

范围和应用: 用于水; 废水和海水, 要求消解;

3-150 mg/L和20- 1500 mg/L含量的COD范围被美国环境保护署 (USEPA) 批准用于废水分析²;

200-15,000 mg/L的COD范围未被美国环境保护署 (USEPA) 批准。

¹ Jirka, A.M.; Carter, M.J., *分析化学*, 1975, 47(8), 1397

² 美国联邦注册登记, 1980年4月21日, 45(78), 26811-26812



试验准备

开始试验前:

重要说明: 开始实施这项试验前, 将遮光罩安装在试验室#2里。

如果处理不当或不小心将部分化学品及仪器误用于这个程序可能危害到使用者的健康和安全。请阅读所有警告以及相关的材料安全性数据表 (MSDS)。

用各组样品运行一次空白值。用相同批量的小瓶运行所有测试 (样品和空白值)。批号显示在容器标签上。请参见[用于比色确定的空白值 参见页码 4](#)。

试剂溢出会影响测试精度, 并会对皮肤和其它材料造成危险。请做好准备, 用流水清洗溢出物。

请带上防护眼镜并穿戴防护服, 以对使用者进行足够的防护。一旦触及试剂, 请用流水清洗接触部位。请反复阅读和严格遵循书中说明。

收集下列物品:

数量

烧杯, 250 mL	1
搅拌器	1
COD消解试剂小瓶	可变
DRB200反应器	1
遮光罩	1
磁性搅拌器和搅拌棒	1
不透明的发货箱用于存储未使用的、光敏的试剂小瓶	可变
吸管, TenSette®, 0.1到1.0 mL, 带吸头 (用于200-15,000 mg/L的量程)	1
吸管, 容积测定用, 2.00 mL	2
吸管注入器, 安全球	1
测试软管固定架	2

注: 消耗品和替代件的分类信息请参见第6页。

注: 为使精度更高, 请至少分析三次, 然后计算平均结果。

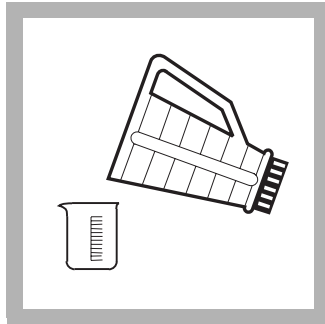
消解程序

方法 8000

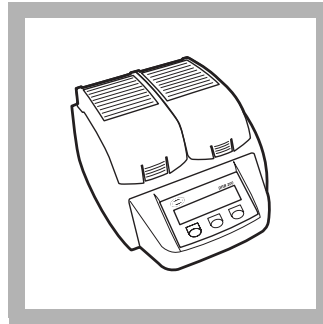


1. 在一个搅拌器中对 100 mL 的样品进行 30 秒钟的均匀化处理。对含有大量固体的样品，需要增加均匀化处理时间。

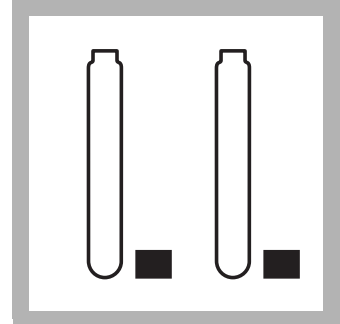
如果样品不含有悬浮固体，可省略步骤 1 和 2。



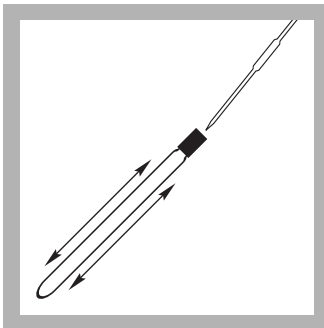
2. 对 200-15,000 mg/L 的量程或提高精度或可再现的其它量程，请将经均匀处理的样品注入一个 250 mL 的烧杯，并用一个磁性搅拌板轻轻地搅拌。



