



DANSK
STANDARDISERINGSRÅD

Vandundersøgelse

Chlor. Kolorimetrisk metode

Water analysis — Chlorine — Colorimetric method

Dansk Standard

DS 283

1. udg. Marts 1985
UDK 543.3

Side 1 (10)

Denne standard er i overensstemmelse (EQV) med Finsk Standard SFS 3041, Norsk Standard NS 4729 og Svensk Standard SS 02 81 72.

Afsnitsnummereringen i denne standard modsvarer ikke nødvendigvis nummereringen i de nævnte standarder.

Standarden indeholder to annekser, der har samme status som standarden.

The content of this standard is technically identical (EQV) to Finnish Standard SFS 3041, Norwegian Standard NS 4729 and Swedish Standard SS 02 81 72.

The numbering of the clauses in this standard is not necessarily in accordance with the mentioned standards.

This standard contains two annexes which form an integral part of the standard.

1 Orientering, anvendelsesområde og referencer

1.1 Orientering

Den foreliggende metode er beregnet til bestemmelse af chlor og andre oxiderende chlorforbindelser i vand.

Indholdet af chlor kan også bestemmes efter DS 282, Vandundersøgelse. Chlor. Titrimetrisk metode.

1.2 Anvendelsesområde

Metoden kan ikke anvendes ved stærkt farvede og uklare vandprøver samt i havvand.

Metoden er direkte anvendelig i koncentrationsområdet 0,03 – 3 mg/l Cl₂. Vedrørende bestemmelse af højere koncentrationer, se 5.4.2.

Metoden giver mulighed for skelnen mellem forskellige grupper af oxiderende chlorforbindelser, således frit chlor, bundet chlor og total chlor.

Brom og iod reagerer med det anvendte reagens på samme måde som chlor og vil derfor indgå i chlorbestemmelsen.

Andre oxidationsmidler, fx ozon, hydrogenperoxid, permanganat, bromat, chromat og mangan-dioxid reagerer med det anvendte reagens og indgår ligeledes i chlorbestemmelsen. Der kan korrigeres for oxiderende manganforbindelser og chrom(VI) ved behandling af prøven med små mængder iodid og natriumarsenit (se 5.4.1).

Chlordioxid og chlorit kan bestemmes ved fremgangsmåde anført i annek B.

Spormetaller kan interferere ved katalyse af reaktion mellem chlor og reagenset. Interferens fjernes ved kompleksbinding med EDTA.



Chlor reagerer med mange oxiderbare stoffer i vandet. Sollys eller andet stærkt lys og omrøring fremmer reaktionerne. Det er vigtigt, at analysen udføres hurtigt efter prøvetagningen. Det bedste resultat opnås, når analysen udføres på prøvetagningsstedet umiddelbart efter prøvetagningen.

I annek A er angivet en metode til skelnen mellem forskellige chloraminer. Det skal bemærkes, at det herved fundne indhold af chloraminer ikke eksakt kan fortolkes som de pågældende chloraminer, men derimod som regnestørrelser svarende til omtrentlige værdier.

1.3 Referencer

DS 282, Vandundersøgelse. Chlor. Titrimetrisk metode

2 Princip

Frit chlor reagerer med N,N-diethyl-p-phenylendiamin (DPD) i pH-intervallet 6,2 – 6,5 under dannelsen af et rødt farvestof, hvis koncentration kan bestemmes kolorimetrisk.

Bundet chlor reagerer på samme måde med DPD ved tilstedeværelse af iodidioner.

I forbindelse med den beskrevne metode anvendes følgende betegnelser:

Frit chlor

Oxiderende chlorforbindelser, som hypochlorit (ClO^-), chlorundersyring (HClO), chlor (Cl_2) og chlordioxid (ClO_2), der reagerer direkte med DPD under betingelser som beskrevet i den foreliggende standard.

