

生活饮用水中游离性余氯测定条件的优化

韩伟 卜春祥

(淄博市环境监测站,淄博 255040)

游离性余氯是生活饮用水的一项重要细菌学指标,是各水厂常规检测项目之一,检测频率较高。GB 5750-1985 规定了3种测定方法^[1],其中邻联甲苯胺比色法简单、快速、便于现场检测;邻联甲苯胺-亚砷酸盐比色法和N,N-二乙基对苯二胺-硫酸亚铁铵滴定法(以下简称为滴定法)测定步骤繁琐,操作时间长^[2]。邻联甲苯胺比色法不能满足低温水中游离性余氯的测定要求,其测定步骤中规定水样的温度为15~20℃,如低于此温度,应将水样放入温水浴中,使温度提高到15~20℃,立即比色,测得游离性余氯。多次试验发现,同一水样在不同的温度下,测得的游离性余氯结果各不相同。游离性余氯受反应时间、水温、显色剂用量、酸碱度影响较大^[3]。笔者通过对这些影响因素进行试验研究,优化选择了比色法测定游离性余氯的最佳实验条件。将本法用于3种水样中游离性余氯的测定,回收率为96.7%~99.8%,分析结果与滴定法相当,与邻联甲苯胺-亚砷酸盐比色法相比,本法稳定性好,灵敏度和准确度高,且操作简便、快速。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

离子分析仪:PXSJ-216型,上海雷磁仪器厂;

邻联甲苯胺溶液:称取1.35g二盐酸邻联甲苯胺,溶于500mL无氯水中(以下简称为纯水),在不停搅拌下,将此溶液加至150mL浓盐酸与350mL纯水的混合液中,盛于棕色瓶内;

游离性余氯标准溶液:将10mL市售8%次氯酸钠溶液稀释至1000mL。在250mL碘量瓶中,加入1g碘化钾,再加入75mL纯水,摇动碘量瓶,使碘化钾溶解,然后加入2mL99%的冰乙酸,取25.0mL稀释后的次氯酸钠溶液,注入碘量瓶中,混匀,于暗处静置5min,用0.1000mol/L硫代硫酸钠标准溶液进行滴定,计算求得游离性余氯的浓度为1.00mg/L,使用时逐级稀释至所需的浓度:0.35、0.40、0.50mg/L;

无氯水:在自来水中加入亚硝酸钠等还原剂将余氯还原为氯离子(以N,N-二乙基对苯二胺检查不

显色),然后用附有缓冲球的全玻璃蒸馏器进行蒸馏制取。

1.2 实验方法

取2支50mL的比色管,分别加入50mL水样,其中一只比色管插入温度计,温度计读数为25℃时,取出另一支比色管,打开比色管盖,加入2.5mL显色剂,混匀后立即比色。如果水样的pH值大于8,则用盐酸调节至小于8,再进行测定。

2 结果与讨论

2.1 显色反应时间

取3支同型号的50mL比色管,分别加入50mL生活饮用水样,在不同的温度下,改变显色反应时间,对水样中的余氯进行测定,结果列于表1。

表1 显色反应时间对测定结果的影响

显色反应时间/min	游离性余氯/mg·L ⁻¹		
	10℃	20℃	25℃
0	0.05	0.20	0.40
0.5	0.10	0.40	0.80
1.0	0.20	0.70	0.90
1.5	0.30	0.90	1.0
2.0	0.40	1.0	1.0

由表1可见,同一温度下不同的反应时间测定结果不同。水温低时,余氯与邻联甲苯胺反应缓慢;若放置时间延长,余氯与邻联甲苯胺反应比较完全,因此,应使水样温度升高到某一温度,显色后立即测定,以保证测得的结果为游离性余氯的含量。

2.2 显色剂用量

取5支50mL比色管,加入0.35mg/L游离性余氯标准溶液50mL,分别加入1.0、1.5、2.0、2.5、3.0mL显色剂进行试验,显色剂用量与游离性余氯含量的关系如图1所示。从图1可以看出,显色剂的用量以大于2.2mL为佳,本实验选择显色剂的用量为2.5mL。