3. 打开 DRB200 反应器。预先加热到 150 °C。
参见 DRB200 用户手册，选择预编程温度程序。

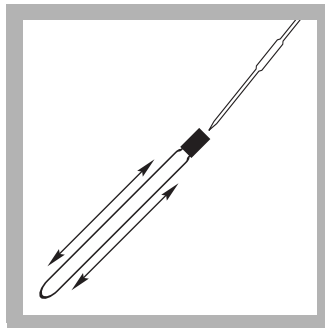


4. 除去两个 COD 消解反应小瓶上的盖子。(请确定小瓶用于相适宜的量程中。)



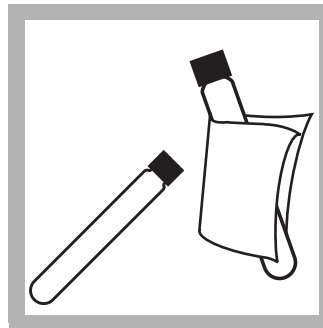
5. **样品准备：** 将一小瓶固定在 45 度角上。用一支清洁的容积测定吸管将 2.00 mL 的样品添加到小瓶中。

使用一支 TenSette® 吸管添加 0.20 mL 溶剂用于 200-15,000 mg/L 量程。

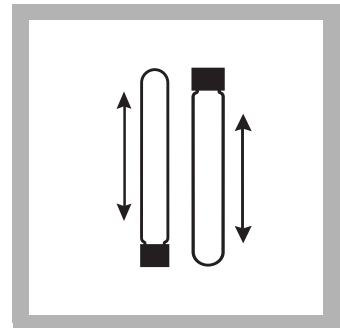


6. **空白值准备：** 将第二个小瓶固定在 45 度角上。用一支清洁的容积测定吸管将 2.00 mL 的去离子水添加到小瓶中。

使用一支 TenSette 吸管添加 0.20 mL 的溶剂用于 200-15,000 mg/L 量程。

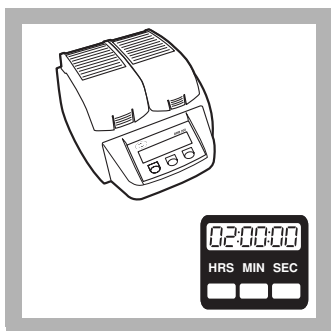


7. 拧紧小瓶盖。用水清洗并用清洁的纸巾擦干。

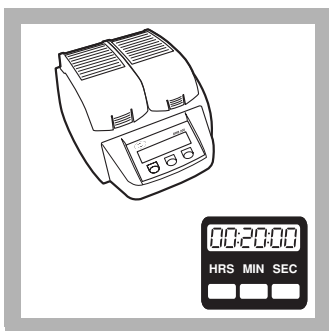


8. 在水池上固定住小瓶盖。轻轻地晃动几次以进行混合。将小瓶插入预先加热的 DRB200 反应器。请盖上保护盖。

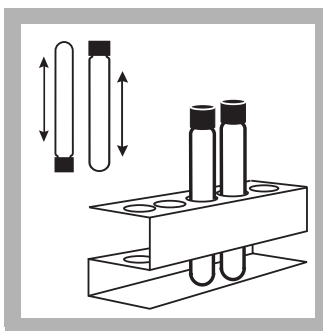
通过混合，样品小瓶会变得很热。



9. 小瓶加热两个小时。



10. 关上反应器。
等待大约20分钟，使小瓶冷却到120 °C或更低的温度。

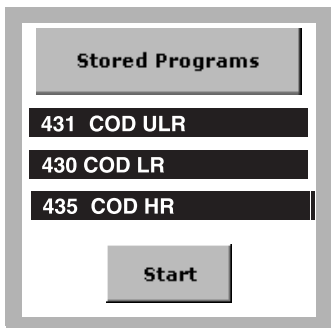


11. 在尚处于热的状态时，将各小瓶晃动几次。将小瓶放入机架，使其冷却到室温。

继续 [比色确定 方法 8000](#)。

比色确定

方法 8000



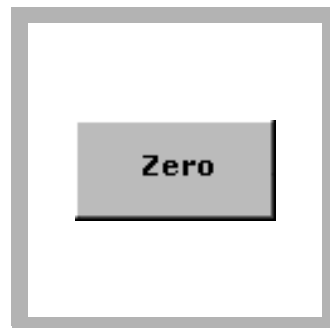
1. 选择超低量程、低量程或高量程进行测试。
将遮光罩装入试管室 #2。



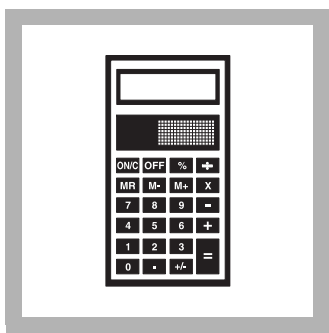
