



中华人民共和国国家标准

GB/T 11898—1989

水质 游离氯和总氯的测定 N,N-二乙基-1,4-苯二胺分光光度法

Water quality—Determination of free chlorine and total
chlorine—Spectrophotometric 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-苯二胺分光光度法

GB/T 11898—1989

Water quality—Determination of free chlorine and total chlorine—Spectrophotometric 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 7393/2—1985《水质 游离氯和总氯的测定—第 2 部分：N,N-二乙基-1,4-苯二胺比色法，常规控制用》。

本标准适用于 0.000 4~0.07 mol/L (0.03~5 mg/L) 游离氯或总氯(以 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一氯胺、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 NH_2Cl ，二氯胺 NHCl_2 ，三氯化氮 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，用分光光度法测量其吸光度。

3.2 总氯的测定

存在过量碘化钾时反应，然后按 3.1 测量其吸光度。

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, $\text{pH}6.5$:在水(4.1)中依次溶解 24 g 无水磷酸氢二钠(Na_2HPO_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(KH_2PO_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 1000 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) [$\text{NH}_4\text{-C}_6\text{H}_4\text{-N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$] 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 1000 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,约 1 mol/L :于 800 mL 水(4.1)中,在不断搅拌下小心地加入 54 mL 硫酸($\rho = 1.84 \text{ g/mL}$),冷至室温后,稀释到 1000 mL ,混匀。

4.6 氢氧化钠,溶液,约 2 mol/L :称取 80 g 粒状氢氧化钠,放入盛有 800 mL 水(4.1)的烧杯中,搅拌至完全溶解,冷至室温后,稀释至 1000 mL ,混匀。

4.7 次氯酸钠,溶液(商品名,安替福民),含 Cl_2 约 0.1 g/L :由浓溶液稀释而成。

4.8 碘酸钾标准储备溶液, 1.006 g/L :称取 1.006 g 碘酸钾(KIO_3 ,经 $120\sim 140^\circ\text{C}$ 烘干 2 h),溶解于水(4.1),转入 1000 mL 容量瓶中,稀释至标线,混匀。

4.9 碘酸钾标准使用溶液, 10.06 mg/L :取 10.0 mL 储备液(4.8)于 1000 mL 容量瓶中,加入约 1 g 碘化钾(4.4),加水(4.1)稀释至标线,混匀。在使用的当天配制,装在棕色瓶中。 1.00 mL 此标准使用溶液含 $10.06 \mu\text{g}$ KIO_3 (相当于 $0.141 \mu\text{ mol Cl}_2$)。

4.10 亚砷酸钠(NaAsO_2),溶液, 2 g/L ,或硫代乙酰胺(CH_3CSNH_2)溶液, 2.5 g/L 。

5 仪器

5.1 常用实验室仪器和下列仪器。

5.2 微量滴定管,全量 5 mL ,分度至 0.02 mL 。

5.3 100 mL 容量瓶。

5.4 分光光度计(使用 510 nm 波长),具 10 mm 方形比色皿。无需氯量玻璃器皿的准备:将玻璃器皿在次氯酸钠溶液(4.7)中浸泡 1 h ,然后用水(4.1)充分漂洗。

6 测定步骤

6.1 试样

采样后,立即测定,自始至终避免强光、振摇和温热。

6.2 试料

取试样 100 mL 两个作为试料(V_0),如总氯浓度超过 $70 \mu\text{ mol/L}$ (5 mg/L),取较小体积试样