

## 快速测试管法现场测定水中总余氯

王静斌 (郑州市环境监测站, 河南 郑州 450007)

**摘要:** 余氯在水中极不稳定, 需现场测定。通过研制一种测试管, 从而能快速、简便地测水中的总余氯。常规法测定时间需要 3~5 小时, 而该测试管法仅需 10 分钟。分析成本也大为降低。

**关键词:** 快速测试管; 水; 总余氯

**中图分类号:** X832 **文献标识码:** A **文章编号:** 1002-6002(2002)04-0021-03

## Instant detection of total chlorine in water with rapid testing tube method

WANG Jing-bin (Zhengzhou Environmental Monitoring Station, Zhengzhou 450007, China)

**Abstract:** Total chlorine in water is not stable, and must be rapidly detected. A new simple rapid method for detecting total chlorine in water has been obtained. It spends 3~5h with general method and only 10min with the rapid testing tube in detecting a sample. The cost of this method cuts heavily.

**Key words:** rapid testing tube; water; total chlorine

余氯在水中很不稳定, 尤其含有有机物或其 他还还原性无机物时更易分解而消失, 因此应在现

较依次为: 一电厂化工区 > 太钢工业区 > 桃园商业区 > 太行居民区。

(3) 污染现状的成因: 一是单一型燃料结构和超重型工业结构导致了双重结构型污染; 二是设备工艺技术落后, 能源效率低, 单位产品能耗高; 三是重点污染源处于上风方向, 工业布局不合理; 四是不利的地形、气象条件加重了污染程度。

(4) 为了改善大气质量, 建议改变燃料结构, 提高煤和油的燃烧效率, 提高城市煤气化率和集中供热率。建议搬迁重污染源, 合理调整工业布局; 对污染严重的地区实行划块综合整治; 城市建筑物布局时, 在主导风方向上尽可能减少碍风建筑物, 在城区开辟主导风走廊, 以利于污染物的传输转移。

(5) 由于测量时间和空间的局限, 本试验结果是初步的。

## 参考文献:

[1] Westerholm R, Li H, A multivariate statistical analysis of fuel-related polycyclic aromatic hydrocarbon emissions from heavy-duty diesel vehicles, Environ. Sci. Technol., 1994, 28:

965-972.

- [2] 朱利中, 松下秀鹤. 空气中多环芳烃的研究现状[J]. 环境科学进展, 1997, 5(5): 18-29.
- [3] Durlak S K et al., Characterization of polycyclic aromatic hydrocarbons particulate and gaseous emissions from polystyrene combustion, Environ[J] Sci. Technol., 1998, 32: 2301-2307.
- [4] 祁士华等. 澳门大气气溶胶中多环芳烃研究[J]. 环境科学研究, 2000, 13(4): 6-9.
- [5] Khalili N. R., Scheff P. A., Holsen T. M., PAH source fingerprints for coke ovens, diesel and gasoline engines, highway tunnels, and wood combustion emissions [J]. Atmospheric Environment, 1995, 29: 533-542.
- [6] Keller A., Fierz M., Siegmann K., Siegmann H. C., Surface science with nanosized particles in a carrier gas[J], J. Vac. Sci. Technol., 2001, A 19 (1): 1-8.
- [7] 彭林等. 太原市大气颗粒物中多环芳烃的分布及污染源识别的研究[J]. 环境导报, 2000(2): 15-17.
- [8] 张怀德等. 太原地区大气污染物输送特征分析[J]. 中国环境监测, 2000, 16(1): 42-44.

收稿日期: 2001-11-10; 修订日期: 2002-06-23

基金项目: 河南省重点科技攻关项目(0123022200)

作者简介: 王静斌(1957-), 男, 河南郑州人, 高级工程师。

场测定。水中总余氯常用的测定方法主要有:(1)碘量法;(2)N,N-二乙基-1,4-苯二胺滴定法;(3)N,N-二乙基-1,4-苯二胺分光光度法。这些常规测定方法存在试剂种类多、配制麻烦(有些试剂需现用现配)、仪器携带不便、操作流程较为繁琐等弊端,不适宜现场测定。本研究运用比色分析的朗伯-比尔定律和真空工艺设计,将复杂繁琐的实验室测试方法和操作程序有机地融合在测试管中,旨在现场快速测定水中的总余氯。本测试管法测定范围为0.03~10mg/L。具有快速、便捷、抗干扰能力强与价格低廉等特点。

## 1 方法原理

显色剂与水样中的总余氯快速定量反应形成黄色或粉紫红色混配型络合物。络合物颜色的深浅与水样中的总余氯含量成正比。

## 2 主要仪器与试剂

主要仪器为快速分析测试管、722可见分光光度计、滴定管等。主要试剂为席夫碱类、硫代硫酸钠等。

## 3 试验方法

### 3.1 测试管制作工艺流程

玻璃管彻底—→玻璃管清洗—→药液灌装—→减压熔封。

### 3.2 显色剂的选择

经多次实验并进行认真筛选,确定采用席夫碱类作为总余氯显色剂。

### 3.3 标准色阶的制作

#### 3.3.1 标准色阶液的选择

经过大量的实验,从众多有色化合物中筛选出一些对温度和光线极为稳定的化合物。通过调配和特殊处理,使得其色调分别与总余氯测试管显色后的色调相匹配,即标准色阶和对应的测试液显色后的可见光区最大吸收波长一致。

#### 3.3.2 标准色阶的制作

标准色阶液的原料确定之后,借助分光光度计调配标准色阶液。调配好后的色标液即可灌封,然后固定在色标架上,经检验合格后即可作为标准色阶使用。总余氯色标分低浓度与高浓度两组:

