

化学需氧量，快速消解

DOC316. 80. 01250

快速消解法¹

方法 10235

15 至 150 mg/L COD； 100 至 1000 mg/L COD

范围及应用：对于地表水、地下水、城市生活污水和工业废水，需要进行消解。

¹ 中华人民共和国环境保护行业标准 HJ/T 399-2007。水质 - 化学需氧量 (COD) 的测定 - 快速消解分光光度法。

测试准备

如何使用特定仪器信息

特定仪器信息表显示要求，这些要求在不同仪器之间可能会有所不同。要使用此表，请选择仪器，然后仔细阅读，以查找执行该测试所需要的相应信息。

表 1 特定仪器信息

仪器	遮光罩	适配器
DR5000	-	-
DR 3800	LZV646	-
DR2800	LZV646	-
DR 2700	LZV646	-
DR/2500	-	-
DR/2400	-	5945700
DR/890 或 DR/850 ¹	-	4846400

¹ DR/850 仪器只能测量 100 至 1000 毫克 / 升量程的 COD 结果。

开始测试前：

如果在此步骤中使用的一些化学品和设备处理不当或意外误用，则可能会对操作者的健康和安全造成威胁。请阅读所有警告以及相关 MSDS 表。

穿戴适当的护目用具和防护服，为操作者提供充分防护。如果发生接触，则用自来水冲刷受影响区域。请参阅并遵循试剂 MSDS 安全说明。

飞溅出来的试剂会对皮肤及其他物体有害。尤其在测试环境下，加热后更加危险。请准备好用自来水清洗飞溅试剂。

请勿使用已有试剂溅出的试剂瓶。否则，将得出错误结果。

快速消解 COD 试剂瓶等同于在行业标准文档 (HJ/T 399-2007) 第 5.8.1 节 (表 1 - 比色管分光光度法) 描述的消解管。根据所测样品的浓度，选择相适应的高量程或低量程试剂瓶。

DR 3800、DR 2800 和 DR 2700：执行该测试前，在试管室 #2 中安装上遮光罩。

仪器可能不包含适用于此方法的存储程序。对于 DR/2400, DR/2500, DR/850 和 DR/890 仪器，请参见 [仪器程序](#)。对于其他仪器，请从 www.hach.com 下载软件更新。

对每组样品执行一个空白测试。使用相同批号的试剂瓶执行所有测试 (抽样测试和空白测试)。批号在试剂包装的标签上显示。

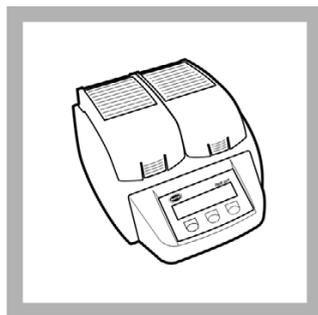
分析前，必须对 COD 和氯化物 (Cl⁻) 超过 1000 mg/L 的水样进行稀释。请参见 [氯化物测试](#)。此步骤等同于行业标准 HJ/T 399-2007 的第 8.2.2 节。

准备好以下物品：

说明	数量
快速消解 COD 试剂瓶	变化
DRB200 反应器	1
遮光罩或适配器（请参阅 特定仪器信息 ）	1
不透明的装运容器，用于存储未使用过的光敏感试剂瓶	变化
容量移液管，2.00 毫升	2
带安全吸球的移液管注液器	1
或可变容量移液管（1.0-5.0 毫升），带吸头	1
试管架	2

