

水处理及监测实验

周秋宝 陈君莉 编

浙江工程学院轻化工程系
二〇〇一年十二月

目 录

实验一 混凝	1
实验二 活性炭吸附实验	6
实验三 活性污泥法	9
实验四 废水悬浮固体和浊度的测定	11
实验五 颜色的测定	13
实验六 化学需氧量的测定	15
实验七 五日生化需氧量的测定	17
实验八 大气中总悬浮颗粒物的测定(重量法)	21
实验九 大气中二氧化硫的测定	23
实验十 水中铬的测定	26
实验十一 废水中酚类的测定	28
实验十二 纺织品上重金属离子的检验	32
实验十三 禁用偶氮染料检测	36
附1 20种芳香胺名称	39
附2 受致癌芳香脏的同分异构体影响的染料	39
附3 我国曾生产染料中现已被禁用的染料	40

实验六 化学需氧量的测定

一、重铬酸钾法 (COD_{Cr})

原理

在强酸性溶液中,准确加入过量的重铬酸钾标准溶液,加热回流,将水样中还原性物质(主要是有机物)氧化,过量的重铬酸钾以试亚铁灵作指示剂,用硫酸亚铁铵标准溶液回滴,根据所消耗的重铬酸钾标准溶液量计算水样化学需氧量。

仪器

- 1、500ml 全玻璃回流装置。
- 2、加热装置(电炉)。
- 3、25ml 或 50ml 酸式滴定管、锥形瓶、移液管、容量瓶等。

试剂

1、重铬酸钾标准溶液 [$C_{16}K_2Cr_2O_7$]=0.2500mol/L]:称取预先在 120℃ 烘干 2h 的基准或优质纯重铬酸钾 12.258g 溶于水中,移入 1000ml 容量瓶,稀释至标线,摇匀。

2、试亚铁灵指示液:称取 1.485g 邻菲罗琳 ($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$)、0.695g 硫酸亚铁 ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$) 溶于水中,稀释至 100ml,存于棕色瓶内。

3、硫酸亚铁铵标准溶液 [$C(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O \approx 0.1mol/L$]:称取 39.5g 硫酸亚铁铵溶于水中,边搅拌边缓慢加入 20ml 浓硫酸,冷却后移入 1000ml 容量瓶中,加水稀释至标线,摇匀。临用前,用重铬酸钾标准溶液标定。

标定方法:准确吸取 10.00ml 重铬酸钾标准溶液于 500ml 锥形瓶中,加水稀释至 110ml 左右,缓慢加入 30ml 浓硫酸,混匀。冷却后,加入 3 滴试亚铁灵指示液(约 0.15ml),用硫酸亚铁铵溶液滴定,溶液的颜色由黄色经蓝绿色至红褐色即为终点。

$$C = \frac{0.2500 \times 10.00}{V}$$

式处 c——硫酸亚铁铵标准溶液的浓度 (mol/L)

V——硫酸亚铁铵标准溶液的用量 (ml)

4、硫酸—硫酸银溶液:于 500ml 浓硫酸中加入 5g 硫酸银。放置 1—2 天,不时摇动使其溶解。

5、硫酸汞:结晶或粉末

测定步骤

1、取 20.00ml 混合均匀的水样(或适量水样稀释至 20.00ml)置于 250ml 磨口的回流锥形瓶中,准确加入 10.00ml 重铬酸钾标准溶液及数粒小玻璃珠或沸石,连接磨口回流冷凝管,从冷凝管上口慢慢地加入 30ml 硫酸—硫酸银溶液,轻轻摇动锥形瓶使溶液混匀,加热回流 2h(自开始沸腾计时)。

对于化学需氧量高的废水样;可先取上述操作所需体积 1/10 的废水样和试剂于 15×150mm 硬质玻璃试管中,摇匀,加热后观察是否成绿色。如溶液显绿色,再适当减少废水取样量,直至溶液不变绿色为止,从而确定废水样分析时应取用的体积。稀释时,所取废水样量不得少于 5ml,如果化学需氧量很高,则废水样应多次稀释。废水中氯离子含量超过 30mg/L 时,应先把 0.4g 硫酸汞加入回流锥形瓶中,再加 20.00ml 废水(或

适量废水稀释至 20.00ml), 摇匀。

2、冷却后, 用 90ml 水冲洗冷凝管壁, 取下锥形瓶。溶液总体积不得少于 140ml, 否则因酸度太大, 滴定终点不明显。

3、溶液再度冷却后, 加 3 滴试亚铁灵指示液, 用硫酸亚铁铵标准溶液滴定, 溶液的颜色由黄色经蓝绿色至红褐色即为终点, 记录硫酸亚铁铵标准溶液的用量。

4、测定水样的同时, 取 20.00ml 重蒸馏水, 按同样操作步骤作空白试验。记录滴定空白时硫酸亚铁铵标准溶液的用量。

计算

$$\text{COD}_{\text{Cr}}(\text{O}_2, \text{mg/l}) = \frac{(V_0 - V_1) c \times 8 \times 1000}{V}$$

式中: c——硫酸亚铁铵标准溶液的浓度 (mol/L);

V_0 ——滴定空白时硫酸亚铁铵标准溶液用量 (ml)

V_1 ——滴定水样时硫酸亚铁铵标准溶液的用量 (ml)

V——水样的体积 (ml)

8——氧 (1/2O) 摩尔质量 (g/mol)

注意事项

1、使用 0.4g 硫酸汞络合氯离子的最高量可达 40mg, 如取用 20.00ml 水样, 即最高可络合 2000mg/l 氯离子浓度的水样。若氯离子的浓度较低, 也可少加硫酸汞, 使保持硫酸汞: 氯离子 = 10:1 (W/W)。若出现少量氯化汞沉淀, 并不影响测定。

2、水样取用体积可在 10.00–50.00ml 范围内, 但试剂用量及浓度需按下表进行相应调整, 也可得到满意的结果。

水样取用量和试剂用量表

水样体积 (mL)	0.25mol/L $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 液 (mL)	H_2SO_4 – Ag_2SO_4 溶液 (mL)	HgSO_4 (g)	$[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]$ (mol/L)	滴定前总体积 (mL)
10.0	5.0	15	0.2	0.050	70
20.0	10.0	30	0.4	0.100	140
30.0	15.0	45	0.6	0.150	210
40.0	20.0	60	0.8	0.200	280
50.0	25.0	75	1.0	0.250	350

3、对于化学需氧量小于 50mg/l 的水样, 应改用 0.0250mol/L 重铬酸钾标准溶液。回滴时用 0.01mol/L 硫酸亚铁铵标准溶液。

4、水样加热回流后, 溶液中重铬酸钾剩余量应为加入量的 1/5–4/5 为宜。

5、用邻苯二甲酸氢钾标准溶液检查试剂的质量和操作技术时, 由于每克邻苯二甲酸氢钾的理论 COD_{Cr} 为 1.176g, 所以溶解 0.4251g 邻苯二甲酸氢钾 ($\text{HOOC}_6\text{H}_4\text{COOK}$) 于重蒸馏水中, 转入 1000ml 容量瓶, 用重蒸馏水稀释至标线, 使之成为 500mg/l 的 COD_{Cr} 标准溶液。用时新配。

6、 COD_{Cr} 的测定结果应保留三位有效数字。

7、每次实验时, 应对硫酸亚铁铵标准滴定溶液进行标定, 室温较高时尤其注意其浓度的变化。