

影响 COD 快速测定的因素探讨

高素平

(南平市环境监测站,福建 南平 353000)

摘要:本文针对 COD 快速测定法在水质测定中所受到的实验条件的影响,介绍了对测定量程、冷却温度、测定时间等条件的研究,并在此基础上提出了适应的条件范围。

关键词: COD;水质测定;条件范围

中图分类号: O657.3 **文献标识码:** A **文章编号:** 1009 - 8143(2006)02 - 0033 - 02

Discussion on the influence factors of COD quickly measure method

Gao Suping

(Nanping environmental Monitoring Station, Nanping, Fujian, 353000, China)

Abstract: Through the elucidation of the experiment terms' influence in COD quickly measure method to the water quantity measuring, the passage introduces the research that what the terms of how to measure the density's scope, the temperature for cooling off and the perfect time are. The appropriate terms and scopes are given.

Key words: COD; Water quantity measuring; Terms and scopes

1 前言

目前,在卫生防疫、企业污染治理、环保等许多领域,常用多功能水质测定仪测定水中 COD。该方法具有操作简便、快速、特别适用于大批量样品的测定,而且比较节能,同时避免了经典的酸性 K_2CrO_7 测定法中存在大量的残余硫酸,以及具有毒性的 K_2CrO_7 在化验室内直接排放对环境水体造成了二次污染。但是,该方法在测定的过程中有许多因素可能影响测定结果的准确度和精密性。因此,下面就测定量程、冷却温度、测定时间等条件的选择进行实验研究、归纳和总结,希望可以为采用多功能水质测定仪测定废水中 COD,提供有价值的实验条件和参考依据。

2 试验部分

2.1 仪器、试剂

2.1.1 仪器:德国 WTW - PhotoLab S12 多功能水质测定仪(光电比色计),WTW - CR3200 加热消解器,加热管(比色管)。

2.1.2 试剂:

标准溶液:采用国家环境监测总站的 COD 标

准样品。取原标准样品 10.00ml,用蒸馏水稀释至 250ml,摇匀。(标准溶液真值为: 110 ± 5 mg/l)。

测试试剂:本方法使用的测试试剂由代码分别为 A 和 B 的两种试剂按给定的体积配制而成,构成试剂配体(A+B),其中 A 的型号为 A - 14538,而 B 的型号有 B - 14681、B - 14682 两种形式。当试剂配体为(A - 14538 + B - 14681)时,COD 浓度的测定范围 4.0 ~ 40.0mg/l;当试剂配体为(A - 14538 + B - 14682)时,COD 浓度的测定范围 10.0 ~ 150mg/l。(测试试剂由德国 WTW 中国技术服务中心厦门隆力德环境技术开发有限公司提供)。

2.2 实验步骤

在一只加热管中加入试剂(A - 14538)0.30ml,试剂(B - 14681)2.85ml;在另一只加热管中加入试剂(A - 14538)0.3ml,试剂(B - 14682)2.85ml,摇匀。分别加入标准溶液 3.00ml,加盖拧紧、摇匀,放入加热消解器中,在 148 ± 2 加热消解 2 小时,取出冷却,10 分钟后再次摇匀,继续冷却至室温,在多功能水质测定仪(光电比色计)上比色测定。

3 结果与讨论

3.1 COD 浓度测定范围的选择

收稿日期:2005 - 8 - 15

作者简介:高素平(1958 ~),女,工程师,从事环境监测工作。E-mail: item@fjchangfu.com

由于试剂配体 (A - 14538 + B - 14681)、(A - 14538 + B - 14682)测定的 COD 浓度范围不同,下

列采用二种不同试剂配体所对应的测定浓度进行实验,结果如下:

表 1 不同 COD 浓度测定结果比较

(A - 14538 + B - 14682) (水样未稀释)	结果 (mg/l)	相对误差 (%)	(A - 14538 + B - 14681) (水样稀释 5倍)	结果 (mg/l)	相对误差 (%)
1#	108	- 1.8	1#	104	- 5.5
2#	107	- 2.7	2#	105	- 4.5
3#	105	- 4.5	3#	103	- 6.4
4#	106	- 3.6	4#	104	- 5.5
5#	107	- 2.7	5#	102	- 7.3

由表 1 可知,在相同的实验条件下,两种不同的试剂配体在其对应的 COD 浓度值范围内,测定结果的相对误差有明显的差异。当采用 (A - 14538 + B - 14682)试剂配体,及标准溶液未经过稀释就直接测定的结果,与真值的相对误差为 - 1.8% ~ - 4.5%,基本上符合测定允差的要求;而采用 (A - 14538 + B - 14681)试剂配体,及标准溶液经过稀释 5 倍后测定的结果,与真值的相对误差为 - 5.5% ~ - 7.3%,即低浓度下出现测定结果偏低现象。其原因是由于低浓度影响化学反应速度、转化率以及体系不稳定等。另外,由于测试过程中所取的水样体积仅 3.00ml,若选择测定 COD 的浓度过大,必然引起取样时产生的误差太大,造成结果的准确度下降。

所以,在实际工作中,测定高浓度 COD 水样时,要适当稀释,使浓度落在 40.0 - 150mg/l 之间,同时选择 (A - 14538 + B - 14682)试剂配体较为合适。

3.2 消解后冷却的温度对测定的影响

下面采用 (A - 14538 + B - 14682)试剂配体,浓度为 110 ± 5mg/l 标准溶液进行实验,考察了消解后比色管的冷却温度对测定结果影响。

表 2 不同的冷却温度对应的测定结果 (室温: 30 ± 2)

温度	实测结果 (mg/l)
40	132
35	128
32	112
30	109

在实验过程中,用加热器加热比色管到 148 且恒温 2 小时,取出比色管并放置在空气中自然冷却,10 分钟后晃动比色管一次,继续冷却至室温,这一点非常重要。如表 2 所示,发现在溶液未冷却到

室温时的测定结果明显偏高。由于热溶液使比色管内壁产生雾气,因为是比色测定,雾气使溶液透光率下降,造成测定结果偏高。

3.3 溶液放置的时间对测定的影响

待测溶液放置冷却的时间长短对测定有影响,笔者在既定的实验条件下,做同一份溶液在冷却到室温后,继续放置不同时间段进行比色测定,测的结果如表 3 所示。

表 3 放置的时间对测定结果影响的比较

时间 (小时)	实测结果 (mg/l)	时间 (小时)	实测结果 (mg/l)
0.5	109	2.5	106
1.0	108	3.0	105
1.5	107	3.5	103
2.0	108	4.0	101

从表 3 可以看出,溶液冷却到室温后可稳定 2 小时左右,超过 2 小时后 COD 的浓度开始有缓慢的下降,因此待测溶液不宜放置时间过长,溶液冷却到室温后应及时测定,否则使测定结果偏低。

综上所述:采用 WTW — PhotoLab S12 光电比色计进行 COD 测定中,对于高浓度的样品,应做适当的稀释,COD 浓度控制在 40 - 150mg/l,同时选择 (A - 14538 + B - 14682)试剂配体较为合适;其次,体系的温度对测定有影响,一定要冷却至室温后再比色,这一点非常重要;另外,溶液冷却到室温后应及时测定,若消解后放置过夜或放置时间过长都会影响测定结果的。

参 考 文 献

- [1] 魏福盛等. 水和废水监测分析方法 [M]. 第四版. 北京: 中国环境科学出版社, 2002.