

N,N-二乙基对苯二胺 (DPD) 分光光度法测定水中余氯

UV-078

摘要：为抑制水中残留细菌、病毒等微生物的再度繁殖，水经过含氯消毒剂消毒一段时间后，应有适量余氯在水中，以保证持续的杀菌能力。但是当余氯含量过高时，容易引起水体二次污染，常引发致癌物质的产生，引起溶血性贫血等，对人类健康有一定的危害作用。因此有效地控制和检测余氯含量在水处理中至关重要。本实验通过 N,N-二乙基对苯二胺 (DPD) 分光光度法测定了自来水中游离氯和一氯胺含量，样品加标回收率 107%，该方法试剂对环境危害小，准确度高，可以满足 GB 5749-2006《生活饮用水卫生标准》、GB/T 31962-2015《污水排入城镇下水道水质标准》和 GB 18466-2005《医疗机构水污染物排放标准》中余氯检测要求，是测定水中消毒剂的理想方法。

关键词：UV-2600 消毒剂 DPD 余氯 一氯胺

含氯消毒剂毒性低，且具有良好的杀菌作用，在减少病原微生物污染，防止感染有重要作用，因此在各用水领域的消毒中被广泛使用。水体经加氯消毒，接触一段时间后会有适量的氯留存于水中，用来保证持续的杀菌能力。水中余氯有总余氯、游离余氯和化合余氯三种存在形式。游离余氯为氯气溶到水里的形态，和亚氯酸、氯酸一样，具有较强的氧化性，还具有杀菌性。但是当余氯含量过高时，容易引起水质二次污染，常引发有机氯化物等致癌物质的产生，引起溶血性贫血

等，对人类健康有一定的危害作用。因此有效地控制和检测余氯含量在水处理中至关重要。

目前我国对给水处理厂出水、供水管网末梢、生活排放污水以及某些特定行业产生的废水中余氯均有明确要求，其中对于生活饮用水供水管网末梢水中余氯不得低于 0.05 mg/L，本文参考 GB/T 5750.11-2006《生活饮用水标准检验方法 消毒剂指标》检测方法，使用岛津 UV-2600 紫外可见分光光度计对自来水中游离氯和氯胺等消毒剂指标进行了测定。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 UV-2600 紫外可见分光光度计

1 cm 石英比色皿

1.2 化学试剂

1.2.1 碘化钾 (分析纯)

1.2.2 磷酸盐缓冲溶液 (PH=6.5)：称取 24 g 无水磷酸氢二钠，46 g 无水磷酸二氢钾，0.8 g 乙二胺四乙酸二钠和 0.02 g 氯化汞。依次溶解于纯水中稀释至 1000 mL。

1.2.3 N,N-二乙基对苯二胺 (DPD) 溶液 (1 g/L)：称取 1.1 g 硫酸 N,N-二乙基对苯二胺，溶解于含 8 mL 硫酸溶液 (1+3) 和 0.2 g 乙二胺四乙酸二钠的无氯纯水中，并稀释至 1000 mL。储存与棕色瓶中，在冷暗处保存。

1.2.4 氯标准贮备溶液 [$\rho(\text{Cl}_2) = 1000 \mu\text{g/mL}$]：称取 0.8910 g 优级纯高锰酸钾，用纯水溶解并稀释至 1000 mL。

1.2.5 氯标准使用溶液 [$\rho(\text{Cl}_2) = 1 \mu\text{g/mL}$]：吸取 10 mL 氯标准贮备溶液 (1.2.4)，加纯水稀释至 100 mL。混匀后取 1 mL 再稀释至 100 mL。



1.3 分析条件

测定方式：吸收值
测定波长：515 nm
狭缝宽：2 nm

■ 结果与讨论

2.1 分析步骤

2.1.1 标准曲线绘制

吸取 0, 0.1, 0.5, 2.0, 4.0, 8.0 mL 氯标准使用溶液 (1.2.5) 置于 6 支 15 mL 离心管中, 用无需氯水稀释至刻度。各加入 0.5 mL 磷酸盐缓冲溶液 (1.2.2), 0.5 mL DPD 溶液 (1.2.3), 混匀。于 515 nm, 1 cm 比色皿, 以纯水为参比, 测定吸光度, 绘制标准曲线。

