

重铬酸钾法测定化学需氧量的几点体会

金 辉 (宁夏回族自治区环保研究所 银川 750021)

王 旭 (银川市自来水总公司水质监测站 银川 750021)

摘要 重铬酸钾法是测定工业废水中化学需氧量的国家标准方法,通过大量实验对 COD_{Cr} 的测定进行探索,提出几点体会。

关键词: 重铬酸钾法 化学需氧量 测定

对于工业废水,我国规定用 COD_{Cr} 法测定,即在强酸性溶液中,一定量的重铬酸钾氧化水样中还原性物质,过量的重铬酸钾以试亚铁灵作指示剂,用硫酸亚铁铵溶液回滴。根据用量算出水样中还原性物质消耗氧的量。本文对 COD_{Cr} 法的操作细节谈几点体会。

1 仪器和试剂

完全按参考文献^[1]上的装置及试剂配制的要求进行。

2 实验部分

2.1 取 20.00mL 混合均匀的水样于 250mL 磨口的回流锥形瓶中,准确加入 10.00mm 的重铬酸钾标准溶液,连接磨口回流冷凝管,从冷凝管上口慢慢加入 30mL 硫酸——硫酸银溶液,轻轻摇动锥形瓶使溶液混匀,加热回流 2h。

2.2 冷却后,用 90mL 水冲洗冷凝管,冷后加 3 滴试亚铁灵指示剂,用硫酸亚铁铵标准溶液滴定,溶液由黄色经蓝绿色至褐色即为终点。

2.3 测定水样的同时,以 20mL 重蒸馏水,按上

同样步骤进行空白实验。

3 实验结果

以中国环境监测站 COD_{Cr} 标样进行检测。见表 1,424 号样,结果表明按上述实验条件测定水样中 COD_{Cr} 其准确度和精密度均是可靠的。

4 实验讨论

通过在上述实验中,对 COD_{Cr} 方法中一些步骤进行探索,得出一些经验。

4.1 空白实验应注意的问题

4.1.1 在与水样进行的空白实验中,应做空白平行;用于空白的回流装置应固定,减少空白误差。

4.1.2 当废水样氯离子含量超过 30mg/L 时,应先把 0.4g 硫酸汞加入回流锥形瓶中,再加样;此时空白也应加入 0.4g 硫酸汞。

4.2 回流过程应注意的问题

4.2.1 回流过程要防止断电、断水,当回流被迫停止后,不可等来电来水后继续回流,只有重新装样回流,必须连续回流 2h。

表1 标样分析结果

样号	标准值 (mg/L)	测定值(mg/L)						平均值 (mg/L)	S	CV (%)
		X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	X ₅	X ₆			
424	103 ±3	104	105	102	102	101	103	103	1.48	1.44
122	202 ±8	202	198	201	203	199	201	201	1.90	0.94

4.2.2 在下工厂监测时,发现有的操作人员为省事,在用 90mL 水冲洗冷凝管壁,不用量筒量取,而是用洗瓶凭经验冲洗,这样会导致溶液总体积少于 140mL,从而因酸度过大,滴定终点反复。

4.2.3 在回流装置有限,水样数量较大时,在回流完毕后,可以不用等回流的水样完全冷却后再加水,而可以在停止回流后,水样温度在 50、60 左右时就可以加水冲洗,节约一轮实验时间,表 1 中 425 号标样的测定结果就是以此法操作。

4.3 滴定过程中应注意问题

4.3.1 水样完全冷却到室温时再滴定。

4.3.2 每次滴定时从滴定管零点开始滴定,使滴定时,读数在滴定管刻度的同一部分,减少刻度本身不一致而引起的误差。

在标定硫酸亚铁铵时,最好与水样滴定过程同时滴定,特别是在夏季,室温较高时,以减少硫酸亚铁铵浓度变化带来的影响。

4.4 水样应注意的问题

4.4.1 水样采集后,应尽快分析。在采集时加入 H_2SO_4 使 pH 值小于 1,以易保存。

4.4.2 在取样时,水样一定要摇匀,上清液与底部 COD_{Cr} 值有时会有几十倍的差距。

4.4.3 需要稀释的水样,稀释时取样量最低不得少于 5mL; COD_{Cr} 值过高的水样要逐级稀释,以减少稀释所产生的误差。

4.5 玻璃仪器洗涤应注意问题

4.5.1 锥形瓶一般不要用洗衣粉洗涤,在整个实验中有大量的酸,锥形瓶用完后,只须用水和刷子不断冲刷就可以,如果较脏,必须用洗衣粉洗,洗后必须用酸泡,其它器皿也一样,用洗衣粉洗后,必须用酸浸泡。

4.5.2 冷凝管用后,一般情况用蒸馏水冲洗即可,不用时冷凝管上用滤纸等盖好,用前用蒸馏水冲洗。

参考文献

- 1 国家环保局.水和废水分析方法.北京:中国环境科学出版社.1989

(收稿日期:2000-08-09)

(上接第 97 页)
大局来规范自身行为和处理好群众信访问题,不能失信于民,流于形势。要从处理每个信访案件做起,通过扎实有效的工作和良好的业务素

质,在党和政府与人民之间构筑“连心桥”、“绿色通道”。

(收稿日期:2000-10-12)

(上接第 87 页)
及目标文本时,应该把实施 ISO 14000 系列标准作为增创对外发展新优势和提高企业自身势力

的重要手段来抓。

(收稿日期:2000-11-01)