

COD 预制试剂简易操作流程

COD 粉包试剂的配制 (如使用成品试剂, 跳过本节)

- ◆ COD 试剂 (A) 100 样: 将 COD 试剂 (A) 粉包倒入 250ml 烧杯中, 在烧杯中加入 80ml 蒸馏水, 在不断搅拌下沿杯壁缓慢加入 5ml 分析纯浓硫酸, 溶解, 冷却后装入 100ml 的试剂瓶中备用;
- ◆ COD 试剂 (B) 100 样: 将 COD 试剂 (B) 粉包倒入 250ml 烧杯中, 在烧杯中加入 80ml 蒸馏水, 在不断搅拌下沿杯壁缓慢加入 5ml 分析纯浓硫酸, 溶解, 冷却后装入 100ml 的试剂瓶中备用;
- ◆ COD 试剂 (C) 100 样: 取整包 COD 试剂 (C), 如有结块先碾碎, 置于 500ml 细口棕色试剂瓶中, 加入 250ml 分析纯浓硫酸, 搅拌至完全溶解或放置于暗处溶解 (溶解较慢) 备用。

COD 预制试剂的制作 (如使用成品试剂, 跳过本节)

- ◆ 0-200mg/L COD 预制试剂制作: 取若干支干净、干燥的消解比色一体管放于试管架上, 分别加入 2.5mL 配制好的 COD 试剂 (C) 和 0.8mL 配制好的 COD 试剂 (A), 加盖、拧紧、摇匀即可, 放置于常温、避光处保存待用。
- ◆ 200-20000mg/L COD 预制试剂: 取若干支干净、干燥的消解比色一体管放于试管架上, 分别加入 2.5mL 配制好的 COD 试剂 (C) 和 0.8mL 配制好的 COD 试剂 (B), 加盖、拧紧、摇匀即可, 放置于常温、避光处保存待用。

COD 操作流程

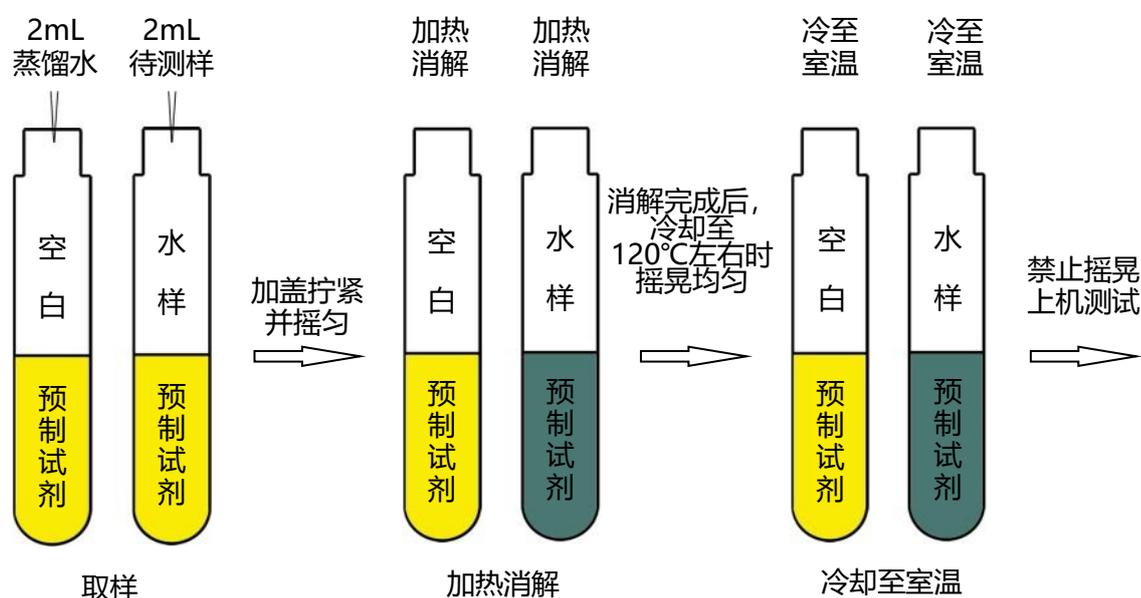
消解仪预热: 打开消解仪电源, 选择 COD 消解模式 (165°C, 20min), 按确认 (或启动), 消解仪自动升温预热;

浓度预判: 测试水样前, 首先对水样的 COD 值进行预判, 选择对应量程范围的 COD 预制试剂进行操作, 例: 预判 COD 浓度值为 0-200mg/L 之间, 需要选择 0-200mg/L 量程的预制试剂; 预判 COD 浓度值为 200-12000mg/L, 则选择 200-2000mg/L 量程的预制试剂。

