

## HZ-HJ-SZ-0109

### 水质—氯离子—电极流动法(试行)

#### 1 范围

本方法适用于地面水、饮用水、生活污水及一般工业废水中Cl<sup>-</sup>含量的测定。检出限为0.9mg/L, 线性范围是9.0~1000mg/L。

Br<sup>-</sup>、S<sup>2-</sup>对本法有明显干扰, I<sup>-</sup>超过0.36倍时干扰测定。K<sup>+</sup>、Na<sup>+</sup>、Cu<sup>2+</sup>、Zn<sup>2+</sup>、Ca<sup>2+</sup>、Mg<sup>2+</sup>、Pb<sup>2+</sup>、Fe<sup>3+</sup>、Al<sup>3+</sup>、NH<sub>4</sub><sup>+</sup>、Ac<sup>-</sup>、HCO<sub>3</sub><sup>-</sup>均不干扰测定。其中S<sup>2-</sup>的干扰可用加入少量的硝酸铅消除。Br<sup>-</sup>、I<sup>-</sup>的干扰可从测得的总卤素离子的含量中扣除Br<sup>-</sup>、I<sup>-</sup>含量的方法消除。

#### 2 原理

2.1 工作流程: 见图1。

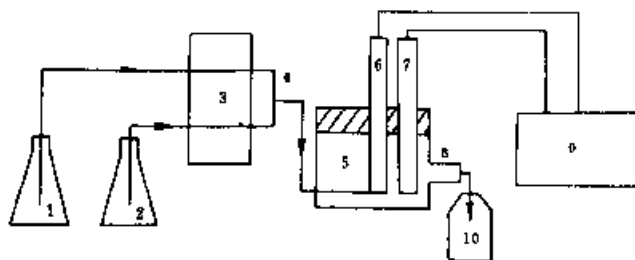


图1 工作流程示意图

1、2—储液瓶; 3—蠕动泵; 4—三通管; 5—流通池; 6—指示电极;  
7—参比电极; 8—流动液出口; 9—离子计; 10—废液瓶

2.2 工作原理: 试液与离子强度调节剂分别由蠕动泵引入系统, 经过一个三通管混合后进入流动槽, 由流通池喷嘴口喷出, 与固定在流通池内的离子选择性电极接触, 该电极与固定在流通池内的参比电极即产生电动势, 该电动势随试液中氯离子浓度的变化而变化(遵守能斯特方程 $E = \text{常数} - \frac{RT}{nF} \lg C_{\text{Cl}^-}$ )。记录稳定电位值(每分钟变化不超过1mV)。由浓度的对数( $\lg C_{\text{Cl}^-}$ )与电位值( $E$ )的校准曲线计算出Cl含量(mg/L)。

#### 3 试剂

3.1 Cl<sup>-</sup>标准储备溶液: 称取1.65g经150℃烘干, 恒重的NaCl溶于水中, 移入1000mL容量瓶中, 用水稀至标线, 摇匀。此溶液每升含1000mg Cl<sup>-</sup>。

3.2 Cl<sup>-</sup>标准使用溶液: 取Cl<sup>-</sup>标准储备溶液, 用逐级稀释法配制100、10.0、1.00mg/L Cl<sup>-</sup>浓度的溶液。

3.3 离子强度调节剂: 0.05mol/L KNO<sub>3</sub>溶液。

3.4 氢氧化钠溶液, 10g/L。

3.5 硝酸溶液, 0.16mol/L。

以上所用试剂均为分析纯级, 所用之水为去离子水。

#### 4 仪器

4.1 电极流动注射分析仪。

4.2 217型双液接参比电极(外盐桥充饱和KNO<sub>3</sub>溶液)。

#### 5 操作步骤

5.1 实验准备

首先将两根泵管连接好，推上压紧板，再将电极套入流通池的电极盖中，调节好离喷嘴口的距离，将电极接口与仪器连接好，接通电源，打开仪器开关，将套在泵管上两根聚四氟乙烯管插入去离子水中。

## 5.2 校准曲线的绘制

将一根聚四氟乙烯管插入离子强度调节剂中，另一根依次（从稀到浓）插入不同浓度（ $C$ ）的标准液中，读取稳定电位值（ $E$ ），绘制 $E - \lg C$ 的校准曲线。

## 5.3 水样测定

5.3.1 用pH试纸测定水样pH值，控制水样，pH值在4.0~8.5之间（用1%  $\text{HNO}_3$  或 1%  $\text{NaOH}$  调节）。

5.3.2 将聚四氟乙烯管插入离子强度调节剂与待测溶液中，记录稳定电位值（每分钟变化不超过1mV）。由校准曲线查得水样中 $\text{Cl}^-$ 含量（mg/L）

## 6 结果计算

由 $E - \lg C$ 校准曲线直接查得 $\text{Cl}^-$ 含量（mg/L）。

## 7 精密度和准确度

测定了 $\text{Cl}^-$ 含量在31.0~144 mg/L之间的地面水、污水、酸洗废水、电镀废水、生化处理废水、彩管厂废水及三种浓度水平的标准溶液和国家二级标样，相对标准偏差在2.1%~4.4%之间。对以上水样进行了两种不同浓度水平的加标试验，回收率在94%~105%之间。

注意事项：

- （1）电极使用前，必须先活化。活化方法：在 $10^{-3} \text{ mol/L}$   $\text{NaCl}$ 溶液中浸泡1h。
- （2）测定过程中，如遇气泡聚积在电极表面，应去除，否则影响测定。
- （3）如果发现敏感膜表面磨损或沾污，应在细金相砂纸上抛光。
- （4）电极使用完毕后，应清洗到空白电位值，用滤纸吸干，避光保存。
- （5）水样盛放于塑料容器中以2~5℃冷藏的保存方法，最长保存28天。

## 8 参考文献

魏复盛等编著，水和废水监测分析方法指南（中册），pp. 454~456，中国环境科学出版社，北京，1997。