

库仑法测定 COD 的改进

刘海强, 陈志军

(张家港港务局环保 卫生处, 江苏 张家港 215633)

中图分类号: O 657. 12

文献标识码: C

文章编号: 1006- 2009(2001)02- 0038- 01

今对库仑法测定 COD 存在的几个问题作了改进, 以保证试验结果的重现性与稳定性, 提高测定的精密度和准确度。

1 试验

1.1 主要仪器和试剂

均按《水和废水监测分析方法(第 3 版)》第 357~ 359 页。

1.2 标定

吸取 0.050 mol/L $K_2Cr_2O_7$ 溶液 3.00 mL, 加水 10 mL 和 $H_2SO_4-Ag_2SO_4$ 溶液 17 mL, 以下按《水和废水监测分析方法(第 3 版)》测定步骤进行。一般标定值应在 102 mg/L 以上。

1.3 测定

用 0.050 mol/L $K_2Cr_2O_7$ 溶液 3.00 mL 时, 取工业废水水样 10 mL, 以下按标定步骤进行。

1.4 消除氯离子的干扰

水样中氯离子在 60 mg/L 以下, 可直接测定。氯离子大于 100 mg/L 小于 500 mg/L 时, 可取适量水样(约 12 mL)于小烧杯中, 加 6 mol/L 硫酸溶液 1 滴, 调节 pH 值至微酸性, 加 500 g/L 硝酸银溶液 2~ 4 滴搅拌均匀, 生成白色氯化银沉淀, 再加硫酸铝钾试剂 0.2 g 使之溶解, 静置片刻, 待沉淀凝聚后, 吸取上清液进行库仑测定。当水样氯离子大于 500 mg/L 时, 可取适当水样于小烧杯中, 用 6 mol/L H_2SO_4 调节 pH 值至微酸性, 加 $AgNO_3$ 0.1 g~ 0.2 g, 充分搅拌, 待溶解后, 生成 $AgCl$ 沉淀, 静置片刻, 待沉淀呈絮状凝聚后, 可取上清液进行测定。

当水样含有悬浮物, 而氯离子小于 100 mg/L 时, 可在 10 mL 水样中加入 200 g/L 硫酸汞溶液 1~ 2 滴即可消除干扰。

水样经过处理后, 上清液需检查不含有 Cl^- 。即吸取上清液约 10 mL 放入小试管中, 加少许

$AgNO_3$, 观察是否生成乳白色溶液, 如有此种现象, 则不符合要求。

2 结果与讨论

2.1 实验水的选择

用去离子水、蒸馏水和重蒸蒸馏水分别配制邻苯二甲酸氢钾标准溶液(COD 为 500 mg/L, 经典法测得), 测定结果表明以重蒸蒸馏水为最好, 其次是蒸馏水。一般用 0.050 mol/L $K_2Cr_2O_7$ 溶液 3.00 mL 测定空白水样, 测定值在 102 mg/L 以上方可使用。

2.2 电解电流的选择

用 COD 为 120 mg/L 水样, 分别在 10 mA、20 mA 和 40 mA 电解电流下进行 5 次测定, 结果表明 20 mA 时数据重复性好, 40 mA 较差, 10 mA 则测定时间延长。

2.3 消解条件的选择

《水和废水监测分析方法(第 3 版)》的库仑法消解需要加热回流 15 min, 所需仪器设备较多, 现将大批样品在高压高温(0.15 MPa, 127 °C)下消解 10 min, 且无锥形瓶爆裂和样品飞溅损失等缺点。今采用该法对邻苯二甲酸氢钾标液(COD 500 mg/L)和生活污水样品进行多次重复测定, 相对标准偏差约 1%, 精密度较好。

2.4 电极铂片的清洗

当水样浑浊或氯离子含量较高时, 电解阴极铂片及指示电极单铂片经多次测定后, 易吸附沉淀杂质而影响测定灵敏度和准确度。在测定过程中, 铂片应保持光亮, 若有沾污, 可用 4 mol/L HNO_3 溶液浸洗或用 $\varphi(NH_4OH) = 1\%$ 氨水浸泡铂片片刻, 再用蒸馏水洗净, 在铂片光亮后便可使用。

收稿日期: 2000- 08- 21; 修订日期: 2000- 11- 22

第一作者简介: 刘海强(1974-), 男, 江苏张家港人, 技术员, 大专。

本栏目责任编辑 李延嗣