



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 11897—1989

---

## 水质 游离氯和总氯的测定 N,N-二乙基-1,4-苯二胺滴定法

Water quality—Determination of free chlorine and total  
chlorine—Titrimetric method using  
N,N-diethyl-1,4-phenylenediamine

1989-12-25 发布

1990-07-01 实施

---

国家环境保护局 发布

# 中华人民共和国国家标准

## 水质 游离氯和总氯的测定 N,N-二乙基-1,4-苯二胺滴定法

GB/T 11897—1989

Water quality—Determination of free chlorine and total chlorine—Titrimetric method using N,N-diethyl-1,4-phenylenediamine

### 1 主题内容与适用范围

本标准等效采用国际标准 ISO 7393/1—1985《水质 游离氯和总氯的测定 第一部分：N,N-二乙基-1,4-苯二胺滴定法》。

本标准适用于 0.000 4~0.07 m mol/L (0.03~5 mg/L) 游离氯或总氯 (以  $\text{Cl}_2$  计) 的测定。样品浓度较高时,需进行稀释。

附件 A 中叙述区别化合氯中-氯胺、二氯胺和三氯化氮的测定步骤。

### 2 定义

表 1 名词及其组成

名 词	同 义 词	组 成
游离氯	活性游离氯 游离余氯: 潜在游离氯	单质氯、次氯酸 次氯酸盐
总氯	总余氯	单质氯、次氯酸、次氯酸盐、氯胺

2.1 游离氯:以次氯酸、次氯酸盐离子和溶解的单质氯形式存在的氯。

2.2 化合氯:以氯胺和有机氯胺形式存在的总氯的一部分。

2.3 总氯:以“游离氯”,或“化合氯”,或两者形式存在的氯。

2.4 氯胺:按本法测定氮的一、二或三个氢原子被氯原子取代的衍生物(一氯胺  $\text{NH}_2\text{Cl}$ , 二氯胺  $\text{NHCl}_2$ , 三氯化氮  $\text{NCl}_3$ )和有机氮化合物的氯化衍生物。

### 3 原理

#### 3.1 游离氯的测定

在 pH6.2~6.5 条件下,游离氯直接与 N,N-二乙基-1,4-苯二胺(DPD)反应生成红色化合物。用硫酸亚铁铵标准溶液滴定至红色消失。

#### 3.2 总氯的测定

存在过量碘化钾时反应,然后按 3.1 滴定。

### 4 试剂

分析中使用的试剂均为分析纯级。

4.1 水,不含氯和还原性物质的水;去离子水或蒸馏水经氯化至约 0.14 m mol/L(10 mg/L)的水平,储存在密闭的玻璃瓶中约 16 h,再暴露于紫外线或阳光下数小时,或用活性炭处理使之脱氯,按下述步骤检验其质量。

向两个 250 mL 无需氯量的锥形瓶中加入:

a. 第一个,100 mL 待测水和约 1 g 碘化钾(4.4),混匀。1 min 后,加入 5.0 mL 缓冲溶液(4.2)和 5.0 mL DPD 试液(4.3);

b. 第二个,100 mL 待测水和 2 滴次氯酸钠溶液(4.8)。2 min 后,加入 5.0 mL 缓冲溶液和 5.0 mL DPD 试液(4.3)。

第一个瓶中不应显色,第二个瓶中应显粉红色。

4.2 缓冲溶液,pH6.5:在水(4.1)中依次溶解 24 g 无水磷酸氢二钠( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ),或 60.5 g 十二水合磷酸氢二钠( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ )和 46 g 磷酸二氢钾( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )。加入 100 mL 浓度为 8 g/L 的二水合 EDTA 二钠( $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ),或 0.8 g 固体。必要时,加入 0.020 g 氯化汞防霉菌繁殖及试剂内痕量碘化物对游离氯检验的干扰。稀释至 1 000 mL 混匀。

注意:汞盐剧毒,应安全处理。

4.3 N,N-二乙基-1,4-苯二胺硫酸盐(DPD)[ $\text{NH}_2\text{-C}_6\text{H}_4\text{-N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ ]溶液,1.1 g/L:将 250 mL 水(4.1),2 mL 硫酸( $\rho = 1.84 \text{ g/mL}$ )和 25 mL 的 8 g/L 二水合 EDTA 二钠溶液(或 0.2 g 固体)混合,溶解 1.1 g 无水 DPD 硫酸盐(或 1.5 g 五水合物),或 1 g DPD 草酸盐于此混合液中,稀释至 1 000 mL,混匀。试液装在棕色瓶内,于冰箱内保存。一个月后,如溶液变色,应重配。

4.4 碘化钾,晶体。

4.5 硫酸亚铁铵,储备液, $C[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] = 56 \text{ m mol/L}$ 。

4.5.1 溶液的配制:溶解 22 g 六水合硫酸亚铁铵于含有 5 mL 硫酸( $\rho = 1.84 \text{ g/mL}$ )的水(4.1)中,移入 1 000 mL 容量瓶内,加水至标线,混匀。存放在棕色瓶中。经常按 4.5.2 步骤标定此溶液。如需大量测定,应每天标定一次。

4.5.2 溶液的标定:向 250 mL 锥形瓶中,放入 50.0 mL 储备液(4.5),5 mL 正磷酸( $\rho = 1.71 \text{ g/mL}$ )和 4 滴二苯胺磺酸钡指示液(4.9)。用重铬酸钾标准参考溶液(4.10)滴定到出现深紫色,再加入重铬酸钾溶液后颜色保持不变时为终点。此溶液的浓度以每升含氯( $\text{Cl}_2$ )毫摩尔数表示按式(1)计算:

$$C_1 = \frac{C_2 V_2}{2V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中: $C_2$ ——重铬酸钾标准参考溶液(4.10)的浓度,m mol/L;

$V_2$ ——滴定消耗重铬酸钾标准参考溶液(4.10)的体积,mL;

$V_1$ ——硫酸亚铁铵储备溶液(4.5)的体积,mL。

注:如  $V_2$  小于 22 mL,应重配一新鲜的储备液(见 4.5.1)。

4.6 硫酸亚铁铵标准滴定溶液, $C[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] = 2.8 \text{ m mol/L}$ :取 50.0 mL 新标定的储备液(4.5.1)于 1 000 mL 容量瓶内,加水(4.1)至标线,混匀,存放于棕色瓶内。应每月标定一次。如需大量测定,应每天配制。

以每升含氯( $\text{Cl}_2$ )毫摩尔/升表示此溶液的浓度  $C_3$  按式(2)计算:

$$C_3 = \frac{C_1}{20} \dots\dots\dots (2)$$

4.7 亚砷酸钠( $\text{NaAsO}_2$ )溶液,2 g/L,或硫代乙酰胺[ $\text{CH}_3(\text{SNH}_2)$ ]溶液,2.5 g/L。