2.3 水浴温度

取6支50mL比色管,分别加入0.4mg/L的游离性余氯标准液50mL,放入温水浴中,其中1支比色管插入带有温度计的橡胶塞,观察温度计的读

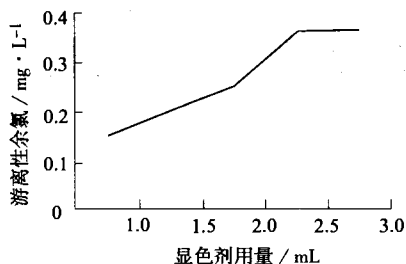


图1 显色剂用量对游离性余氯测定结果的影响

数,当温度计显示某一数值时,取出1支比色管,加入2.5 mL显色剂,混匀后立即比色,试验结果如图2所示。从图2可见,最佳水浴温度为25℃。

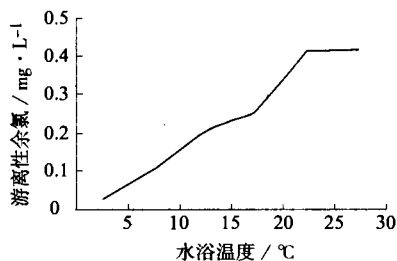


图2 水浴温度对游离性余氯测定结果的影响

2.4 溶液的酸度

在50 mL比色管中,加入0.50 mg/L游离性余氯标准溶液50 mL,用盐酸或氢氧化钠调节溶液的酸度,然后加入显色剂,观察溶液颜色变化,试验结果列于表2。由试验结果可知,测定游离性余氯水样的pH值以不大于7为宜。

表2 不同酸度对测定结果的影响

pH值	4	5	6	7	8	9	10
溶液颜色	黄色	黄色	黄色	黄色	不显色	不显色	不显色

2.5 水样测定

取3种不同的生活饮用水于50 mL比色管中,编号分别为1[#]、2[#]、3[#],按本法测定游离性余氯。然后在水样中加入不同量的游离性余氯标准溶液进行回收试验,并与国标滴定法^[1]测定结果进行比较,结果列于表3。

表3 水样测定结果(n=3)

水样	滴定法测定结果/ mg · L ⁻¹	本法测定结果/ mg · L ⁻¹	本法回收率/%
1 [#]	0.06	0.05	96.7
2 [#]	0.32	0.35	98.4
3 [#]	0.58	0.60	99.8

3 结语

通过试验对比色法测定游离性余氯的测定条件进行了优化,并对水样进行测定,测定结果的准确性与国标中滴定法相当。该法操作简便,精密度及准确度均符合质量保证要求,可作为生活饮用水的现场检测方法。

参考文献

- 1 GB 5750-1985 生活饮用水标准检验法。
- 2 美国公共卫生协会,等.水和废水标准检验法.第15版.宋仁元,等译.北京:中国建筑工业出版社,1985.80
- 3 国家环境保护总局.水和废水监测分析方法.第4版.北京:中国环境科学出版社,1989.172

国内食品中发现有“苏丹红第二”之称的孔雀石绿

孔雀石绿是一种对人体有极大副作用的化学制剂,这种化学物质不允许出现在任何食品中。这是一种带有金属光泽的绿色结晶体,又名碱性绿、孔雀绿,它既是杀真菌剂,又是染料,易溶于水,溶液呈蓝绿色。科研结果表明,孔雀石绿具有高毒素、高残留和致癌、致畸、致突变等副作用。鉴于孔雀石绿的危害性,许多国家都将孔雀石绿列为水产养殖禁用药物。

就在许多消费者还认为只有鲑鱼才含有这种成分时,随之出现在国内的报道让许多爱吃鱼的人感到惊心。在我国很多地方,尤其是河南、湖北等地的水产养殖业和水产品贩运中,孔雀石绿仍在被普遍使用。重庆市执法部门在某水产交易市场查获600多只含有孔雀石绿的甲鱼。有些地区则在鳊鱼制品中检出孔雀石绿。鱼从鱼塘到当地水产品批发市场,再到外地水产品批发市场,要经过多次装卸和碰撞,容易使鱼鳞脱落。掉鳞会引起鱼体霉烂,鱼很快因此死亡。为了延长鱼生存的时间,绝大多数贩运商在运输前都要用孔雀石绿溶液对车厢进行消毒,而且不少储放活鱼的鱼池也采用这种消毒方式。同时,一些酒店为了延长鱼的存活时间,也

投放孔雀石绿进行消毒。而且,使用孔雀石绿消毒后的鱼即使死亡后颜色也较为鲜亮,消费者很难从外表分辨。北京市食品安全办表示,将在近期对全市鱼类市场进行抽检,市进出口检验检疫局的相关检测实验室将在两周内搭建完成。

(高)

迈瑞新推出全自动血液细胞分析仪

迈瑞于2005年新推出国内首创拥有封闭穿刺进样功能的三分群全自动血液细胞分析仪BC-3200。该产品的主要特点是:(1)全自动封闭式穿刺进样,检测速度大于60样本/h;(2)白细胞三分群,精确提供22项参数(含WBC、RBC、PLT彩色直方图);(3)微量检测,只需13 μL静脉血或20 μL末梢血;(4)10.4英寸彩色大屏幕LCD同屏显示所有参数和直方图;(5)4种不同规格的穿刺进样位,针对全血和预稀释末梢血模式,无需更换适配器;(6)采用包括粒子导向、双向立体后旋流、CSD二维鉴定、MCV/PLT滑波法等多项业内领先的专有技术,保证检测结果的可靠;(7)提供SFDA注册的配套校准物、质控物和配套试剂,拥有标准化溯源体系;(8)智能化高压灼烧和高压正反冲排堵,有效避免堵孔。

(莉)