

DPD 光度法测定水中余氯*

曹连城

(华中科技大学同济医学院去离子水室, 武汉 430030)

摘要 本研究介绍的对氨基-N,N-二乙基苯胺(DPD)作显色剂时,不但显色迅速,而且显色稳定30 min左右,常温下,显色几乎不受温度的影响;线性范围宽,余氯在0~100 $\mu\text{g}/50\text{ mL}$ 时,遵守比耳定律,摩尔吸光系数达 1.1×10^4 。测定 μg 量级的余氯时,相对标准偏差 $\leq 11.5\%$,最大吸收峰为553 nm,方法操作简便,快速,用于水样及回收率的测定,结果令人满意。

关键词 DPD 光度法 余氯 稳定 邻邻甲苯胺显色法

1 引言

测定水中余氯的方法,有吸光光度法、碘离子选择电极间接法、气动电流法及色谱法等等。在这些方法中用得最多的是邻邻甲苯胺显色法。但该方法也有缺点,如显色温度必须控制在20 $^{\circ}\text{C}$ 左右,即便如此显色稳定时间最多也只有4 min,有时以相当快的速度褪色。余氯浓度稍高时有副反应,选择性也较差。用本研究介绍的对氨基-N,N-二乙基苯胺(DPD)作显色剂时,不但显色迅速,而且显色稳定30 min左右;常温下,显色几乎不受温度的影响;线性范围很宽,余氯在0~100 $\mu\text{g}/50\text{ mL}$ 时,遵守比耳定律,摩尔吸光系数达 1.1×10^4 ,测定 μg 量级的余氯时,相对标准偏差 $\leq 11.5\%$ 。最大吸收峰为553 nm。方法操作简便、快速,用于水样及回收率的测定,结果令人满意。

2 试验部分

2.1 主要仪器与试剂

721-2型分光光度计,国产雷磁25型pH计。

DPD显色液 称取1.0 g DPD和200 mg二水合EDTA二钠盐于50 mL烧杯中,用 $\text{H}_2\text{SO}_4(1+3)$ 8 mL调成糊状,加少量蒸馏水(无氯蒸馏水,下同)使之完全溶解后,转入100 mL容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀后转入带玻璃塞的棕色瓶中保存。该显色液稳定期大于30 d。

NaOAc-HOAc缓冲液 pH3.9~4.1,称取20.0 g无水乙酸钠于250 mL烧杯中,用蒸馏水溶解后转入1 000 mL容量瓶中,再在该容量瓶中加入冰乙酸20 mL,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀后转入试剂瓶中保存。

余氯标准溶液 准确移取10.0 mL氯水于250 mL三角瓶中,加KI 0.5 g和HCl 2.0 mL,盖上表面皿,在暗处放置5 min后,以淀粉溶液(0.5%)1 mL作指示剂,用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液(0.100 0 mol/L)滴定,消耗 a mL。准确移取 $\frac{282.1}{af}$ mL氯水于1 000 mL容量瓶中(f 为 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 的物质的量浓度与0.100 0之比值),用水稀释至刻度。摇匀后溶液中余氯的浓度为100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。此液宜在冰箱中保存,最好临用时配制。

2.2 试验方法

在50 mL容量瓶中加入缓冲液5.0 mL、显色剂4.0 mL,摇匀后加入余氯标液(10 $\mu\text{g}/\text{mL}$)5.0 mL(或适量试液)并充分摇动。2 min后用蒸馏水稀至刻度,摇匀。用2 cm比色皿,在553 nm处,用试剂空白为参比测吸光度。

3 结果与讨论

3.1 条件试验

3.1.1 吸收曲线

试验结果见图1,显色物的吸收峰在553 nm和515 nm处。试验发现,553 nm处的光吸收比515 nm处更稳定,因此工作波长选取553 nm。

3.1.2 酸度的影响

试验结果见图2,最佳pH为3.0~5.0。显色酸

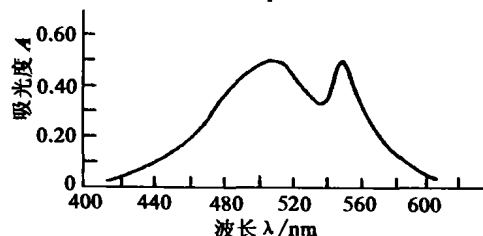


图1 吸收曲线

* 湖北省科委科技攻关项目(992P1202)