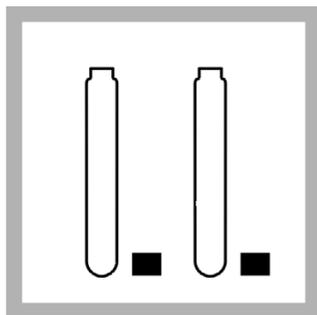
参看 [消耗品和可更换部件](#) 了解再订购信息。

快速消解步骤



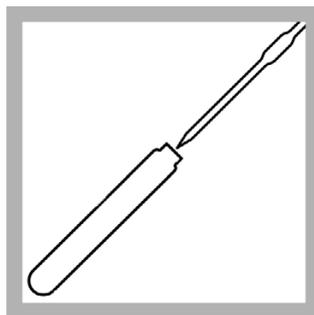
1. 打开 DRB200 反应器。预热到 165 °C。

有关如何选择预编程温度应用程序的详细信息，请参阅《DRB200 用户手册》。

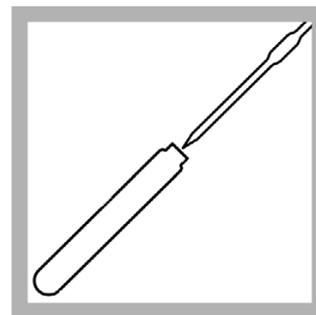


2. 拿掉两个快速消解 COD 试剂瓶的盖子。

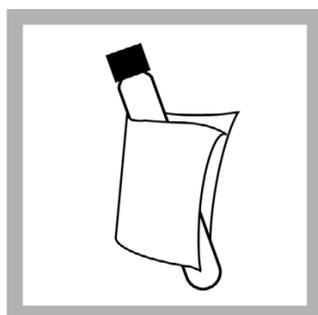
请确保使用适当量程试剂瓶。



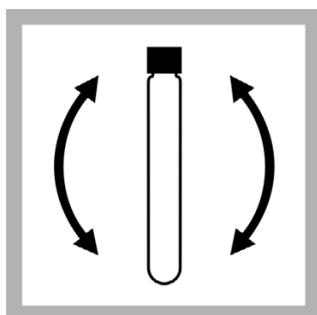
3. **准备好的样品：**以 45 度角握住一只试剂瓶。用移液管向试剂瓶内添加 2.00 毫升样品。



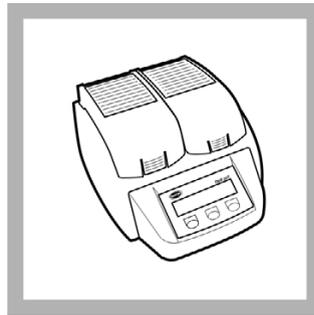
4. **空白测试准备：**以 45 度角握住另一只试剂瓶。用移液管向试剂瓶内添加 2.00 毫升去离子水。



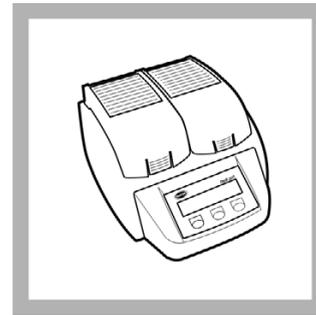
5. 盖紧试剂瓶。用水冲洗试剂瓶并用清洁的纸巾擦拭。



6. 握住试剂瓶上下晃动。轻轻倒置几次进行混合，然后摇动使固体沉淀物悬浮。混合期间试剂瓶变热。



7. 将试剂瓶插入预热后的 DRB200 反应器。盖上防护盖。



8. 等待大约 8 分钟，使反应器温度回升到 165 °C。全套 15 个试剂瓶温度升到 165 °C 的时间约为 8 分钟。较少的试剂瓶将花费较少的时间。

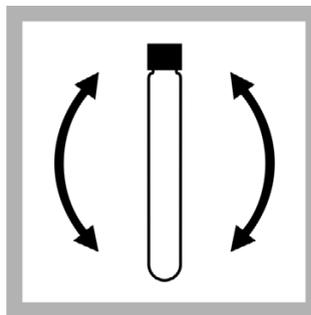
快速消解步骤 (续)



