

HACH 分析仪测定 COD 的注意事项

何 谨

(泰州市环境监测中心站, 江苏 泰州 225300)

中图分类号: X832

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2008)05-0034-01

HACH 分析仪由 45600 型恒温反应器、DR-890 型分光光度计、专用反应比色管和相应的试剂等组成, 它可测定 COD、NH₃-N、Cr⁶⁺、NO₃⁻-N、DO 等 42 个常规项目。该仪器体积小、携带方便、操作简单快捷、试剂消耗少, 可在现场测定。HACH 分析仪测定 COD 的原理是在强酸介质中, 重铬酸钾与水样在专用反应管中于 150 °C 密闭回流 2 h, 试剂中的 Cr⁶⁺ 被水样中还原性物质还原成绿色 Cr³⁺, 在波长 420 nm(水样 COD < 150 mg/L) 或 620 nm(水样 COD > 150 mg/L) 测定 Cr³⁺ 的吸光值, 根据仪器内存工作曲线, 可从分光光度计上直接读取水样 COD 值。现就 COD 测定中应注意的问题作一阐述。

1 仪器法和化学法对水样的对比测定

为适应测定不同质量浓度 COD 水样的需要, 今配制了 0.017 3 mol/L 低浓度重铬酸钾消解液(测定 0 mg/L~150 mg/L COD 水样) 和 0.173 mol/L 高浓度重铬酸钾消解液(测 150 mg/L~1 650 mg/L COD 水样), 为考察其消解效果, 选择了 6 个工业废水样同时用仪器法和重铬酸钾经典法作对比测定, 结果见表 1。

表 1 仪器法与重铬酸钾经典法对比测定 (n=2)

样品名称	仪器法 ^①	经典法	相对误差 ^④
	$\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	$\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	/ %
印染废水 ^②	84	76	10.5
石化废水 ^②	56	52	7.7
石化废水 ^③	112	100	12.0
电镀废水 ^③	88	66	33.3
电化废水 ^③	534	520	2.7
化纤废水 ^③	1 162	1 143	1.7

①用仪器原内存曲线得出的结果。 ②用低浓度消解液消解。
③用高浓度消解液消解。 ④以重铬酸钾经典法为基准。

由表 1 可知, 在测定 0 mg/L~150 mg/L 水样时, 用低浓度消解液消解, 仪器法与重铬酸钾经典法测定

结果的相对误差在 10% 以内, 而用高浓度消解液消解低含量水样, 两者测定结果的相对误差很大, 所以, COD > 150 mg/L 的水样应用高浓度消解液消解, 其测定误差较小。

刁凤鸣^[1]指出, 在用自配消解液消解水样的测定中, 应用自建校准曲线得出水样测定结果, 更为合理, 测定误差更小。

2 注意事项

(1) 测定悬浮物较多样品时, 应将样品放在磁力搅拌器上振荡, 低温加热数分钟, 以使样品充分混合并溶解, 然后再取样分析。

(2) 比色管使用前应充分干燥, 玻璃表面应光洁透明, 测定时用擦镜纸擦干净。可用洗液或超声波清洗, 再用自来水、去离子水冲洗, 不可用毛刷刷洗。

(3) 低浓度样品应选择 420 nm 波长测定, 高浓度样品可选择 620 nm 波长测定, 浓度特别高的样品需经稀释后在相应范围内测定。

(4) 每批样品需同时用自配高低两种质量浓度的标准溶液进行校核。

(5) 样品溶液消解后, 应充分冷却至室温, 2 h 内比色。

(6) 比色过程中应不断校正空白, 空白为零, 表明读数稳定, 否则应重新校正。

(7) 应用自配消解液消解水样时, 最好用自建校准曲线求得测定结果。

[参考文献]

[1] 刁凤鸣, 徐建平. 重铬酸钾分光光度法测定 COD 的改进[J]. 环境监测管理与技术, 2003, 15(3): 31.

收稿日期: 2008-07-25; 修订日期: 2008-10-11

作者简介: 何 谨(1967-), 女, 江苏泰州人, 工程师, 大学, 从事环境监测工作。