

文章编号: 1006-446X (2002) 02-0060-03

自来水中余氯测定之 TMB 配制探讨

麦锦欢 孙承志

(南海发展股份有限公司水质监测站, 广东 南海 528200)

摘要: 对 TMB 的配制的介质浓度、配制方法及其助溶温度等诸因素进行了探讨, 拟定了自来水中余氯测定的 TMB 溶液配制的具体方法、助溶温度和介质酸度等, 解决了生活饮用水卫生规范中测定水中余氯用 TMB 显色无法与标准色阶进行比色的实际问题。完全能满足日常生产和现场检测的需要。

关键词: 自来水; 余氯; 测定

中图分类号: O 661.1

文献标识码: A

余氯是指水经过加氯消毒, 接触一段时间后, 余留在水中的氯。常用的测定方法有邻联甲苯胺比色法和 DPD 法等, 在实际工作中一直采用较为简单的邻联甲苯胺比色法^[1]来测定自来水中总余氯和游离性余氯。由于邻联甲苯胺 (OT) 为可疑致癌物, 对化验人员的身体健康造成极大的潜在威胁, 苏州大学于 1992 年开发研制了 OT 替代品 3, 3', 5, 5'-四甲基联苯胺 (TMB)^[2]。TMB 是一种无致癌性的安全试剂, 比 OT 灵敏和用量少, 故最新执行的生活饮用水检验规范^[3]用 TMB 取代了 OT 来测定自来水中的总余氯和游离余氯。作者在运用过程中发现 TMB 的配制方法及其介质盐酸的摩尔浓度对余氯测定影响很大, 而且当 TMB 介质为 0.1 mol/L 盐酸时^[3]显色偏绿, 无法与标准色阶比色, 给自来水厂日常生产和现场监测带来诸多不便, 故对此进行了实验探讨。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

50 mL 具塞比色管。

氯化钾 - 盐酸缓冲液 (pH 2.2): 称取 3.7 g 经 100~110℃干燥至恒重的氯化钾, 用纯水溶解, 再加 0.56 mL 盐酸 (相当于 1.19 g/mL), 并用纯水稀释至 1 L。

0.6 mol/L 盐酸。

3, 3', 5, 5'-四甲基联苯胺 (0.3g/L, 即 TMB 溶液): 称取 0.03 g 3, 3', 5, 5'-四甲基联苯胺 ($C_{16}H_{20}N_2$), 用 100 mL 盐酸 (0.6 mol/L) 分批加入并搅拌使试剂溶解 (必要时水浴 40℃左右加温助溶), 混匀, 此溶液应为无色透明, 贮存于棕色瓶中。

重铬酸钾 - 铬酸钾溶液: 称取 0.1550 g 经 120℃干燥至恒重的重铬酸钾及 0.4650 g 经 120℃干燥恒重的铬酸钾, 溶解于氯化钾 - 盐酸缓冲溶液中, 并稀释至 1 L。此溶液相当于 1 mg/L 余氯与 TMB 反应生成的颜色。

1.2 永久性余氯标准比色管的配制

按表 1 所列用量分别吸取重铬酸钾 - 铬酸钾溶液注入 50 mL 具塞比色管中, 用盐酸缓冲溶液稀释至 50 mL 刻度。

收稿日期: 2001-12-30

表1 永久性余氯标准比色管配制 (单位: mg/L)

余氯	0.05	0.10	0.20	0.30	0.35	0.40	0.45	0.50	0.60	0.70
重铬酸钾 - 铬酸钾	2.5	5.0	10.0	15.0	17.5	20.0	22.5	25.0	30.0	35.0

1.4 样品测定

于 50 mL 具塞比色管中, 先加入 2.5 mL TMB 溶液。加入自来水样品至 50 mL 刻度, 混合后立即比色, 所得结果为游离余氯; 放置 10 min, 比色所得结果为总余氯。

2 结果与讨论

2.1 TMB 配制的助溶方法

为了找到配制 TMB 的最佳助溶方法, 进行了选择助溶温度的试验, 因 TMB 溶解度较小, 故按文献^[3]要求称取 0.03 g TMB 加入 100 mL 0.6 mol/L 盐酸后置不同温度水浴中进行加热溶解, 结果见表 2。

表2 TMB 助溶温度选择

水浴温度/℃	30	40	50	60
溶解效果	试剂溶解慢	溶解快, 溶液为无色透明	溶液变淡黄色	溶液变黄绿色

实验证明, 水浴温度为 40℃ 溶解试剂较为理想。

2.2 TMB 介质的最佳浓度

配制 0.1 ~ 1.0 mol/L 盐酸各 100 mL, 同等条件下溶解 0.03g TMB, 发现 0.8 ~ 1.0 mol/L 的溶液出现重结晶现象。分别用 0.1 ~ 0.7 mol/L 盐酸为介质配制 TMB 溶液, 用于水中余氯的测定实验比较。结果证明 0.6 mol/L 盐酸为介质的实验组测试结果所显颜色与标准色阶一致, 0.1 ~ 0.5 mol/L 组显色均偏绿而不宜比色。故本实验的最佳介质浓度为 0.6 mol/L。

