

中华人民共和国国家标准

UDC 614.777
:543.242
.3:546.21
GB 7489—87

水质 溶解氧的测定 碘量法

Water quality—Determination of
dissolved oxygen—Iodometric method

本标准等效采用国际标准ISO 5813—1983。本标准规定采用碘量法测定水中溶解氧，由于考虑到某些干扰而采用改进的温克勒（Winkler）法。

1 适用范围

碘量法是测定水中溶解氧的基准方法。在没有干扰的情况下，此方法适用于各种溶解氧浓度大于0.2 mg/L和小于氧的饱和浓度两倍（约20 mg/L）的水样。易氧化的有机物，如丹宁酸、腐植酸和木质素等会对测定产生干扰。可氧化的硫的化合物，如硫化物硫脲，也如同易于消耗氧的呼吸系统那样产生干扰。当含有这类物质时，宜采用电化学探头法。

亚硝酸盐浓度不高于15 mg/L时就不会产生干扰，因为它们会被加入的叠氮化钠破坏掉。

经稀释和酸化后，在有指示剂（3.7）存在下，本试剂应无色。

3.4 无水二价硫酸锰溶液：340 g/L（或一水硫酸锰380 g/L溶液）。

可用450 g/L四水二价氯化锰溶液代替。

过滤不澄清的溶液。

3.5 碘酸钾： $c(1/6 \text{KIO}_3) = 10 \text{mmol/L}$ 标准溶液。

在180℃干燥数克碘酸钾（ KIO_3 ），称量 $3.567 \pm 0.003 \text{g}$ 溶解在水中并稀释到1000ml。

将上述溶液吸取100 ml移入1000ml容量瓶中，用水稀释至标线。

3.6 硫代硫酸钠标准滴定液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 10 \text{mmol/L}$ 。

3.6.1 配制

将2.5 g五水硫代硫酸钠溶解于新煮沸并冷却的水中，再加0.4 g的氢氧化钠（ NaOH ），并稀释至1000ml。

溶液贮存于深色玻璃瓶中。

3.6.2 标定

在锥形瓶中用100~150 ml的水溶解约0.5 g的碘化钾或碘化钠（ KI 或 NaI ），加入5 ml 2mol/L

有氮物质存在时,按照8.1中规定处理。有还原物质存在时,按照8.2中规定处理。没有氧化或还

结果取一位小数。

7 再现性

分别在四个实验室内，自由度为10，对空气饱和的水（范围在8.5~9 mg/L）进行了重复测定，得到溶解氧的批内标准差在0.03~0.05 mg/L之间。

8 特殊情况

8.1 存在氧化性物质

8.1.1 原理

通过滴定第二个试验样品来测定除溶解氧以外的氧化性物质的含量，以修正第6章中得到的结果。

8.1.2 步骤

8.1.2.1 按照5.3中规定取二个试验样品。

8.1.2.2 按照5.4、5.5、5.6中规定的步骤测定第一个试样中的溶解氧。

8.1.2.3 将第二个试样定量转移至大小适宜的锥形瓶内，加1.5 ml硫酸溶液（3.1）〔或相应体积的磷酸溶液（见3.1注）〕，然后再加2 ml碱性试剂（3.3）和1 ml二价硫酸锰溶液（3.4），放置5 min。用硫代硫酸钠（3.6）滴定，在滴定快到终点时，加淀粉（3.7）或其他合适的指示剂。

8.1.3 结果表示

溶解氧含量 c_2 (mg/L) 由式(4)给出：

$$c_2 = \frac{M_r V_2 c f_1}{4 V_1} - \frac{M_r V_4 c}{4 V_3} \dots\dots\dots (4)$$

式中： M_r ， V_1 ， V_2 ， c 和 f_1 与第6章中含义相同；

V_3 ——盛第二个试样的细口瓶体积，ml；

$$f_2 = \frac{V_0}{V_0 - V_s - V'} \dots\dots\dots (6)$$

式中：V'与第6章含义相同；

V₀——盛第一个试验样品的细口瓶的体积，ml。

9 试验报告

试验报告包括下列内容：

- a. 参考了本国家标准；
- b. 对样品的精确鉴别；
- c. 结果和所用的表示方法；
- d. 环境温度和大气压力；
- e. 测定期间注意到的特殊细节；
- f. 本国家标准没有规定的或考虑可任选的操作细节。

附录 A
含有固定或消耗碘的悬浮物时的修正法*
(参考件)

A.1 原理

用明矾将悬浮物絮凝，然后分离并排除这种干扰。

A.2 试剂

在第 3 章中规定的试剂，此外尚需：

A.2.1 十二水硫酸钾铝 $[\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ ：
10% (m/m) 溶液。

A.2.2 氨溶液：13mol/L
 $\rho = 0.91\text{g/ml}$ 。

A.3 步骤