

中华人民共和国国家标准

工业循环冷却水中需氧量(COD)的 测定 高锰酸钾法

GB/T 15456—95

Industrial circulating cooling water
—Determination of the chemical oxygen demand
—Potassium permanganate method

本标准参照采用国际标准 ISO 8467—1986《水质——高锰酸盐指数测定》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业循环冷却水中化学需氧量(COD)的测定方法。

本标准适用于工业循环冷却水中化学需氧量(COD)的测定,测定范围 2~80 mg/L(以 O₂ 计)。

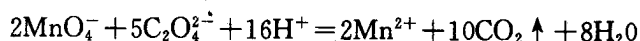
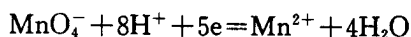
2 引用标准

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

化学需氧量是指在规定的条件下,用氧化剂处理水样时,与消耗的氧化剂相当的氧的量。高锰酸钾在酸性中呈较强的氧化性,在一定条件下使水样中还原性物质氧化,高锰酸钾还原为锰离子。过量的高锰酸钾可通过草酸测得。



4 试剂和材料

分析方法中,除特殊规定外,应使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中三级水的规格。

分析中所需标准溶液,在没有注明其他规定时,均按 GB/T 602 之规定制备。

4.1 硫酸银(HG/T 3—945)饱和溶液。

4.2 硫酸(GB/T 625):1+3 溶液。

4.3 草酸钠(GB/T 1289)标准滴定溶液: $c(1/2\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)=0.010\,00\text{ mol/L}$ 。

准确称取 0.670 0 g 草酸钠,准确至 0.002 g,用少量水溶解,移至 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

4.4 高锰酸钾(GB/T 643)溶液: $c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1\text{ mol/L}$ 。

称取 3.2 g 高锰酸钾溶于 1 L 水中,在沸水浴上煮沸 2 h 左右,放置过夜。于棕色瓶中保存。使用前用玻璃毛过滤。

4.5 高锰酸钾标准滴定溶液: $c(1/5\text{KMnO}_4)=0.01\text{ mol/L}$ 。

4.5.1 配制:用移液管吸取 50 mL 高锰酸钾溶液(4.4)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

国家技术监督局 1995-01-12 批准

1995-10-01 实施

4.5.2 标定:在 250 mL 烧杯中加 50 mL 水,再加 5 mL 硫酸(4.2),然后用移液管移入 10 mL 草酸钠标准滴定溶液(4.3),加热至 60~80℃,用高锰酸钾标准滴定溶液(4.5)滴定,溶液由无色刚刚出现浅红色为滴定终点。按高锰酸钾标准滴定溶液消耗体积计算高锰酸钾标准滴定溶液的浓度。

5 分析步骤

5.1 水样的预处理

若水样浑浊应用滤纸过滤至澄清。

5.2 水样的分析

用移液管取 25~100 mL 现场水样于锥形瓶中,加 50 mL 水,5 mL 硫酸(4.2),5~10 滴硫酸银饱和溶液(4.1),然后再移取 10.00 mL 高锰酸钾标准滴定溶液(4.5)。在电炉上慢慢加热至沸腾后,再煮沸 5 min。水样应为粉红色或红色。若为无色,则再加 10.00 mL 高锰酸钾标准滴定溶液;或者减少取样量按上述过程重新煮沸 5 min。冷却至 60~80℃,用移液管加 10.00 mL 草酸钠标准滴定溶液(4.3),溶液应呈无色,若呈红色,则再加 10.00 mL 草酸钠标准溶液(4.3)。用高锰酸钾标准滴定溶液(4.5)滴至粉红色为终点。同时作空白试验。

6 分析结果的表述

以 mg/L 表示的水样中化学需氧量(COD)(以 O₂ 计) x 按式(1)计算:

$$x = \frac{0.008 \cdot c(V_1 - V_0)}{V} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——高锰酸钾(1/5KMnO₄)标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——测定水样时消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——空白实验时消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

V ——水样的体积, mL;

0.008——与 1.00 mL 高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(1/5\text{KMnO}_4 = 1.000 \text{ mol/L})$] 相当的, 以克表示的氧的质量。

7 允许差

平行测定结果的算术平均值作为测定结果, 平行测定结果的相对偏差不大于 2.5%。

各实验室间测定结果的相对偏差不大于 3.5%。

GB/T 15456—95

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化工部天津化工研究院技术归口。

本标准由南京化工学院负责起草。

本标准主要起草人俞斌、俞明华。