

# 全国船舶标准化技术委员会专业标准

## 船舶污水处理排放水水质检验方法 游离氯和总氯检验法

CB\* 3328.6—88  
分类号: U 47

### 1 适用范围

本标准适用于船舶污水处理排放水水质游离氯和总氯的检验,也适用于其他废水排放水水质的检验。

尤其适用于实验现场或水质监测站实验室,对于游离氯和总氯的快速测定。

本标准测定总氯浓度从 0.03 ppm 到 5 ppm 范围,若总氯浓度高于 5 ppm 时,必须对水样先稀释至这个范围之内,再按规定步骤测定。

### 2 术语

#### 2.1 游离氯

以次氯酸、次氯酸盐离子或溶解的元素氯的形式存在的氯。

#### 2.2 总氯

以“游离氯”或“化合氯”如氯胺形式存在或两者皆有的氯的总量。

### 3 试剂

仅用分析纯级试剂,水按 3.1 条规定。

#### 3.1 去除氧化还原性物质的水

软化水或蒸馏水,其质量检验法有:

按下列次序在 250 mL 去氯的(4.2)锥形瓶中进行。

a. 第一个锥形瓶中,加 100 mL 蒸馏水或软化水,加 1 g 晶体碘化钾 KI (3.4) 混合均匀。1 min 后,加 5 mL 缓冲溶液(3.2)和 5.0 mL DPD 试剂(3.3)。

b. 第二个锥形瓶中,加入 100 mL 蒸馏水或软化水,加 2 滴次氯酸钠(NaOCl)溶液(3.7)稍待 2 min 后,加 5 mL 缓冲溶液(3.2)和 5.0 mL DPD 试剂(3.3)。

应出现:第一个锥形瓶中不显色。第二个锥形瓶应显现淡桃红色。若不显桃红色,即水质不合格。

当软化水或蒸馏水质量不合格时,必须按下边程序氯化:把次氯酸钠(3.7)加入需氯化的水中,氯化后水中余氯的浓度达到 10 mg/L,并将其贮存在一个具塞玻璃瓶中,至少 16 h。然后,将容器置于阳光、紫外线灯下照射。或以活性炭接触脱氯,按 3.1 规定检验水中游离氯和总氯,被氯化的水中余氯全部消失,即可使用。

#### 3.2 缓冲溶液 pH6.5

用水(3.1)配制:

将磷酸氢二钠 ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ) 24 g 或十二水磷酸氢二钠 ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ) 60.5 g 及磷酸二氢钾 ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) 46 g 加入 100 mL 乙二胺四乙酸二钠盐 ( $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ ) 溶液中(3.11) (或晶体乙二胺四乙酸二钠盐  $\text{Na}_2\text{-EDTA}$  试剂 0.8 g), 为避免霉菌生长及试剂中微量碘化物干扰,加入 0.020 g 氯化汞,补充水至 1 000 mL,混匀。

3.3 N,N-二乙基-1,4-苯二胺(DPD)溶液( $\text{NH}_2\text{-C}_6\text{H}_4\text{-N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2, \text{H}_2\text{SO}_4$ )浓度为1.1 g/L。

在250 mL水(3.1)中加2 mL硫酸( $\rho = 1.84 \text{ g/mL}$ )和25 mL乙二铵四乙酸二钠盐 $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ 溶液(3.11)或直接加入0.2 g乙二铵四乙酸二钠盐 $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ 晶体试剂。将上述溶液混合均匀,再加1.1 g无水N,N-二乙基-1,4-苯二胺(DPD)或1.5 g五水N,N-二乙基-1,4-苯二胺DPD试剂,使其溶解,加水稀释至1 000 mL,混匀。贮存在棕色小口试剂玻璃瓶内,一个月后或当溶液褪色时废弃。

3.4 碘化钾KI(分析纯级)

3.5 硫酸 $\text{H}_2\text{SO}_4$ 浓度 $c = 1 \text{ mol/L}$ 的溶液

取800 mL水(3.1)缓慢地不断搅拌,加入分析纯硫酸( $\rho = 1.84 \text{ g/mL}$ )54 mL,将其冷至室温,加水(3.1)至1 000 mL。

3.6 氢氧化钠溶液浓度2 mol/L

称取80 g片状氢氧化钠,放在锥形瓶中,加水(3.1)800 mL,搅拌至全部溶解,加水(3.1)补充至1 000 mL。

3.7 次氯酸钠溶液游离氯浓度大约0.1 g/L。

3.8 碘酸钾 $\text{KIO}_3$ 贮备溶液浓度为1.006 g/L

在300 mL烧杯中加入1.006 g碘酸钾,加水(3.1)250 mL,使其溶解。转移至1 000 mL容量瓶内,加水(3.1)补充至刻度,混匀。

3.9 碘酸钾标准溶液浓度为10.06 mg/L

取10 mL(3.8)贮备液,放入1 000 mL容量瓶中,加约1 g KI(3.4)以水(3.1)加至刻度。该溶液用时现配。其浓度1 mL含 $\text{KIO}_3$  10.06  $\mu\text{g}$ , 10.06  $\mu\text{g}$   $\text{KIO}_3$ 相当于0.141  $\mu\text{mol}$ 游离氯( $\text{Cl}_2$ ),相当于0.01 mg游离氯( $\text{Cl}_2$ )。

3.10 亚砷酸钠溶液 $\text{NaAsO}_2$ 浓度为2 g/L或硫代乙酰胺溶液( $\text{CH}_3\text{CSNH}_2$ )浓度2.5 g/L。

3.11 乙二铵四乙酸二钠( $\text{Na}_2\text{-EPTA}$ )溶液浓度为8 g/L

#### 4 仪器

4.1 分光光度计或光电比色计(波长可达510 nm),具有光径10 mm以上的玻璃比色皿。

4.2 去氯玻璃仪器

以次氯酸钠溶液(3.7)充满玻璃仪器,1 h后,以水(3.1)多次洗涤。该仪器作为测定游离氯和总氯的专用仪器。

#### 5 检验程序

5.1 取样

取样后,立即测定。从取样到测定整个过程应避免照光、搅动和受热,取水样不能含有残渣。每份100.0 mL( $V_0$ )共取两份,其体积为 $V_0$ 。

若总氯浓度超过70  $\mu\text{mol/L}$ (即5 mg/L)时,根据所含氯量进行水样的稀释,所稀释的水样总体积应为100.0 mL,其水样体积为 $V_1$ 。

5.2 标定

在一组100 mL容量瓶中,加入碘酸钾标准溶液(3.9)在0.3 mL至50 mL的范围内,配制相当于氯含量为( $\text{Cl}_2$ )0.03~5.0 mg/L(即 $\text{Cl}_2$ 浓度0.423  $\mu\text{mol/L}$ ~70.5  $\mu\text{mol/L}$ )的比色标准系列。然后,分别加入1.0 mL硫酸溶液(3.5)1 min后,加1.0 mL氢氧化钠溶液(3.6)。然后以水(3.1)稀释至100 mL分别转移各瓶内所装溶液于相匹配的250 mL锥形瓶中,锥形瓶内装有1 min前刚加入的5 mL缓冲溶液(3.2)和5.0 mL DPD试剂(3.3),混合。然后,将配好的比色标准液分别转移入每个相应的玻璃比色皿中,在2 min之内测定。按4.1条规定的分光光度计,测定各比色标准液的吸光度。以此绘出标准曲线。该曲线对于每个新配的DPD试剂都要进行校准。