备注: 本试剂对氯离子的屏蔽能力为: 小于等于 1000mg/L。超出该浓度请稀释到 1000mg/L 以下再进行测定。

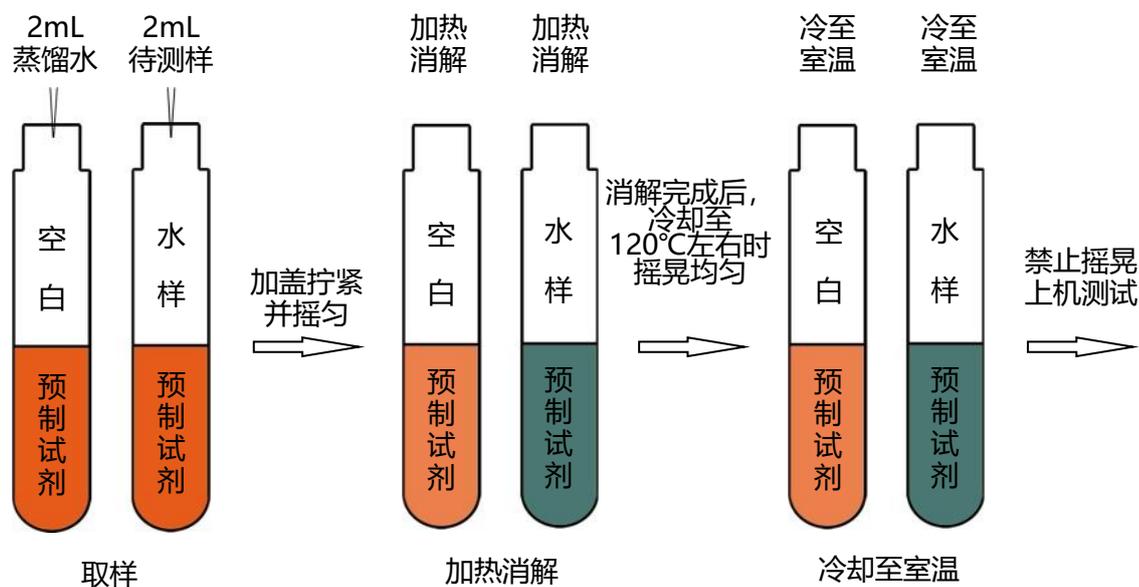
1、当预判值为 0-200mg/L 范围时

选用 0-200mg/L 量程的预制试剂; 消解时间 20min; 分析程序: **CODLR**。



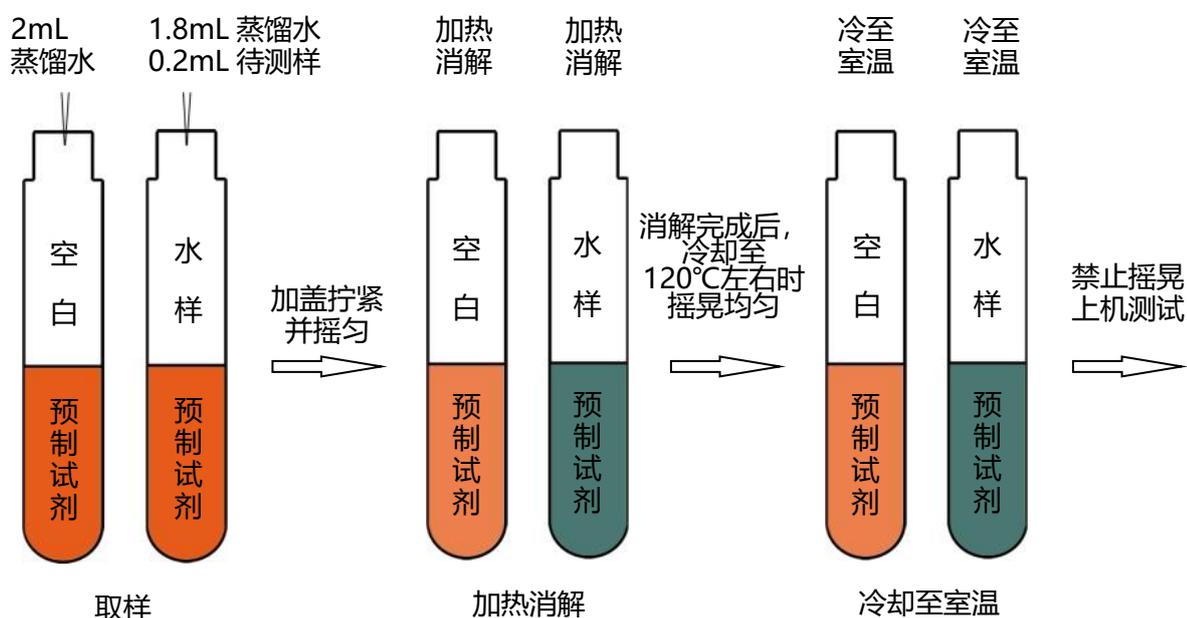
2、当预判值为 200-2000mg/L 范围时

选用 200-20000mg/L 量程的预制试剂；消解时间 20min；分析程序：**CODMR 预**。



3、当预判值为 2000-20000mg/L 范围时

选用 200-20000mg/L 量程的预制试剂；消解时间 20min；分析程序：**CODHR 预**。



4、当预判值超出 15000mg/L 时

需将水样稀释到上述 1-3 节对应的浓度值，然后再根据对应范围进行操作，测定结果乘以稀释倍数即可。

5、上机测试步骤

- ① 选择对应的 COD 分析程序，按确认进入空白校准界面
- ② 将空白样擦拭干净，放入比色池按零点
- ③ 将水样擦拭干净，放入比色池按测量

6、注意事项

- ◆ 如有 COD，则处理后的水样显示绿色，颜色越深水样浓度值越高。
- ◆ 加入水样后试管会发热，加盖摇匀时需谨防烫伤（可用擦拭布包裹拧盖），将管盖拧紧，并将底部沉淀全部摇匀。
- ◆ 不同量程的预制试剂管不能混用，空白与样品必须使用同一个量程试剂。
- ◆ 注意交叉污染，不同液体采用不同量取用具（使用移液枪注意更换枪头）。
- ◆ 采用合适的移液用具取液，不能使用 5mL 的移液枪移去 2mL 及以下的液体，小于等于 2mL 的液体，建议采用 1mL 规格的移液枪移取 2 次。
- ◆ 采用移液枪，需经常对移液枪进行校准（建议每周一次），使用过程中注意更换吸头。
- ◆ 消解器升温、消解过程，须盖上防护罩。消解过程谨防烫伤，注意消解器高温区域。
- ◆ 消解管从消解器取出后轻拿轻放，每次取一支，禁止同时取出多支，注意高温，禁止摇晃。
- ◆ 冷却过程可以自然冷却，也可以水冷，但是温度必须在 120°C 以下才能进行水冷。
- ◆ 消解后的 COD 样品管必须是澄清透亮的（有颜色但必须是不浑浊、无悬浮物的，沉淀在底部，禁止摇晃）

