

氯离子对化学需氧量测定结果的影响

周向红

上海市松江区环境监测站 上海 201613

摘要:利用重铬酸钾法和分光光度法,比较测定含有大量氯离子样品的化学需氧量(COD),以发现对相同水体两种方法在抗氯离子干扰的不同优势,可以指导分析人员根据氯离子浓度,选择相应的测方法。

关键词:氯离子 化学需氧量 重铬酸钾法 分光光度法

Chloride ions on the determination of chemical oxygen demand effect

Zhouxianghong

Environmental Monitoring Station, Song Jiang, Shanghai, 201613

Abstract: Use of the potassium dichromate method and spectrophotometry, determination and comparison of containing large amounts of chlorine ion chemical oxygen demand (COD), to find the same water of two methods in the resistance to chloride ion interference of different advantages, can guide the analysis according to the concentration of chloride ions, select the corresponding detection method.

Keywords: Chloride chemical oxygen demand potassium dichromate spectrophotometric method

据《水质 化学需氧量 重铬酸钾法》,使用0.4g硫酸汞络合氯离子的最高含量达40mg,如使用20ml水样,即最高可络合2000mg/l氯离子,但是要获得一个在大量氯离子存在的水样中,对COD测定值影响程度的确切数值,并不容易。现今,通常用于分析COD的方法主要有重铬酸钾法和分光光度法等。下面对重铬酸钾法和分光光度法对氯离子的抗干扰性进行比较,并探讨其优缺点。

1、实验部分

1.1 测定原理

重铬酸钾法(GB/11914-1989)原理:在强酸性溶液中,用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做指示剂,用硫酸亚铁铵回滴。根据硫酸亚铁铵的用量计算出水样中还原性物质消耗氧的量。

分光光度法(USEPA410.4-1996)原理:用一定量的重铬酸钾在强酸性溶液中,加入硫酸汞去除氯离子的干扰,在银催化下,经过高温及反应溶液COD浓度与吸光度成线性关系,比色得出样品浓度。

1.2 主要仪器和试剂

1.2.1 仪器

DR2800分光光度计、COD反应器、反应测定管、回流装置、电炉、酸性滴定管。

1.2.2 试剂

重铬酸钾标准溶液、试亚铁灵指示液、硫酸亚铁铵标准溶液(临用前标定)、硫酸-硫酸银溶液、硫酸汞、重铬酸钾消解试剂、邻苯二甲酸氢钾、氯化钠、防暴沸玻璃珠。

1.2.3 样品

样品用优级纯邻苯二甲酸氢钾、氯化钠等配制,装于500ml瓶中,约含有1000mg/l氯离子。样品COD配制值为164mg/l,为六次分析、每次共十八个数据的平均值, $F=1.53 < F_{0.95}(5,12)=3.11$,均

表 1

测定方法 测定次数	重铬酸钾法 (mg/l)	分光光度法	
		0-1500mg/l	0-150mg/l(稀释 2.5 倍)
1	174	177	165
2	182	184	172
3	190	169	165
4	174	172	168
5	170	169	168
平均值	178	174	168

匀性检验通过; $t=0.43 < t_{0.05}, 16=2.12$,稳定性检验通过^[2]。

1.3 实验步骤^[1]

1.3.1 重铬酸钾法

取样品(1.2.3)20ml于250ml锥形瓶,加入10ml重铬酸钾标准溶液和几粒防暴沸玻璃珠,摇匀,将锥形瓶接到回流装置冷凝管下端,接通冷凝水。从冷凝管上端缓慢加入30ml硫酸银-硫酸试剂,摇匀。自溶液开始沸腾起回流2小时;冷却后,用90ml水自冷凝管上端冲洗冷凝管后,取下锥形瓶;溶液冷却至室温后,加入3滴试亚铁灵,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定,溶液的颜色由黄色经蓝绿色变为红褐色即为终点。记下硫酸亚铁铵标准滴定溶液的消耗毫升数V1。

计算公式: $COD_{Cr}(mg/l) = (V_0 - V_1) \cdot C \times 8 \times 1000 / V$

1.3.2 分光光度法

移取2ml的样品(1.2.3),放入重铬酸钾消解试剂中,密封,在COD反应器上加热两小时,冷却到室温后,比色得出样品浓度。

2、结果与讨论

2.1 测定结果(如表1)

2.2 质控措施

以编号GSBZ50001-88,200143(202±8mg/l)的标准溶液作质控样,两种方法的测定结果分别为200mg/l(重铬酸钾法)和196mg/l(分光光度法),符合要求。

2.3 两种方法的优缺点

大量分析实验证明,重铬酸钾法测定水中COD,准确,抗干扰性强,但在进行大批量分析时,耗时费力。分光光度法,简便、快速、安全,工作效率高。

3、结语

(1)两种方法对约含有1000mg/l氯离子的样品进行检测时,测定结果都要比样品配制值偏高。(2)在抗氯离子干扰方面,两种方法具有可比性。从测定结果来看分光光度法中位值更接近配制值,更趋于准确。所以,在面对一些含有高氯离子的水样时,分析人员可以酌情选择分光光度法。(3)一般来说高于150mg/l的样品用(0-1500)mg/l标线分析,而对于浓度在(150-200)mg/l之间的样品,如果稀释后用(0-150)mg/l的标线分析,结果更趋于准确(见表)。

参考文献

- [1]《水和废水监测分析方法》.中国环境科学出版社,第四版。
[2]史书良,王景新.《统计学原理》.北京交通大学出版社,2009.1。