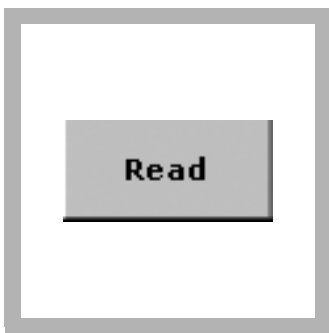
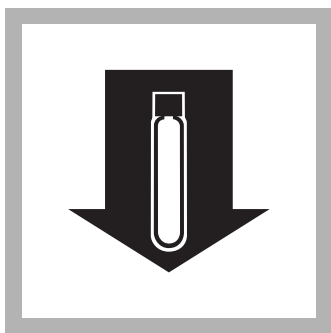
2. 将干纸巾润湿，然后用湿润的干纸巾清洁小瓶外表面。



3. 将空白试管插入到 16 mm的试管固定架。



4. 按零归零。
显示屏显示：
0.0 mg/L COD



5. 将样品小瓶插入到16 mm的试管固定架。

6. 按识读。
结果以mg/L浓度的COD为单位。

7. 如果使用超高量程 (High Range Plus) 的COD消解小瓶, 其结果需要乘以10。

对使用几乎 1500 或 15,000 mg/L COD样品的最精确的结果, 请使用稀释样品重复分析。

用于比色确定的空白值

空白值可被重复使用, 以对相同批量的小瓶进行测量。请存放在暗处。通过相应波长 (356、420或620 nm) 条件下吸光率的检测对分解情况进行监控。在吸光率模式下将仪器设零, 用一个小瓶装入5 mL的去离子水, 然后检测空白值的吸光率。记下检测值。如果吸光率在大约0.01吸光率单位左右发生变化, 请准备一个新的空白值。

干扰

确定COD浓度时, 氯化物是主要干扰。每个COD小瓶包含有硫酸汞, 它能排除直到表 1中第1栏所给出水平说明的氯化物的干扰。所含氯化物浓度较高的样品应进行稀释。稀释样品足以将氯化物浓度降低到第3栏所给出的水平。

如果由于COD的浓度, 样品稀释对精度的确定太低, 可在添加样品前, 在各COD小瓶中添加0.50 g的硫酸汞 (HgSO₄) (产品目录号1915-20)。添加硫酸汞可将氯化物浓度提高到表 1中第四栏给出的允许水平的最大值。

表 1 干扰和水平

使用的小瓶类型	样品中最大Cl ⁻ 浓度 (mg/L)	稀释样品中建议的Cl ⁻ 浓度 (mg/L)	最大Cl ⁻ 浓度 (如果添加0.50的HgSO ₄)
超低量程 (0.7-40.0 mg/L)	2000	1000	N/A
低量程 (3-150 mg/L)	2000	1000	8000
高量程 (20-1500 mg/L)	2000	1000	4000
超高量程 (High Range Plus) (200-15,000 mg/L)	20,000	10,000	40,000