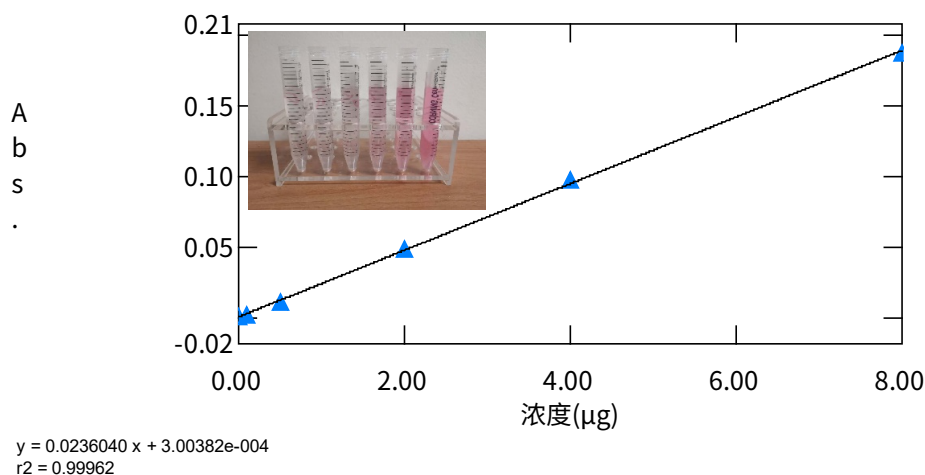


图 1 氯标准曲线

2.1.2 吸取 10 mL 水样置于 15 mL 离心管中, 加入 0.5 mL 磷酸盐缓冲溶液 (1.2.2), 0.5 mL DPD 溶液 (1.2.3), 混匀。水中游离余氯与 DPD 溶液反应得到红色溶液, 立即于 515 nm, 1 cm 比色皿, 以纯水为参比, 测量吸光度, 记录读数为 A。

2.1.3 继续向上述离心管加入一小粒碘化钾晶体 (约 0.1 mg), 混匀。在碘化物催化下, 一氯胺也能与 DPD 发生显色, 再测量吸光度, 记录读数为 B。

2.2 样品结果分析

游离氯和一氯胺计算结果见表 1。

表 1 氯、氯胺吸收值计算结果

测试项目	项目含义	对应吸光度	余氯的质量 m (µg)	水样中浓度 (mg/L)
A	游离氯	0.021	0.88	0.088
B	游离氯、一氯胺总量	0.043	-	-
B - A	一氯胺	0.022	0.91	0.091

注：水样中游离余氯及化合余氯的浓度计算公式如下

$$\rho(Cl_2) = \frac{m}{V} = \frac{m}{10}$$

其中： $\rho(Cl_2)$ ——水样中余氯的质量浓度。单位为 mg/L；

m——从标准曲线上查出的余氯的质量，单位为 µg；

V——水样的体积，单位为 mL（本实验中取样体积为 10 mL）；

对水样进行加标试验，并按照 2.1.2 步骤处理，测试结果显示加标回收率为 107%。

表 2 游离余氯加标回收率

水样	初始浓度 (mg/L)	加标量 (mg/L)	溶液浓度 (mg/L)	回收率 (%)
1#	0.088	0.10	0.195	107

■ 结论

本文参考 GB/T 5750.11-2006 《生活饮用水标准检验方法 消毒剂指标》，使用岛津 UV-2600 紫外可见分光光度计对水中游离余氯和化合余氯等消毒剂指标进行了测定，样品加标回收率 107%。该方法 DPD 试剂对环境危害小，精密度与准确度良好，可以满足 GB 5749-2006 《生活饮用水卫生标准》、GB/T 31962-2015 《污水排入城镇下水道水质标准》和 GB 18466-2005 《医疗机构水污染物排放标准》中游离余氯和化合余氯检测要求，是测定水体中消毒剂的理想方法。

岛津应用云