Bundet chlor

De vigtigste oxiderende chlorforbindelser under betegnelsen »bundet chlor« er mono-, di- og trichloraminer (såvel uorganiske som organiske chloraminer). Disse forbindelser reagerer med DPD under tilstedeværelse af iodid. I annek A er angivet fremgangsmåde til skelnen mellem mono-, di- og trichloramin.

Total chlor

Summen af frit chlor og bundet chlor.

3 Reagenser

Alle kemikalier skal være af analysekvalitet.

Til fremstilling af reagenser og fortyndinger skal anvendes chlorfrit, destilleret eller demineraliseret vand. Det anvendte vand må ikke forbruge chlor.

Reagenser, der viser tegn på biologisk vækst eller farvedannelse, kasseres.

3.1 Bufferopløsning, pH ca. 6,5

Opløs 46 g kaliumdihydrogenphosphat, KH_2PO_4 , og 24 g dinatriumhydrogenphosphat, Na_2HPO_4 , eller 60,5 g dinatriumhydrogenphosphat-dodecahydrat, $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$, i vand. Tilsæt 800 mg EDTA (ethylendiamintetraeddikesyre-dinatriumsalt), $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$, og fortynd til 1 liter.

3.2 Svovlsyre, 0,5 mol/l

Sæt forsigtigt og under omrøring 27,5 ml koncentreret svovlsyre, H_2SO_4 (densitet = 1,84 g/ml), til ca. 500 ml vand. Fortynd til 1 000 ml

3.3 DPD-reagens

Opløs 0,20 g EDTA-dinatriumsalt, $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$, i ca. 800 ml vand tilsat 72 ml svovlsyre (se 3.2). Tilsæt 1,1 g N,N-diethyl-p-phenylendiaminsulfat (DPD), $(C_2H_5)_2N \cdot C_6H_4 \cdot NH_2 \cdot H_2SO_4$ eller 1 g N,N-diethyl-phenylendiaminoxalat, $(C_2H_5)_2N \cdot C_6H_4 \cdot NH_2 \cdot H_2C_2O_4$. Fortynd til 1 000 ml og bland.

Opbevar opløsningen i brun glasflaske. Opløsningen kasseres, når den bliver mørkfarvet. Holdbarheden af reagenset forbedres ved kold opbevaring.

3.4 Kaliumiodatstamopløsning, 4,7 mmol/l

Opløs 1,006 g kaliumiodat, KIO_3 i ca. 250 ml vand. Fortynd til 1 000 ml

3.5 Kaliumiodatopløsning, 0,047 mmol/l

Overfør 10 ml kaliumiodatstamopløsning (se 3.4) til en 1 000 ml målekolbe. Tilsæt ca. 1 g kaliumiodid (se 3.7) og fortynd til mærket.

Opløsningen skal fremstilles samme dag som den skal anvendes.

3.6 Natriumhydroxidopløsning, ca. 2 mol/l

Tilsæt under omrøring 80 g natriumhydroxid, NaOH, til 800 ml vand i et bægerglas. Fortsæt omrøringen til alt natriumhydroxid er opløst. Lad opløsningen afkøle til stuetemperatur og overfør den derefter til en 1 000 ml målekolbe. Fortynd til mærket og bland grundigt.

Opbevar opløsningen i en plastflaske.

3.7 Kaliumiodid

Kaliumiodid, KI, krystaller.

3.8 Natriumarsenitopløsning, 19,2 mmol/l

Opløs 0,250 g natriumarsenit, $NaAsO_2$, i vand og fortynd til 100 ml

4 Apparatur

Glasapparatur, som anvendes ved analyse for frit chlor, må ikke være forurenset med iodid.

4.1 Prøvetagningsflasker

Flasker af inert materiale, 500 ml, med tætsluttende prop.

4.2 Fotometer

Spektrofotometer med mulighed for måling ved 515 nm eller filterfotometer forsynet med filter med maksimal transmission i området 490 – 530 nm

4.3 Kuvetter

Kuvetter af glas.