7、氯离子干扰的去除

氯离子是测定 COD 的主要干扰物，COD 预制试剂能够屏蔽水样中不高于 1000mg/L 的氯离子，当氯离子高出该浓度范围时，可通过适当稀释，将氯离子稀释至 1000mg/L 以下再进行测试。

如果稀释后导致 COD 浓度过低，影响测试精度（稀释后的 COD 浓度建议不低于 50mg/L），可在添加样品前，对水样加入硫酸汞（HgSO₄）进行氯离子屏蔽，按照每 10mL 水样加入 0.5g 硫酸汞的比例放入烧杯，用玻璃棒搅拌 3-5 分钟，静置数分钟后，取上层清液进行检测。

COD 试剂对氯离子的屏蔽能力可参照下表的干扰和水平。

| 使用的预制试剂类型 | 测试的 COD 范围 (mg/L) | 直接测试的水样最大 Cl ⁻ 浓度 (mg/L) | 稀释后的样品中建议的 Cl ⁻ 浓度 (mg/L) | 处理前最大 Cl ⁻ 浓度 (每 10mL 水样添加 0.5g 硫酸汞)(mg/L) |
|----------------|-------------------|-------------------------------------|--------------------------------------|---|
| 0-200 mg/L | 0-200 | 1000 | 1000 | 6000 |
| 200-20000 mg/L | 200-2000 | 1000 | 1000 | 6000 |
| | 2000-20000 | 10000 | 10000 | 60000 |

判断氯离子是否超过 1000mg/L

在试管中加入 2.00mL 试样，再加入 0.5mL 硝酸银溶液（注 1），充分混合，最后加入 2 滴铬酸钾溶液（注 2），摇匀，如果溶液变红，氯离子溶液低于 1000mg/L；如果仍为黄色，氯离子浓度高于 1000mg/L。也可按 GB/T 11896 方法测定水样中氯离子的浓度。

- ◆ 注 1：硝酸银溶液：c (AgNO₃) = 0.1mol/L。将 17.1g 硝酸银溶于 1000mL 蒸馏水。
- ◆ 注 2：铬酸钾溶液：ρ (K₂CrO₄) = 50g/L。将 5.0g 铬酸钾溶解于少量水中，滴加硝酸银溶液至有红色沉淀生成，摇匀，静置 12h，过滤并用水将滤液稀释至 100mL。