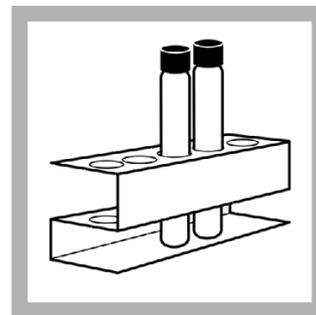
9. 启动计时器。对试剂瓶加热 15 分钟。



10. 关闭反应器。
取出试剂瓶前，请等待温度冷却到 120 °C 或以下（大约 20 分钟）。



小心：试剂瓶盖较热！请小心。不要接触玻璃。
11. 在试剂瓶仍温热时将每个试剂瓶倒置几次。

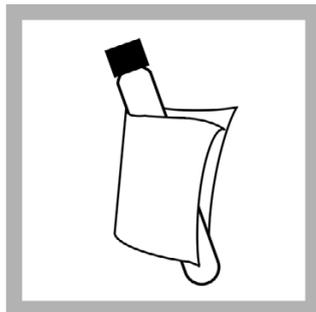


12. 将试剂瓶放置在试管架上，使之冷却到室温。
试剂瓶冷却后，进行**比色测定**。

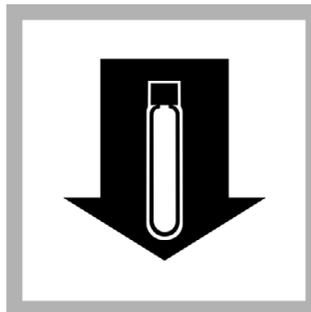
比色测定



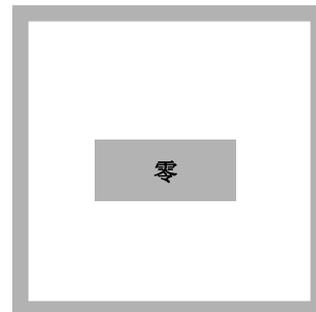
1. 选择测试。
对于 DR/2400、DR/2500、DR/850 和 DR/890，请参见**仪器程序**。
如有必要，请插入适配器或遮光罩（请参阅**特定仪器信息**）。定位信息请参见用户指南。



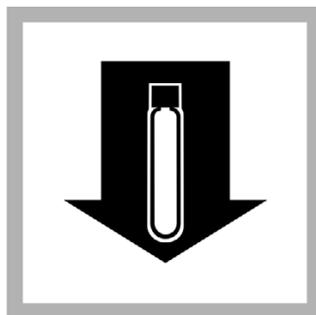
2. 依次用潮湿的毛巾和干毛巾清洁试剂瓶外表面。



3. 将空白试剂瓶插入 16 毫米比色皿座。



4. 将仪器调零。
此时显示屏将显示：
0 mg/L COD
或
0.0 mg/L COD



5. 将样品试剂瓶插入 16 毫米比色皿座。



6. 读出结果（以 mg/L COD 为单位）。

干扰

表 2 干扰物质

干扰物质	干扰水平
氯化物	氯离子是主要干扰源，可造成 COD 结果偏高。试剂中包含硫酸汞，硫酸汞会形成氯化汞复合物并降低氯离子的干扰。要查看样品是否必须稀释以降低氯化物干扰，请参见 氯化物测试 。由于氯化物干扰导致的错误也可通过将消解温度从 165 ° C 降低至 150 ° C 而得到最小化。在 快速消解步骤 的第 1 步，将反应器预热到 150 ° C，在第 8 步，又允许温度回到 150 ° C。按所示执行所有其他步骤。
锰	在测试期间锰可能会形成红色并改变 COD 结果，具体如下： 15 至 150 mg/L COD 量程：500 毫克 / 升锰会导致 7.5 mg/L COD 的负偏差，50 毫克 / 升锰不会产生干扰。 100 至 1,000 mg/L COD 量程：500 毫克 / 升锰会导致 1,083 mg/L COD 的正偏差，50 毫克 / 升锰会导致 121 mg/L COD 的正偏差。
有机氮	样品中的有机氮通常转换为不会被重铬酸钾氧化的铵根离子。
难于分解的化合物	一些有机物质（例如，芳香烃化合物和嘧啶）在酸性重铬酸钾条件下很难氧化。由于反应不完全，测试结果将偏低。

氯化物测试

1. 将 2.00 毫升样品吸入空试管中。
2. 使用移液管加入 0.50 毫升的 0.1 M 硝酸银溶液。
3. 滴入 2 滴 50 克 / 升铬酸钾溶液。
4. 盖上试管盖并晃动以将溶液混合。
5. 溶液的颜色将改变：

如果颜色变为红色，则氯离子浓度小于 1000 毫克 / 升。此样品可用于测试 COD，而无需稀释来降低氯离子浓度。

如果颜色变为黄色，则氯离子浓度大于 1000 毫克 / 升。请将此溶液稀释并使用稀释后的样品来进行 COD 测试。根据稀释比例计算出稀释前样品的 COD 结果。

样品收集，保存和存储

在清洁玻璃瓶中收集至少 100 毫升的样品。

为确保样品有代表性，请均匀化处理所有包含固体的样品。

立即分析样品，或用硫酸溶液保存。每升样品中加入 2 毫升硫酸溶液，在 0 至 4 ° C 冷藏。这样样品可最多保存 7 天。根据所加入体积修正测试结果。

超量程样品

查看样品中是否包含高于测试量程级别的 COD：

1. 将 2.00 毫升样品吸入具有相应量程的快速消解 COD 试剂瓶。
2. 盖上试剂瓶盖子，将其中物质轻轻混合。
3. 将试剂瓶在预热的 DRB200 反应器中 (165 ° C) 放置 5 分钟。如果溶液的颜色变为绿色，则使用 100-1000 毫克 / 升量程试剂瓶或将样品稀释。

