

Ag₂SO₄ 测定水中 COD 法的改进

刘 真

(江苏石油勘探局环境监测站, 江苏 扬州 225261)

中图分类号: X 832

文献标识码: C

文章编号: 1006- 2009(2000)06- 0039- 1A

通过几年来的监测实践,发现石油勘探某些 COD 值较低的工业废水,可采用硫酸代替硫酸-硫酸银体系进行回流操作,其余步骤与国标法相同,结果表明两种体系得到的数据无显著性差异,空白亦要使用其相对应的体系。对某些工业废水,用两种方法对比测定,结果列表 1。

经 *t* 检验表明两种方法无显著性差异,可大大节约 Ag₂SO₄ 试剂,降低成本,减少二次污染。

表 1 废水中 COD 两种回流法对比测定 mg/L

样 品	H ₂ SO ₄ + Ag ₂ SO ₄	H ₂ SO ₄
经处理废水	30.4	30.2
真二站废水	347	347
扬家坝废水	503	470

收稿日期: 1999- 03- 16; 修订日期: 2000- 05- 06

作者简介: 刘 真(1968-),女,江苏如皋人,助理工程师,已发表论文 1 篇。

AgNO₃ 滴定水中 Cl⁻ 终点误差的校正

赵永志

(郑城县环境监测站, 山东 郑城 276100)

中图分类号: O 655.2

文献标识码: C

文章编号: 1006- 2009(2000)06- 0039- 1B

测定水中 Cl⁻ 一般采用 AgNO₃ 滴定法,当 AgCl 定量沉淀后,过量一滴 AgNO₃ 溶液与指示剂 CrO₄²⁻ 生成砖红色 Ag₂CrO₄ 沉淀,即为滴定终点。

在此方法中,经典空白实验能有效控制和校正试剂中杂质、器皿及操作过程中沾污等因素对分析结果的影响,但它在校正误差时,也存在一些不足。

(1) 水样滴定到终点是由乳白色变成砖红色,而经典空白实验是由透明的黄色转变成砖红色,两者色调变化不尽相同。因此,测试者对空白滴定终点易产生判断误差。

(2) 水样滴定过程生成的 AgCl 沉淀对 Cl⁻ 有较强的吸附,而空白实验中消耗 AgNO₃ 标准溶液的体积很小,难以校正 Cl⁻ 所带来的误差。

在测定过程中, K₂CrO₄ 指示剂的用量和 AgNO₃ 滴定液的浓度对测定结果均有影响,一般用加 CaCO₃ 来校正终点误差。在空白滴定中,加了一定量 CaCO₃ 作为沉淀背景,就能做到水样与

空白滴定终点色调变化基本一致。由试验可知,在未加 CaCO₃ 作沉淀背景时, AgNO₃ 溶液滴定空白量为 0.46 mL,消耗较高;在加入 0.2 g~ 0.5 g CaCO₃ 时, AgNO₃ 溶液滴定空白量均在 0.12 mL 左右,消耗量基本稳定;当 CaCO₃ 加入量超过 0.5 g 时, AgNO₃ 滴定空白量又趋增多,故可取 0.2 g CaCO₃ 作为空白实验的沉淀背景。

配制 4 种浓度 Cl⁻ 样品 (25 mg/L ~ 250 mg/L) 按《水和废水监测分析方法(第 3 版)》硝酸银滴定法进行测定,未加 CaCO₃ 的样品,相对误差在 0.5% ~ 3.0% 之间;加 CaCO₃ 作背景校正的样品,其相对误差在 0.1% ~ 0.4% 之间,从而提高了测定结果的准确性。

收稿日期: 2000- 06- 09; 修订日期: 2000- 08- 25

作者简介: 赵永志(1971-),男,山东郯城人,助理工程师,大专,曾发表论文 1 篇。

本栏目责任编辑 李延嗣