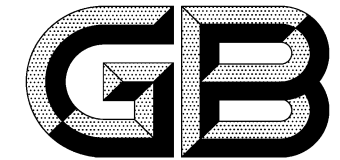


UDC 614.777 : 543.242.3 : 546.21
Z 16



中华人民共和国国家标准

GB 7489—87

GB 7489—87

水质 溶解氧的测定 碘量法

Water quality—Determination of
dissolved oxygen—Iodometric method

中华人民共和国
国家标准
水质 溶解氧的测定 碘量法
GB 7489—87

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzcb.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
1987年11月第一版 2005年8月第二次印刷

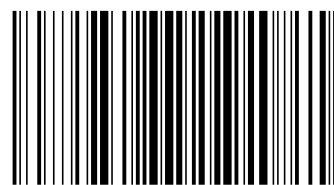
*

书号: 155066·1-23997 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB 7489—1987

1987-03-14 发布

1987-08-01 实施

国家环境保护局 发布

水质 溶解氧的测定 碘量法

Water quality—Determination of
dissolved oxygen—Iodometric method

本标准等效采用国际标准ISO 5813—1983。本标准规定采用碘量法测定水中溶解氧，由于考虑到某些干扰而采用改进的温克勒（Winkler）法。

1 适用范围

碘量法是测定水中溶解氧的基准方法。在没有干扰的情况下，此方法适用于各种溶解氧浓度大于0.2 mg/L和小于氧的饱和浓度两倍（约20 mg/L）的水样。易氧化的有机物，如丹宁酸、腐植酸和木质素等会对测定产生干扰。可氧化的硫的化合物，如硫化物硫脲，也如同易于消耗氧的呼吸系统那样产生干扰。当含有这类物质时，宜采用电化学探头法。

亚硝酸盐浓度不高于15 mg/L时就不会产生干扰，因为它们会被加入的叠氮化钠破坏掉。

如存在氧化物质或还原物质，需改进测定方法，见第8章。

如存在能固定或消耗碘的悬浮物，本方法需按附录A中叙述的方法改进后方可使用。

2 原理

在样品中溶解氧与刚刚沉淀的二价氢氧化锰（将氢氧化钠或氢氧化钾加入到二价硫酸锰中制得）反应。酸化后，生成的高价锰化合物将碘化物氧化游离出等当量的碘，用硫代硫酸钠滴定法，测定游离碘量。

3 试剂

分析中仅使用分析纯试剂和蒸馏水或纯度与之相当的水。

3.1 硫酸溶液*

小心地把500 ml浓硫酸（ $\rho = 1.84\text{g/ml}$ ）在不停搅动下加入到500 ml水中。

3.2 硫酸溶液： $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 2\text{mol/L}$ 。

3.3 碱性碘化物—叠氮化物试剂。

注：当试样中亚硝酸盐含量大于0.05 mg/L而亚铁含量不超过1 mg/L时为防止亚硝酸盐对测定结果的干扰，需在试样中加叠氮化物叠氮化钠是剧毒试剂。若已知试样中的亚硝酸盐低于0.05 mg/L，则可省去此试剂。

a. 操作过程中严防中毒；

b. 不要使碱性碘化物—叠氮化物试剂（3.3）酸化，因为可能产生有毒的叠氮酸雾。

将35 g的氢氧化钠（NaOH）〔或50 g的氢氧化钾（KOH）〕和30 g碘化钾（KI）〔或27 g碘化钠（NaI）〕溶解在大约50 ml水中。

单独地将1 g的叠氮化钠（NaN₃）溶于几毫升水中。

将上述二种溶液混合并稀释至100 ml。

溶液贮存在塞紧的细口棕色瓶子里。

* 若怀疑有三价铁的存在，则采用磷酸（H₃PO₄， $\rho = 1.70\text{g/ml}$ ）。

经稀释和酸化后，在有指示剂（3.7）存在下，本试剂应无色。

3.4 无水二价硫酸锰溶液：340 g/L（或一水硫酸锰380 g/L溶液）。

可用450 g/L四水二价氯化锰溶液代替。

过滤不澄清的溶液。

3.5 碘酸钾： $c(1/6 \text{KIO}_3) = 10 \text{mmol/L}$ 标准溶液。

在180℃干燥数克碘酸钾（ KIO_3 ），称量 $3.567 \pm 0.003 \text{g}$ 溶解在水中并稀释到1000ml。

将上述溶液吸取100 ml移入1000ml容量瓶中，用水稀释至标线。

3.6 硫代硫酸钠标准滴定液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 10 \text{mmol/L}$ 。

3.6.1 配制

将2.5 g五水硫代硫酸钠溶解于新煮沸并冷却的水中，再加0.4 g的氢氧化钠（ NaOH ），并稀释至1000ml。

溶液贮存于深色玻璃瓶中。

3.6.2 标定

在锥形瓶中用100~150 ml的水溶解约0.5 g的碘化钾或碘化钠（ KI 或 NaI ），加入5 ml 2 mol/L的硫酸溶液（3.2），混合均匀，加20.00 ml标准碘酸钾溶液（3.5），稀释至约200 ml，立即用硫代硫酸钠溶液滴定释放出的碘，当接近滴定终点时，溶液呈浅黄色，加指示剂（3.7），再滴定至完全无色。

硫代硫酸钠浓度（ c , mmol/L）由式（1）求出：

$$c = \frac{6 \times 20 \times 1.66}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中： V ——硫代硫酸钠溶液滴定量，ml。

每日标定一次溶液。

3.7 淀粉：新配制10 g/L溶液。

注：也可用其他适合的指示剂。

3.8 酚酞：1 g/L乙醇溶液。

3.9 碘：约0.005 mol/L溶液。

溶解4~5 g的碘化钾或碘化钠于少量水中，加约130 mg的碘，待碘溶解后稀释至100 ml。

3.10 碘化钾或碘化钠。

4 仪器

除常用试验室设备外，还有：

4.1 细口玻璃瓶：容量在250~300 ml之间，校准至1 ml，具塞温克勒瓶或任何其他适合的细口瓶，瓶肩最好是直的。每一个瓶和盖要有相同的号码。用称量法来测定每个细口瓶的体积。

5 步骤

5.1 当存在能固定或消耗碘的悬浮物，或者怀疑有这类物质存在时，按附录A叙述的方法测定，或最好采用电化学探头法测定溶解氧。

5.2 检验氧化或还原物质是否存在

如果预计氧化或还原剂可能干扰结果时，取50 ml待测水，加2滴酚酞溶液（3.8）后，中和水样。加0.5 ml硫酸溶液（3.2）、几粒碘化钾或碘化钠（3.10）（质量约0.5 g）和几滴指示剂溶液（4.7）。

如果溶液呈蓝色，则有氧化物存在。如果溶液保持无色，加0.2 ml碘溶液（3.9），振荡，放置30 s。如果没有呈蓝色，则存在还原物质*。

* 进一步加碘溶液可以估价8.2.3中次氯酸钠溶液的加入量。

附加说明：

本标准由国家环境保护局规划标准处提出。

本标准由北京建筑工程学院负责起草。

本标准主要起草人李献文。

本标准由中国环境监测总站负责解释。