样品和存储

在玻璃瓶中收集样品。只有在知道没有有机污染的情况下，可以使用塑料瓶。尽可能快地对生物学上处于活动状态的样品进行测试。对含有固体的样品进行均匀化处理，以保证样品具有代表性。样品用硫酸处理*使pH值小于2 (大约每升2 mL)，在被冷却到4 °C的情况下最长可存储28天。用于容积添加的正确结果。

精度检查

标准溶液方法

1. 用一30 mg/L COD浓度的标准溶剂检查0.7到40.0 mg/L范围的精度。使用A级玻璃器皿，通过在1000 mL不含有机物的去离子水中溶解850 mg干燥的 (120 °C, 整夜) 邻苯二甲酸氢钾 (KHP) 准备一份1000 mg/L的溶液。通过将3.00 mL这种溶液稀释到一个100.0 mL的容积测定瓶中准备一份30 mg/L的稀释液。用去离子水进行容积稀释，塞上塞子，颠倒晃动10次进行混合。使用 2 mL作为样品容积。结果应为30 mg/L的COD。
 - 为了利用包含在30 mg/L COD标准溶剂中的测量读数值校准曲线，请在当前程序菜单中按选项>更多。按 标准调节。
 - 按打开。按调节接受显示浓度。如果应用一个替代选择浓度，请按框中数字，以输入实际浓度，然后按好。按调节。
2. 用一个100 mg/L标准检查3到150 mg/L量程的精度。通过将85 mg的干燥的 (120 °C, 整夜) 邻苯二甲酸氢钾 (KHP) 溶解在1升的去离子水中准备溶剂。使用 2 mL作为样品容积。结果应为100 mg/L的COD。或者，将10 mL 1000-mg/L的COD标准溶液稀释到100 mL，以生成100 mg/L的标准。
 - 为了利用包含在100 mg/L COD标准溶液中的测量读数值校准曲线，请在当前程序菜单中按选项>更多。按 标准调节。
 - 按打开。按调节接受显示浓度。如果应用一个替代选择浓度，请按框中数字，以输入实际浓度，然后按好。按调节。
3. 通过使用一种300 mg/L或1000 mg/L COD标准溶液检查20到1,500 mg/L量程的精度。选择这些溶剂中的一种，取用2 mL作为样品容积；可望的结果将分别为300或1000 mg/L的COD。或者，准备一份含量为500 mg/L的标准，这份标准中应溶解有425 mg干燥的 (120 °C, 整夜) 邻苯二甲酸氢钾 (KHP)。用去离子水稀释到1升。
 - 为了利用包含在300 mg/L或1000 mg/L COD标准溶液中的测量读数值校准曲线，请在当前程序菜单中按选项>更多。按 标准调节。
 - 按打开。按调节接受显示浓度。如果应用一个替代选择浓度，请按框中数字，以输入实际浓度，然后按好。按调节。

* 请参见可供选择的试剂 参见页码 7。

4. 用一10,000 mg/L的COD浓度的标准溶液检查200到10,000 mg/L量程的精度。通过在1升去离子水中溶解8.500 g的干燥 (120 °C, 整夜) 邻苯二甲酸氢钾 (KHP) 准备10,000 mg/L的容积。用0.2 mL的这种溶液作为样品容积, 可望的结果为10,000 mg/L的COD。
 - 为了利用包含在10,000 mg/L COD标准溶液中的测量读数调节校准曲线, 请在当前程序菜单中按选项>更多。按 标准调节。
 - 按打开。按调节接受显示浓度。如果应用一个替代选择浓度, 请按框中数字, 以输入实际浓度, 然后按好。按调节。

可供选择的替代试剂

无汞的COD2试剂可提供一种用于非报告目的的无汞测试选项。对过程控制应用, COD2将剔除汞废物并由此节约处理费用。这些试剂与测试程序完全兼容, 校准曲线已在分光光度计中进行了编程。确定用于精确结果的氯化物和氨水。

注: 美国环境保护署 (USEPA) 未批准这些试剂用于报告目的。欢迎索取一份COD试剂小瓶信息手册 (文献编号1356) 的复制件, 以获取有关特殊应用的更为详尽的信息。