2.3 水样 pH 值调整

按文献^[3]要求, 若水样 pH 大于 7 时, 应用盐酸调其 pH 小于 4 后再加 TMB 测定。在实验中发现, 自来水 pH 值按国标要求应在 6.5 ~ 8.5 之间, 在自来水中加盐酸调 pH 后加 TMB 显色太慢, 难以准确测定水中游离余氯含量, 无法满足日常生产和现场检测的需要。

2.4 TMB 与 OT 比较

用 TMB 法与 OT 法 (GB5750 - 85) 同时测定同一批水样 (n 均为 30), 得出 TMB 组余氯为 0.475 ± 0.02 mg/L, OT 组余氯为 0.487 ± 0.03 mg/L。经统计学检验, 两组测定结果差异无显著性。

参考文献:

- [1] GB 5750 - 85 生活饮用水标准检验法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 1994. 91 ~ 95.
- [2] 项苏留等. 新型显色剂 3, 3', 5, 5' - 四甲基联苯胺测定水中余氯的研究 [J]. 分析测试通报, 1992, 11 (6): 28.
- [3] 中华人民共和国卫生部. 生活饮用水卫生规范 [S]. 2001. 北京, 206 ~ 207.

致谢: 苏州大学李建国老师为本实验提供 TMB, 本站柯喜燕、麦秀珊同志参加部分实验工作, 在此一并致谢。

Discussion of TMB Compound Method in Determination of Remaining Cl in Tap Water

MAI Jin-huan, SUN Cheng-zhi

(Water Quality Monitoring Station of Nanhai Development Co Ltd, Nanhai 528200, China)

Abstract: TMB compound method in the determination of remaining Cl in tap water was discussed. The results showed that there was no significant difference between TMB and OT regarded as color reagent.

Key words: TMB; determination

美国预防铅中毒的成功经验

一般居民的铅暴露有 3 个主要来源, 即: 汽油铅、含铅油漆和铅质焊锡。针对铅污染的严重状况, 美国政府采取了严格的初级预防措施。从 20 世纪 70 年代中期开始, 美国政府开始致力于降低汽油中铅含量的工作, 1982 年美国国家环保总署下决心逐步降低汽油中的铅含量和取消含铅汽油的使用。在 1976 年时, 美国汽油用铅达 205 810 t, 到 1983 年降到 56 940 t, 而到 1990 年, 汽油铅用量已降到 520 t。即从 1970 年到 1990 年, 美国用于汽油的铅降低了 99.8%。在限制含铅油漆的使用方面, 20 世纪 70 年代初, 美国总统签署了“含铅油漆中毒预防法案”, 1978 年美国消费品安全委员会限定上市油漆铅含量必须低于 0.06%, 1993 年又颁布了“降低居室中含铅油漆危害的法案”。各州政府也有一些法律促使对老式住房(居住在老式住房中的儿童被认为是铅中毒高危儿童)进行修缮。在从 1980~1989 年的 10 年时间里, 居住在 1940 年以前建造的老式住房中的铅中毒高危儿童已从 2420 万降到 2080 万, 即降低了 14.0%。美国食品和药物管理局还通过控制罐头食品、饮料的含铅量减少铅随食物的摄入。政府通过立法与监督相结合的办法, 使这一铅来源在整个 20 世纪 80 年代得到了很大控制, 1980 年有 47% 的罐头为铅所污染, 1985 年降为 14%, 而到 1990 年这一数字降至 0.85%, 1991 年已完全停止食品和饮料罐头生产过程中使用铅质焊锡。所有这些初级预防措施使美国居民的血铅水平逐年下降。在 10 年时间里, 1~5 岁儿童血铅水平降低了 89.9%、6~74 岁居民的血铅水平降低了 95.4%。

虽然在全球范围内, 各国对预防铅中毒都做了种种努力, 但美国可能是目前世界上唯一制订全国性消除儿童铅中毒策略的国家, 这一策略包括初级预防和次级预防。初级预防措施主要包括停止使用含铅汽油、铅质焊锡制作的罐头食品和饮料、铅质材料制成的水管, 禁止在住房、家具和玩具上使用含铅油漆。次级预防措施主要包括健康教育、营养干预和血铅筛查。所有这些策略和措施都是由卫生和人类服务部、住房和城市发展部以及国家环保总署三家联邦政府机构联合制订的。1991 年 CDC 制订了“儿童铅中毒防治指南”, 1992 年成立了以卫生和人类服务部部长牵头的“预防儿童铅中毒联合特别工作组”, 协调各联邦政府机构之间的关系, 1993 年国家环保总署和全国委员会主持了一项全国性儿童铅中毒宣传教育运动, 同年还颁布了“降低居室中含铅油漆危害的法案”, 并指定住房和城市发展部、国家环保总署负责法案的实施。美国全国范围内筛查儿童铅中毒的工作正在继续, 筛查经费由联邦政府、州政府和当地政府资助, 联邦政府还向妇幼卫生局提供经费建立质控项目和质控服务。现在, 美国铅中毒脑病已极罕见, 全民的血铅水平已下降到 $0.135 \mu\text{mol/L}$ ($2.80 \mu\text{g/dL}$)。美国预防铅中毒的成功经验为我国和其他国家提供了有益的借鉴。