

COD 测定仪使用中的几个问题

胡 彬, 向 军, 龙 麟

(常州市排水管理处, 江苏 常州 213022)

中图分类号: X 853

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2005)04-0043-01

HACH COD 测定仪具有测量范围宽、试剂用量少、能耗低、操作方便和二次污染小等特点, 现已广泛应用于环境监测及相关行业, 但在使用 HACH COD 测定仪时, 仍存在若干问题。

1 比色时间对测定结果的影响

按照该仪器测定方法对不同浓度的 7 个水样进行消解, 然后在 12 h 内测定, 结果见表 1。

表 1 比色时间与测定结果的关系 mg/L

时间 ^① t/h	样 品						
	1	2	3	4	5	6	7
0.5	193	303	958	73	1 314	563	216
1	170	287	907	62	1 271	507	191
5	166	288	898	65	1 279	509	193
12	168	283	901	63	1 268	502	197

① 消解结束开始计时。

表 1 可见, 冷却 0.5 h 比色得到的测定结果偏高, 冷却 1 h、5 h 和 12 h 的测定结果相近。

2 样品均匀性的影响

HACH COD 测定仪只需 2.0 mL 水样就可测定, 取样量小, 测定污水时应考虑样品的均匀性。当水样悬浮物较多, 均匀性差时, 取样前必须将水样充分搅拌均匀。将生活污水搅拌前后取样分析的测定结果见表 2。

表 2 搅拌前后的测定结果比较 (n=8)

名 称	未充分搅拌	充分搅拌
测定均值 $\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	197	202
RSD / %	10.0	3.4

结果表明, 充分搅匀后取样的测定结果精密度明显好于未充分搅匀的测定结果。

3 消解管对测定结果的影响

样品消解管即比色皿, HACH COD 测定仪的消解管对测定结果影响较大。受制作工艺的条件影响, 消解管的圆形状态、管壁厚度、材质均匀等因素均能影响吸光值。对单一消解管而言, 虽然其对吸光值的影响有特定分布模型, 但测定繁杂, 评估其分布模型意义并不大。而多支消解管对吸光值的影响符合正态分布, 故在不考虑消解液批次和试剂影响下, 可用消解管引起的不确定度分量评估。

配制 100 mg/L、500 mg/L 和 1 000 mg/L COD 标准溶液, 随机取 3 个 20 mg/L ~ 1 500 mg/L 范围的消解管消解, 比色时转动消解管, 从不同角度 (8 个) 比色 (尽量均匀转动一圈), 同时再对上述消解管作 3 个角度任意比色, 以分别计算其不确定度分量 U 。当 $n > 8$ 时, U 可用样本标准偏差评价; 当 $n < 6$ 时, 则用极差 $\sqrt{n}C$ 评估 (C 为极差参数, 可查表获得), 结果见表 3。

表 3 消解管不同角度和次数时的比色结果 (n=8) mg/L

COD 标液	1	2	3	4	5	6	7	8	U
100	103	110	98	89	111	101	105	96	7.3
	106	99	94						4.3
500	489	503	511	510	495	498	507	502	7.6
	508	499	497						3.9
1 000	986	1 008	996	995	982	983	992	982	8.5
	1 003	991	989						4.3

由表 3 可见, 消解管对测定结果影响较大, 为减少其影响和工作量, 比色时可转动消解管, 从不同角度比色 3 次, 取平均值。

收稿日期: 2004-08-06 修订日期: 2005-05-21

作者简介: 胡 彬 (1976-), 女, 吉林通化人, 助理工程师, 大学, 从事水质分析工作。