

Smart 现场分析仪测定化学需氧量、氨氮

周 雯, 史啸勇

(江苏省环境监测中心, 江苏 南京 210029)

摘 要: 对 Smart 现场分析仪测定化学需氧量、氨氮作了简单地介绍, 并用实际水样与化学法进行了对比试验。测定结果表明, 两者之间相对误差均在 11% 以内, 较为一致。仪器体积小、携带方便, 操作简单、快捷, 试剂消耗少, 可在现场从事应急监测。

关键词: 现场分析仪; 化学需氧量; 氨氮

中图分类号: O 830.7 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2000)01-0033-02

Determination of COD and NH₃-N by Smart Portable Instrument

ZHOU Wen, SHI Xiaoyong

(Jiangsu Provincial Environmental Monitoring Center, Nanjing, Jiangsu 210029, China)

Abstract: Determination of COD and NH₃-N by Smart portable instrument was briefly introduced, along with compare between chemical method and this method of analysis of real samples. The results showed the relative error was no more than 11%. The instrument is small, simple and fast in operation, less consumption of reagents. It is useful for accidental monitoring.

Key words: Portable instrument; COD; NH₃-N

Smart 现场分析仪由便携式工具包、COD 恒温加热器、Smart 比色计、比色管、适配器及相应的试剂等部分组成。可测定 COD、NH₃-N、Cr⁶⁺、Cu、NO₃-N、DO 等 42 个常规项目, 现对其中 COD、NH₃-N 两项作一介绍。

1 COD

1.1 原理

Smart 现场分析仪测定 COD 是用一定量的重铬酸钾在强酸性溶液中, 以银盐作催化剂, 经过高温消解, 氧化了水样中绝大部分有机物, 试样颜色不断发生变化, 比色测定重铬酸钾减少量, 得出水样的 COD 值。

1.2 适用范围

COD. STANDARD: 20 mg/L ~ 900 mg/L,
COD. LOW: 5 mg/L ~ 150 mg/L。

1.3 主要试剂

国外厂家提供的消解液价格昂贵, 今用自制的消解液进行试验, 取得令人满意的结果。

消解液 1, 用于 COD. STANDARD 测定: 称取基准试剂重铬酸钾 5.108 g(先在 120 °C 烘 2 h)溶

于 250 mL 去离子水中, 缓缓加入浓硫酸 83.5 mL, 加入硫酸汞 16.65 g 混合直至溶解, 冷却后, 移至 500 mL 容量瓶中用水稀释至标线; 消解液 2, 用于 COD. LOW 测定: 称取基准试剂重铬酸钾 1.275 g 溶于 250 mL 去离子水中, 以下同消解液 1。

1.4 测定

COD 恒温加热器预热至(150 ± 2) °C。在各比色管中分别加入 1.50 mL 消解液和 H₂SO₄-Ag₂SO₄ 溶液 3.5 mL, 加盖, 混匀, 冷却。再加入 2.5 mL 水样, 加盖, 充分混匀。同时用蒸馏水代替水样作空白。置比色管在恒温加热器中, 在(150 ± 2) °C 加热 2 h, 冷却, 于 Smart 比色计上校正空白后进行比色, 直接读取测定结果。

1.5 结果与讨论

1.5.1 加热器有 12 个孔, 一次可测定 11 个样品和 1 个空白。用 COD 标样以比色管在光度计中固定位置与随意放置两种情况进行观察测定, 结果列表 1。

收稿日期: 1999-04-01; 修订日期: 1999-09-27

作者简介: 周 雯(1968-), 女, 江苏常熟人, 工程师, 硕士, 曾发表论 2 篇。

表 1 比色管比色位置的比较 ($n=5$)

	固定位置		随意位置	
	x mg/L	202*	84.2**	218*
RSD %	8.3	6.0	25.0	11.6

* 标样给定值为 (202 ± 8) mg/L, 在 COD. STANDARD 档测定。

** 标样给定值为 (84.8 ± 5.7) mg/L, 在 COD. LOW 档测定。

从表 1 看出, 比色管在比色计中相对固定位置, 两种浓度标样的测定结果均在给定值范围内。比色管随意放置, 测定结果均超出给定值范围。因此, 比色管在比色计中放置位置应相对固定。

