

饮用水中余氯的反相流动注射分析

The Diverse—phase Flow Injection Analysis of Remaining Cl in Drinking Water

王建伟 洪陵成

(河海大学环境科学与工程学院 江苏南京 210098)

[摘要] 建立了一种应用流动注射连续快速监测饮用水中余氯的方法,以可编程逻辑控制器来控制实现自动操作,测定频率达 80 次/h,检出限为 0.1 mg/L,线性范围 0.1~1.6 mg/L,适用于生活饮用水尤其是出厂水的分析。

[关键词] 流动注射 反相 余氯

[中图分类号] O65 **[文献标识码]** A

余氯是生活饮用水中需要监测的重要生物学指标,余氯量的多少直接关系到对饮用水杀菌和抑菌的效果^[1],但由于传统的余氯的检测方法受环境和样品保存时间等因素的影响大,为此有必要建立一种适用现场、连续、快捷的分析方法,获得实时、准确的浓度信息,以实现加氯量和余氯的有效控制。

本方法的原理是^[2]:游离氯在 pH6.2~6.5 条件下与 N,N-二乙基苯二胺(DPD)反应生成红色化合物,该化合物在 $\lambda=510\text{ nm}$ 处有最大的摩尔吸光系数,据此在流动注射系统中以分光光度法进行测定。且由于加氯前饮用水的浊度、色度及可见物等指标均已达标,因而可以作为载流液,将显色剂注入其中以进行反相分析,减少采样误差,节约运行成本。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

蠕动泵,六通阀,光程 2 cm 流通池(皆由南京德林环保仪器公司提供),721 分光光度计(上海第三分析仪器厂),HJ-1 型磁力搅拌器(金坛国华仪器厂),GT-10 可编程逻辑控制器(日本松下公司),微型搅拌池(自制),聚四氟乙烯毛细管(内径 0.8 mm),将以上仪器组成流动注射系统如图 1 所示。

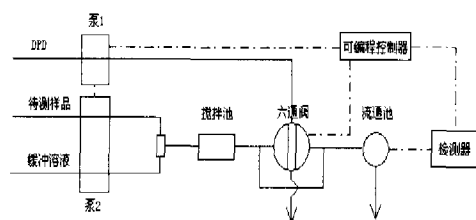


图 1 系统组成示意图

显色剂:称取 2.0 g N,N-二乙基苯二胺硫酸盐(DPD)、0.2 g 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶于少量水中,并加入 2 mL 硫酸(H_2SO_4 , $\rho=1.84\text{ g/mL}$)定容至 1 000 mL。

缓冲溶液:称取 0.1 g EDTA、11 g $\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 、15 g $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 并定容至 1 000 mL。

标准储备液:称取 0.100 6 g KIO_3 溶于 1 000 mL 水中并标定备用。

1.2 实验方法

721 分光光度计的波长设定为 510 nm,用可编程控制器(PLC)显示光电压值,样品和缓冲溶液的流量比为 3:1,经搅拌混合作为载流液,流经管路系统,至基线稳定后注入 DPD 显色剂,以 PLC 纪录光电压值变化,纪录峰高并根据公式计算其吸光度 A ($A = \text{Log} I_0 / I$, I_0 为基线稳定后的光电压值, I 为信号峰顶点的光电压值),以吸光度计算出分析结果。

2 结果与讨论^[3]

2.1 流速的影响

配制一定浓度的样品测定其响应峰高,可知在流速 2.6~4.8 mL/min 的范围内响应峰高随流速增加,但在 4.8 mL/min 的流速下信号的重现性较差,故采用 4.2 mL/min 的流速。如图 2 所示。

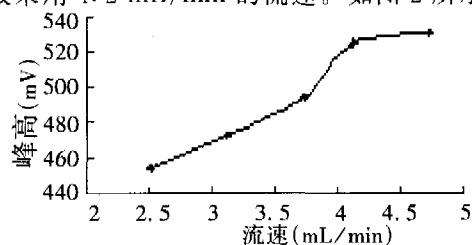


图 2 样品流速对灵敏度的影响

2.2 管长的影响

在流动注射分析中,反应管的长度也是影响灵敏度的一个重要因素。在保持流速为 4.2 mL/min 的条件下,分别采用 10 cm、15 cm、35 cm、55 cm、75 cm 的反应管进行测量,所得峰高分别为 420、482、575、552、531 mV,如图 3 所示,可知在管长为 35 cm 是具有最大的灵敏度。

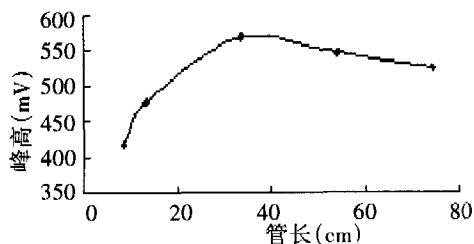


图 3 反应管长对灵敏度的影响

2.3 显色剂浓度的选择

配制浓度为 0.5 mg/L、1.0 mg/L、1.5 mg/L、2.0 mg/L、2.5 mg/L 的显色剂,保持管长和流速一定测定同一浓度的样品,测得的峰高分别是 430、493、517、522、522 mV,如图 4 所示,根据结果选择显色剂浓度在 2.0 mg/L 左右为宜。

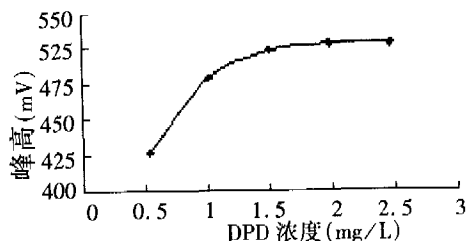


图 4 显色剂对灵敏度的影响

2.4 标准曲线

在上述优化的条件下(DPD 浓度为 2.0 mg/L, 流速 4.2 mL/min, 反应管长 35 cm)测定不同浓度的样品并绘制标准曲线。

检出限为 0.1 mg/L,线性范围 0.1~1.6 mg/L,曲线方程: $y=0.3057x-0.0098$, $r_2=0.999$,如图 5 所示。

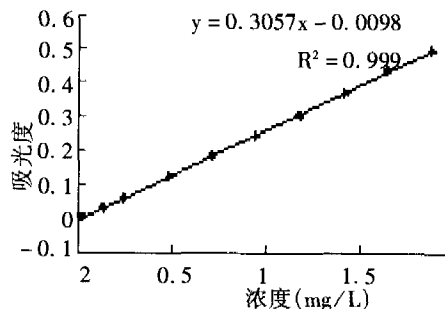


图 5 标准曲线

3 样品测定

取自来水样品平行测定 10 次,用相同水样以联磷甲苯胺分光光度法对照测定,结果见表 1 可知本法与推荐方法无显著性差异。

表 1 样品测定结果对照表

	浓度 1		浓度 2	
	平均值 (mg/L)	相对标准偏差	平均值 (mg/L)	相对标准偏差
流动注射法	0.15	4.3%	0.72	3.8%
分光光度法	0.14	4.0%	0.74	3.7%

4 小结

由于在供水工艺中,出厂水已经过一系列的处理,水的物理指标已符合饮用水卫生标准,因此可以在流动注射中作为载流液,进行反相分析,从而大大减少试剂的消耗。经实验证明该方法简单可靠,分析速度快,对于水厂连续监测出厂水的余氯尤为适用。

参考文献

- [1]中华人民共和国生活饮用水卫生标准(GB5749-85)
- [2]《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法[M]. 北京:中国环境科学出版社, 2002:170-178
- [3]J. Ruzicka E. H. Hansen. 流动注射分析[M]. 北京:北京大学出版社 1991:78-107

