

• 工作经验 •

# 重铬酸钾分光光度法测定 COD 的改进

刁凤鸣, 徐建平

(上海浦东新区环境监测站, 上海 201200)

中图分类号: O657.32

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2003)03-0031-01

使用美国 HACH 公司 DR/2010 型分光光度计测定 COD, 需用原装消解液, 费用较大。今自配低浓度 COD 消解液和自建校准曲线代替原装消解液和仪器内存曲线, 取得了满意的测定结果。

## 1 试验

自配消解液:  $C(1/6K_2Cr_2O_7) = 0.104 \text{ mol/L}$  重铬酸钾溶液与硫酸-硫酸银溶液以 1:5 体积比混合摇匀。其他试剂、仪器及试验步骤均同文献[1]。

## 2 结果与讨论

### 2.1 校准曲线的绘制

采用 300 mg/L COD 标准溶液, 绘制标准曲线, 得线性回归方程:  $y = 2.25 \times 10^{-3} - 3.43 \times 10^{-3}x$ ,  $r = -0.9997$ 。

### 2.2 精密度

配制 15.0 mg/L、45.0 mg/L 和 75.0 mg/L COD 标液, 用自配消解液和自建校准曲线进行 6 次平行测定, 相对标准差 < 3%, 精密度好。

### 2.3 加标回收率和准确度

在废水样品中加入邻苯二甲酸氢钾标准溶液, 检验自配消解液和自建校准曲线测定样品的结果。在 COD 为 29.4 mg/L 和 37.1 mg/L 时, 加标回收率在 99% ~ 102% 之间。又用国家环境保护总局标准物质研究所 COD 标准样进行验证, 测定结果均在其保证值范围内, 准确度较好。

### 2.4 自建校准曲线与仪器校准曲线的对比

用自配消解液和自建校准曲线与仪器内存校准曲线对测定结果进行对比, 见表 1。

从表 1 可见, 用仪器内存校准曲线得出的测定结果均高于自建校准曲线的测定结果; 对标准样品, 仪器内存校准曲线得出的测定值超出了标样给定值范围, 用自建校准曲线计算的标样值, 则在其给定值的范围内。由此可以看出, 原仪器内存校准

曲线适用于该公司原装消解液。改用了自配消解液, 则应用自建校准曲线才能得到准确的结果。

表 1 两种校准曲线计算的结果 mg/L

水样	自建校准曲线	原内存校准曲线
标准样 <sup>①</sup>	181	199
地表水样 1 <sup>#</sup>	15	19
地表水样 2 <sup>#</sup>	14	17
化工厂水样 1 <sup>#</sup>	75	80
化工厂水样 2 <sup>#</sup>	75	82

①标准样的给定值: 182 mg/L ± 9 mg/L。

### 2.5 自建校准曲线光度法与重铬酸钾法<sup>[2]</sup>对比

用自配消解液和自建校准曲线光度法与重铬酸钾法测定 4 种地表水样进行对比, 结果列表 2。

表 2 两种测定方法的对比 mg/L

水样	重铬酸钾法	自建校准曲线 分光光度法	相对误差 <sup>①</sup> /%
地表水 1 <sup>#</sup>	25.6	25.8	0.8
地表水 3 <sup>#</sup>	31.7	31.9	0.6
地表水 2 <sup>#</sup>	19.0	18.4	-3.2
地表水 5 <sup>#</sup>	11.9	11.6	-2.5

①以重铬酸钾法为基准。

由表 2 可见, 用自配消解液和自建校准曲线光度法与重铬酸钾法对同一样品进行对比, 相对误差在 ±3.5% 以内, 结果基本一致, 有较好的可比性。

用自配消解液, 通过自建校准曲线来测定样品 COD 值, 具有较好的准确性、可靠性和实用性; 若用仪器内存校准曲线则存在较大的误差。

[参考文献]

[1] EPA 410.4-1996, 水质 化学需氧量的测定 重铬酸钾分光光度法[S].

[2] GB11914-89, 水质 化学需氧量的测定 重铬酸盐法[S].

收稿日期: 2002-08-13; 修订日期: 2003-01-05

作者简介: 刁凤鸣(1972-), 女, 上海人, 助理工程师, 大专, 从事环境监测和综合报告分析等工作。