1.5.2 两种方法的对比试验见表 2。

表 2 仪器法和化学法对水样的对比测定 mg/L

样品名称	仪器法		均值	化学法	相对误差 %
南湖水*	46	22	34	62.4	-45.5
制药废水*	36	61	48.5	54.9	-11.7
造纸废水*	112	114	113	121	-6.6
造纸废水*	151	168	160	177	-9.6
造纸废水*	303	307	305	302	+1.0
造纸废水*	602	598	600	633	-5.2
秦淮河**	31	31	31	32.5	-4.6
石化废水**	6	2	4	12.7	-68.5
制药废水**	51	54	52.5	54.9	-4.3
造纸废水**	110	112	111	118	-5.9

* 在 COD. STANDARD 档测定, ** 在 COD. LOW 档测定。

从表 2 可看出, COD 值小于 100 mg/L 水样在 COD. STANDARD 档测定误差较大。此范围适用于 COD 值为 100 mg/L~900 mg/L 水样的测定, 与化学法的相对误差在 10% 之内。COD 值小于 20 mg/L 水样在 COD. LOW 档测定误差较大。此范围适用于 COD 值为 20 mg/L~150 mg/L 水样的测定。

2 NH₃-N

Smart 现场分析仪测定氨氮是应用纳氏试剂比色法原理, 测定范围低浓度为 0 mg/L~1 mg/L, 高浓度为 0 mg/L~3 mg/L。

先用水样荡洗比色管, 加至 10 mL 刻度, 放入

表 3 两种方法对氨氮的对比测定 mg/L

样品名称	仪器法	纳氏试剂法	相对误差 %
河水 1	56.6	52.4	3.9
河水 2	57.0	50.2	6.3
河水 3	8.53	7.46	7.1
河水 4	8.60	7.46	7.1
废水 1	118	95.4	10.3

比色计中进行空白校正后, 加 8 滴氨氮试剂 1 混匀, 再加 1.0 mL 氨氮试剂 2, 加盖混合, 5 min 后放入比色计从显示屏上直接读取氨氮值。用此法和纳氏试剂比色法进行对比测定, 结果列表 3。

3 结语

用 Smart 现场分析仪对 COD、NH₃-N 样品测定, 只要注意合适的测量范围及样品的预处理即可获得较满意的结果。实验证明 COD. STANDARD 适用于 COD 值 100 mg/L~900 mg/L 水样的测定, COD. LOW 适用于 COD 值 20 mg/L~150 mg/L 水样的测定。NH₃-N 在 0 mg/L~3 mg/L 范围测定结果较好, 只需 5 min 即可完成, 但仪器法测值均比纳氏试剂法高。Smart 现场分析仪体积小, 便于携带, 操作简单、快捷, 所用试剂少, 约为化学法的 1/10。

4 注意事项

4.1 COD 测定

4.1.1 比色管在加试剂前应充分干燥, 保持表面清洁, 测定时应用擦镜纸擦干净; 可用洗涤剂烫洗, 再用自来水、去离子水冲洗, 不能用毛刷刷洗。

4.1.2 样品溶液消解后, 应充分冷却至室温, 2 h 内测定。

4.1.3 比色管在比色计中的位置应相对固定, 可通过测定标样选出最佳位置。

4.1.4 仪器若长时间使用, 按“*”键过于频繁时易疲劳, 引起仪器零点飘移, 导致读数不稳定, 所以重复读数次数不宜太多, 一般 2 至 3 次即可。在测定完一组样品后, 宜测定一下空白, 若空白样仍为零, 则表明读数稳定, 否则应重新校正后测定。

4.1.5 低浓度样品必须在低范围内测定, 高浓度样品则需在标准范围内测定, 浓度特别高的样品需稀释后在相应范围内测定。特别强调: COD 小于 100 mg/L 的样品需在 5 mg/L~150 mg/L 档范围测定。

4.2 NH₃-N 测定

4.2.1 大部分样品不需预处理可直接测定。当样品浑浊时, 可用滤膜过滤; 若样品带色, 则可通过蒸馏预处理或通过用样品空白调节比色计至 100% T 以去除干扰。

4.2.2 高浓度样品需先稀释到测定浓度范围内方可测定。