1	6	7.43	0.2342	3.15	7.39	0.2140	2.90
2	6	9.47	0.1324	1.40	9.51	0.2612	2.75
3	6	5.54	0.1801	3.24	5.56	0.2942	5.30
4	6	12.51	0.2065	1.66	12.47	0.2828	2.26

$P > 0.05$ 两法无显著性差异

表2 加标回收率试验 $\rho/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$

样品批次	本底值	加标量	测得值	回收率/%
1	7.50	5.0	12.38	97.6
2	9.05	10.0	18.95	99.0
3	5.50	15.0	20.66	101

2.3 稳定性实验

(1)淀粉指示剂: I_2 与淀粉形成蓝色吸附络合物,但指示剂需新鲜配制,时间放置过久(一般2周以上),则显色慢,终点不敏锐。

(2)PVA指示剂: I_2 与PVA形成红色络合物,在指示剂放置6个月后,仍变色敏锐,易于观察。

2.4 小结

在200 ml 医院污水中加5 ml 2% PVA 指示剂分析污水中余氯的含量,精密度、准确性符合要求,并且PVA具有显色更明显,易于观察且能长期保存,可取代淀粉指示剂。

参考文献:

- [1] 铁道部.铁道法规汇编[Z].1987.123~127.
- [2] 范金山.测定碘酸钾盐中碘的滴定方法比较[J].中国卫生检验杂志,1997,7(3):180.
- [3] 顾庆超,楼书聪,等.化学用表[M].南京:江苏科学技术出版社,1979.7.155,159.

Application for PVA Indicator (Polyvinyl Alcohol) to Determination of the Total Residual Chlorines of Foul Water in Hospital

XU Wei

(Sanitary and Anti-epidemic Station of Nanjing Puzhen Rolling Stock Works, Nanjing 210031, China)

Abstract: Objective Search after making use of a new indicator to determine the total residual chlorines of foul water in hospital. **Method** According to the method offered from *Railway Regulation Collection*, used PVA indicator (Polyvinyl alcohol) to determine the total residual chlorines. **Result** Used starch and PVA indicator to determine 4 group samples with different consistence respectively. The results were 7.39, 9.51, 5.56, 12.47, and 7.43, 9.47, 5.54, 12.51 mg/L. **Conclusion** Using PVA (Polyvinyl alcohol) as an indicator, the accuracy and precision satisfied the request and its stability was more excellent than using a starch indicator. So PVA could replace starch as one indicator.

Keywords: foul water in hospital; determine the total residual chlorine; indicator