度取 pH 4.0 左右。

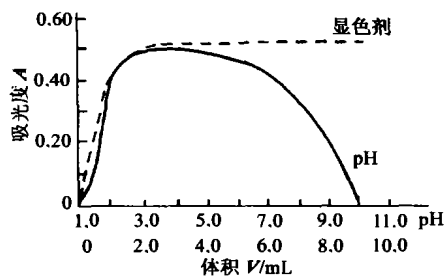


图2 酸度、显色剂体积与吸光度之关系曲线

3.1.3 缓冲剂用量的影响

试验发现,当缓冲剂用量在 3.0 ~ 10.0 mL 时,吸光度大而稳定。本方法选用 5.0 mL 缓冲液。

3.1.4 显色剂用量的影响

结果见图 2。从曲线可以看出,DPD 用量为 3.0 ~ 10.0 mL 之间时,吸光度基本保持一致。测定时采用 DPD 显色液 4.0 mL。

3.1.5 显色时间

试验结果表明,显色 2 min 后达到最大吸光度,稳定 30 min 左右。故显色 2 min 后即可测定。

3.1.6 温度

试验发现,显色速度、灵敏度与稳定性在 15 ~ 45 °C 范围内,几乎没有变化,这是本法较邻甲苯胺显色法最明显的优点。

3.1.7 标准曲线

改变余氯标准溶液的加入量,按试验方法测吸光度,绘制出标准曲线(略)。当余氯浓度为 0 ~ 100 $\mu\text{g}/50\text{ mL}$ 时,遵守比耳定律,测得摩尔吸光系数为 1.1×10^4 。

3.2 样品分析

3.2.1 回收率

按试验方法操作,对水样进行平行测定和加标回收试验,结果见表 1。

表 1 回收率测定

测定值 $\mu\text{g}\cdot 50\text{mL}^{-1}$	平均值 $\mu\text{g}\cdot 50\text{mL}^{-1}$	相对标准 偏差 %	加入量 $\mu\text{g}\cdot 50\text{mL}^{-1}$	测得量 $\mu\text{g}\cdot 50\text{mL}^{-1}$	回收率 %
0			50	50.1	100
10.4 11.5	11.7 11.0	10.9 10.2	11.0	5.2	50
35.3 34.2	34.4 34.8	35.6 35.1	34.9	1.5	30
55.1 55.7	54.4 55.8	54.9 55.4	55.2	1.0	30
					83.6
					95

3.2.2 本法(A法)与邻甲苯胺显色法(B法)测定结果的比较

用 2 种方法对水样进行平行测定,结果见表 2。

表 2 2 种方法结果比较

A 法								B 法															
测定值/ $\mu\text{g}\cdot 50\text{mL}^{-1}$				平均值/ $\mu\text{g}\cdot 50\text{mL}^{-1}$				相对标准 偏差 %				测定值/ $\mu\text{g}\cdot 50\text{mL}^{-1}$				平均值/ $\mu\text{g}\cdot 50\text{mL}^{-1}$				相对标准 偏差 %			
15.8	15.2	16.7	16.3	16.9	15.6	16.1	4.1	16.2	15.7	15.4	16.5	16.1	16.9	16.1	3.4								
28.4	27.9	28.7	28.3	28.5	27.4	28.2	1.6	27.3	27.6	28.1	28.1	28.0	28.4	27.9	1.4								
2.5	2.5	2.8	2.0	2.2	2.4	2.4	11.5	2.0	2.4	2.1	2.6	2.3	2.7	2.3	11.6								

参考文献

- 薛华,李隆弟等.分析化学.北京:清华大学出版社,1994.220~239.
- 美 R.A 小戴,A.L 安德伍德著.定量分析.上海:上海科学技术出版社,1980.344.
- 曹连城.一种高灵敏测定水中活性氯新方法.武汉工业学院学报,2001.(4):22.
- 郁凌云,王争光,李梦龙等.钴-氯-二甲基乙酰胺体系直接分光光度

法测定氯离子.分析化学,1996.(6):739.

作者通讯处 曹连城 430030 湖北省武汉市华中科技大学同济医学院基础部。
电话 (027)83692407