

1978 年。

[2] 日本分析化学会北海道分会编,孙铁甯等译,水的分析,(修订版),271 页,中国建筑工业出版社,1979

年。

[3] I. M.柯尔蜀夫等著,梁树权译,容量分析,三卷,70 页,科学出版社出版,1964 年。

用密封瓶法测定化学耗氧量

尹 承 赫 文 河 奎

(延边环境保护监测站)

化学耗氧量 (COD) 和生化需氧量 (BOD) 都是表示水中有机污染物含量多少的重要指标。目前测定 COD 一般采用重铬酸钾回流法。此法虽然可靠,但在操作烦琐、药品浪费、占用空间大等缺点,不适于大批样品的测定,近年来不少人对此法进行了改进。

自 1975 年 Jirka^[1] 等研究半微量自动方法以来, Best^[2] 等发表了密封管法。为适应工作需要,本文以密封管法为基础,用磨口锥形瓶代替密封管测定 COD。

一、主要试剂和仪器

1. 消化液 取 4.9035 克重铬酸钾、83.5 毫升浓硫酸, 16.7 克硫酸汞置于 200 毫升蒸馏水中,冷却后稀释到 500 毫升。

2. 催化剂溶液 取 22 克硫酸银置于 2.5 升浓硫酸中。可先将硫酸银溶于少量热浓硫酸中,再加入其余浓硫酸。

3. 硫酸亚铁铵滴定液 取 9.75 克硫酸亚铁铵置于 200 毫升蒸馏水中,加入 5 毫升浓硫酸,冷却后稀释到 500 毫升。

4. 邻菲罗啉亚铁指示剂 取 1.49 克邻菲罗啉和 0.70 克硫酸亚铁溶于 100 毫升蒸馏水中。

5. 72 型分光光度计, 3 厘米比色杯。

二、实验方法

用移液管准确取 5 毫升水样置于 50 毫升磨口锥形瓶中,加入 3.0 毫升消化液,再沿瓶壁缓慢加入 7.0 毫升催化剂,混匀,盖紧塞子。将密封瓶置于干燥箱中,在 150℃ 下消化 2 小时。取出密封瓶冷却至室温,用滴定法或比色法测定生成的 Cr^{3+} 。滴定与比色均按常规方法操作(略)。比色前,需将消化后的溶液加入 20 毫升蒸馏水稀释至 35 毫升。用 3 厘米比色杯、在波长 590 纳米处测定。

三、实验结果 见表 1, 2, 3。

从表 1, 2, 3 测定数据表明,本文提出的密封瓶法测定 COD, 精确度高,重复性好,数据可靠,同时本法成本低,操作简单,适用于环境监测及工业废水等大批样品的测定。

表 1 回流法与密封瓶法对理论 COD 值的测定结果

理论 COD	200mg/l		400mg/l		600mg/l		800mg/l		1000mg/l	
	回流法	密封瓶法	回流法	密封瓶法	回流法	密封瓶法	回流法	密封瓶法	回流法	密封瓶法
测定值 (mg/l)	202	196	397	395	595	603	794	802	996	995
标准偏差 (mg/l)	1.1	2.3	2.1	0.6	0.4	1.3	1.9	4.0	2.8	10.9
相对标准偏差 (%)	0.5	1.2	0.5	0.2	0.1	0.2	0.2	0.5	0.3	1.1

表 2 回流法与密封瓶法对样品 COD 的测定结果

样 品	测定值 (mg/l)(平均值)		标准偏差 (mg/l)		相对标准偏差(%)	
	回流法	密封瓶法	回流法	密封瓶法	回流法	密封瓶法
造纸废水 1 号	1134	1144	18.0	4.5	1.6	0.4
造纸废水 2 号	3718	3686	9.6	24.9	0.3	0.7
亚麻废水	1119	1089	2.8	16.5	0.3	1.5
针织废水	538	553	5.3	3.2	1.0	0.6
河水	54	50	0.4	1.6	0.7	3.1

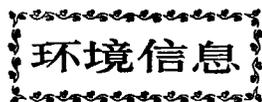
表 3 回流法与比色法测定结果比较

样 品	回流法	比色法	比色法/回流法
	COD(mg/l)	COD(mg/l)	(%)
造纸废水 1 号	1134	1162	102.5
造纸废水 2 号	3718	3700	99.5
亚麻废水	1119	1120	100.1
针织废水	538	558	103.7
河水	54	52	96.8

参 考 文 献

[1] Jirka, A. M. et al., *Anal. Chem.*, 47(8), 1397

(1975).
[2] Himebaugh, R. R. et al., *Anal. Chem.*, 51 (7) 1085 (1979).



新 的 固 化 法

目前有数种处理酸性有机工业废水的固化法, 这些方法的工艺和使用的物质(水泥、聚合物、沥青、粘合剂等)各不相同。一般情况下, 它们都能比较有效地捕集重金属, 但当废水的有机负荷很高时, 用现有的方法就很难固定住有机物, 而且对固化废渣作浸滤试验时, 其化学需氧量不符合要求。

法国里昂水质公司中心实验室对上述固化法作了改进。新的固化法可处理量大、有机负荷高、酸性强、难氧化和生物降解的酸性有机工业废水, 如植物卫生加工工业废水。该法是由形成强碱性硅酸盐方法中衍生得出的, 它能有效地固定废水中的有机物, 而且可得到一种很少可浸滤的固化废渣。此法在固化过程中加入了能吸收有机物的反应剂, 如活性炭。新方法的具体工艺过程如下: 1. 使废水与含有硅

酸盐的反应剂在酸性介质中混合, 形成硅酸; 2. 添加一种可使硅胶聚合及沉淀的碱, 进行中和处理, 直到 pH 达到 5—7 时为止; 3. 添加一种化学吸附能力很强的反应剂; 4. 为使硅胶继续沉淀和使溶液中的金属元素以硅金属络合物的形式沉淀下来, 继续中和反应直到 pH 接近 9 时为止; 5. 用螺旋泵抽取混合液; 6. 添加少量的、可使混合液凝固的反应剂, 得到脱水率达 55—65% 的稠污泥; 7. 污泥在数小时内粘固, 随后经自动装卸车排除。实践证明, 新固化法的有效处理率比一般方法高得多, 可使化学需氧量降低 65—94%, 而老方法只能降低 21—52%。

[羽卒编译自 T. S. M., No. 5, 230 (1983)]