方法综述

这一mg/L含量的COD结果定义为在这一程序条件下每升样品的O₂的mg。在这一方法中, 样品用一种强氧化剂加热两个小时。可氧化的有机混合物通过反应, 将重铬酸盐离子 (Cr₂O₇²⁻) 减少为绿色的铬离子 (Cr³⁺)。如果采用0.7-40.0或3-150 mg/L比色法, 可以确定Cr⁶⁺的残留量。如果采用20-1500 mg/L或200-15,000 mg/L比色法, 可以确定Cr³⁺的生成量。COD试剂包含有银离子和汞离子。银是催化剂, 汞用于复合氯化物的干扰。对0.7到40.0 mg/L量程的测试结果是在350 nm条件下量取的。对3到150 mg/L量程的测试结果是在420 nm条件下量取的。对20到15,000 mg/L以及200到15,000 mg/L的COD量程的测试结果是在620 nm条件下量取的。

消耗品和替代件

所要求的试剂

说明	数量/试验	单位	产品目录号:
选择合适的COD消解试剂小瓶:			
超低量程, 0.7到40 mg/L的COD	1-2 小瓶	25/pkg	24158-25
低量程, 3到150 mg/L的COD	1-2 小瓶	25/pkg	21258-25
高量程, 20到1500 mg/L的COD	1-2 小瓶	25/pkg	21259-25
超高量程(High Range Plus), 200到15,000 mg/L的COD	1-2 小瓶	25/pkg	24159-25
去离子水	可变	4 L	272-56

可供选择的替代试剂¹

说明	数量/试验	单位	产品目录号:
选择合适的COD消解试剂小瓶:			
COD2, 低量程, 0到150 mg/L的COD	1ñ2 小瓶	25/pkg	25650-25
COD2, 高量程, 0到1500 mg/L的COD	1ñ2 小瓶	25/pkg	25651-25
COD2, 高量程, 0到1500 mg/L的COD	1ñ2 小瓶	150/pkg	25651-15
COD2, 高量程, 0到15,000 mg/L的COD	1ñ2 小瓶	25/pkg	28343-25

¹ 美国环境保护署 (USEPA) 未批准这些试剂用于报告目的。欢迎索取一份COD试剂小瓶信息手册的复制件(文献编号1356), 以获取有关特殊应用的更详尽信息。

要求的仪器

说明	数量/试验	单位	产品目录号:
搅拌机, 双速, 120 VAC	1	每一个	26161-00
搅拌机, 双速, 240 VAC	1	每一个	26161-02
DRB200反应器, 110 V, 15 x 16 mm	1	每一个	LTV082.53.40001
DRB200反应器, 220 V, 15 x 16 mm	1	每一个	LTV082.52.40001
遮光罩	1	每一个	LZV646

推荐标准

说明	单位	产品目录号:
COD标准溶液, 300-mg/L	200 mL	12186-29
COD标准溶液, 1000-mg/L	200 mL	22539-29
需氧标准 (BOD, COD, TOC)	16 10-mL安瓿瓶	28335-10
吸管注入器, 安全球	1	每一个
吸管, TenSette®, 0.1到1.0 mL	1	每一个
吸管吸头, 用于TenSette吸管19700-01	1	50/pkg
吸管, 容积测定, A级, 2.00 mL	1	每一个
邻苯二甲酸氢钾 (KHP), ACS	500 g	315-34
搅拌器, 电磁式, 120 VAC, 带有电极立架	1	每一个
搅拌器, 电磁式, 230 VAC, 带有电极立架	1	每一个
测试软管固定架	1-2	每一个

可供选择的试剂

说明	单位	产品目录号:
COD消解试剂小瓶, 3到150 mg/L的COD	150/pkg	21258-15
COD消解试剂小瓶, 200到1500 mg/L的COD	150/pkg	21259-15
硫酸汞, 28 g	—	1915-20
硫酸, 500 mL	—	979-49



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:

In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224
Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.
On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932