低浓度:0.03,0.05,0.08,0.10,0.2,0.3,0.5,0.6,0.8,1.0mg/L

高浓度:1.0,2.0,3.0,4.0,5.0,6.0,7.0,

8.0,10mg/L

## 3.4 使用方法

(1)取约10ml待测水样于20ml烧杯中,对含总余氯浓度1~10mg/L的水样,先测pH值。如果pH<4,可用少量固体醋酸钠调节到pH4.0~7.5;若pH>7.5,则应用固体酒石酸调节至pH4.0~7.5;对含总余氯浓度小于1mg/L的水样,则无须调pH值。

(2)将测试管尖端插入烧杯中折断,待水样充入测试管后取出,来回倒置几次。低浓度(总余氯浓度<1.0mg/L)水样1~5min内与标准色阶对照(底端镜面反射比色);高浓度(总余氯浓度为1~10mg/L)水样2~20min内与标准色阶对照(直观比色),最接近的色阶所对应的数值即为水样中的总余氯含量。

(3)若测试管的颜色介于两个色阶之间,则取二者的平均值。如果水样中总余氯浓度超过10mg/L,即超出色标上限时,按比例稀释后再测定,测定结果乘以稀释倍数。

## 4 测试结果与讨论

### 4.1 测试管的pH适用范围

低浓度水样:无pH值限制。

高浓度水样:pH值适用范围为4.0~7.5。

### 4.2 共存离子的影响

测试管中加有抗干扰剂,避免了其它因素的干扰。因此在测试条件下无干扰。

### 4.3 显色时间与温度试验

试验结果表明,温度为 $20 \pm 10^\circ\text{C}$ ,当水样中总余氯浓度<1.0mg/L时,显色时间为1~5min;总余氯浓度为1~10mg/L,显色时间为2~20min。

### 4.4 稳定性试验

#### 4.4.1 标准色阶的稳定性

为检验其稳定性,对色标成品进行了如下实验:

(1)0.14Mpa( $126^\circ\text{C}$ )连续处理2小时,与对照组相比,不发生任何变化。

(2)在强烈阳光下(夏季晴天)连续曝晒5(天)×5(小时),无任何变化。

(3)在室温下储存2年以上,吸光度未发生变化。

实际上从我们掌握的资料看,只要不破坏色标的玻璃管,标准色阶可使用10年以上。

#### 4.4.2 测试管储存稳定性试验

测试液中复配有稳定剂,又处于真空保护状态,减缓了其分解反应的速度。按照《FAO》规则,我们对总余氯测试管在 $54\pm 2^{\circ}\text{C}$ 水浴条件下做了热贮稳定性试验,结果可知,测试管经热贮10天仍与未经热贮结果一致;热贮14天后稳定性有所下降,测试结果与未经热贮的相对误差在8.3%~25.0%之间。由此可见,总余氯测试管常温贮存

有效期在一年以上。

#### 4.5 重现性试验

我们对8组不同批次测试管进行了对比试验,试验结果经统计检验表明,测试管各批次间无显著性差异。

#### 4.6 方法比较试验

配制含总余氯不同浓度的试样,分别以测试管法与常规法比较,结果见表1。

表1 方法比较

单位:mg/L

试样号	常规法			测试管法					
	1	2	平均值	1	2	3	4	5	平均值
1	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
2	0.10	0.11	0.10	0.09	0.1	0.09	0.1	0.1	0.096
3	0.34	0.32	0.33	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
4	0.72	0.78	0.75	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8
5	1.05	1.10	1.08	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
6	2.99	2.91	2.95	3.0	3.0	2.5	2.5	3.0	2.8
7	4.95	4.85	4.90	5.0	5.5	5.0	5.5	5.0	5.2
8	5.94	5.90	5.92	6.0	5.5	6.0	6.0	5.5	5.8
9	7.01	7.09	7.05	7.0	7.0	7.5	7.0	7.0	7.1
10	8.90	8.82	8.86	9.0	9.5	9.0	9.5	9.5	9.3

表1中“常规法”一列,试样1~4为比色法,其余为碘量法。测试管法(与常规法比)的最大绝对误差为0.44mg/L(试样10),相对误差为+5.0%;最大标准偏差为0.27mg/L(试样6),相对标准偏差为9.6%。由加标回收试验得到的加标回收率范围为92.6%~107.1%。表明测试管法测定结果与化学法基本相符,方法准确度、精密度均较好。

#### 4.7 应用试验

表2为郑州市环境监测站对某医院污水站出水中总余氯含量测试结果。

表2 总余氯的测定 单位:mg/L

试样号	碘量法	测试管法
1	6.40	6.5
2	6.54	6.5
3	3.15	3.0
4	3.08	3.0
5	2.06	2.0
6	2.12	2.0

应用试验结果表明,测试管法现场测试结果与碘量法基本吻合,可以代替其进行水中总余氯的现场测定。

#### 5 结语

本总余氯测试管所得测试数据与常规方法相比无显著性差异,方法测定范围为0.03~10mg/L,能满足水中总余氯现场测定要求。本测定方法具有以下特点:(1)快速。用化学法测定(从配制试剂溶液到测试完毕)约需3~5个小时,而本法约需10min;(2)经济。本测试管法试剂用量少,节约了大量的测试费用。常规法测试单样费用约为3元,本法仅需1元;(3)抗干扰能力强。测试管法在通常测试条件下基本无干扰;(4)便携、简便、易掌握。常规法一般分析过程复杂、操作繁琐,有的还需要专门的仪器,不易掌握,不利于现场或野外作业。而本法整套装置小而轻便,便于携带和野外现场测定。即使非专业人员也可在5~10分钟内学会并掌握,便于推广使用。