稀释

将样品完全混合，并取出至少 10 毫升溶液进行稀释。与一份或多份去离子水混合。请勿将样品稀释到 10 倍以上。

精度检查

标准溶液方法

精度检查要求：

邻苯二甲酸氢钾 (KHP)，120 ° C 通宵烘干

去离子水，不含有机物

A 类容量瓶

A 类容量移液管

15 至 150 毫克 / 升量程

1. 准备 100 mg/L COD 标准溶液，具体如下：

- a. 在 1000 毫升不含有机物的去离子水中溶解 850 毫克烘干的 KHP，配制成 1000 毫克 / 升标准溶液。
- b. 将 10 毫升 1000 毫克 / 升的标准溶液移入 100 毫升容量瓶中。
- c. 用去离子水稀释到该容量并充分混合。

2. 使用 2 毫升 100 毫克 / 升溶液代替样品。请遵循 [比色测定](#) 测试步骤。结果应为 100 毫克 / 升。

100 至 1000 毫克 / 升量程

1. 准备 500 mg/L COD 标准溶液，具体如下：

- a. 在 1000 毫升不含有机物的去离子水中溶解 425 毫克烘干的 KHP，配制成 500 毫克 / 升标准溶液。
- b. 充分混合。

2. 使用 2 毫升 500 mg/L COD 溶液代替样品。请遵循 [比色测定](#) 测试步骤。结果应为 500 毫克 / 升。

说明： 也可在精度检查中使用 2 毫升 300、800 或 1000 mg/L COD 标准溶液。

方法摘要

COD 结果定义为在此流程下每升样品消耗的 O_2 量（以毫克为单位）。在 165 ° C 条件下，使用硫酸和预定数量的强氧化剂重铬酸钾对样品加热 15 分钟。

可氧化的有机化合物反应后，将重铬酸根离子 ($Cr_2O_7^{2-}$) 转化为绿色的铬离子 (Cr^{3+})。COD 试剂还包含银离子和汞离子。银是催化剂，汞则用来消除氯化物干扰。使用 15-150 毫克 / 升量程时，测量剩余的 Cr^{6+} 的数量。使用 100-1,000 毫克 / 升量程时，测量生成的 Cr^{3+} 的数量。

低量程（15-150 毫克 / 升）测量在 440 nm（在 DR/890 上是 420 nm）下进行。高量程（100-1,000 毫克 / 升）测量在 600 nm（在 DR/890 或 DR/850 上是 610 nm）下进行。

仪器程序

适用于此方法的程序可输入到 DR/2400、DR/2500、DR/850 和 DR/890 仪器。

DR/2400 和 DR/2500

此过程会将快速消解 COD 程序添加到 DR/2400 或 DR/2500 仪器。必须为 15-150 毫克 / 升量程和 100-1000 毫克 / 升量程提供单独的程序。

1. 从主菜单中，依次点击 USER PROGRAMS（用户程序）、PROGRAM OPTIONS（程序选项）和 NEW PROGRAM（新建程序）。
2. 将显示最小的可用数字。点击 OK（确定）。
3. 在 Edit User Program（编辑用户程序）屏幕上，输入表 3 中对应列的设置。
4. 输入所有设置后，按 STORE（存储）保存程序。

表 3 DR/2400 和 DR/2500 的用户程序设置

用户程序选项	15-150 毫克 / 升量程的设置	100-1,000 毫克 / 升量程的设置
名称	COD_FD_LR	COD_FD_HR
单位	毫克 / 升	毫克 / 升
化学形式 1	COD	COD
波长	440 nm	600 nm
校准	$C = a + bA$ $a = 0$ $b = -225.7$	$C = a + bA$ $a = 0$ $b = 3346$
分辨率	0.1	1
上限	关	关
下限	关	关
计时器 1	15:00 等待	15:00 等待
计时器 2	关	关
计时器 3	关	关
计时器 4	关	关
化学形式 2	关	关
化学形式 3	关	关
化学形式 4	关	关

DR/850 和 DR/890

此过程会将快速消解 COD 程序添加到 DR/850 或 DR/890 仪器：

15-150 mg/L COD 量程 - 程序 99 适用于 DR/890。无法将此程序输入到 DR/850 仪器，原因是该仪器无法在正确的波长下进行测量。

100-1,000 mg/L COD 量程 - 程序 100 适用于 DR/850 和 DR/890

1. 按 ON（开）键打开仪器。
2. 按 SETUP（设置）键。
3. 按 DOWN（向下）键，直至提示行显示“用户”。
4. 按 ENTER 键。
5. 输入 8138，然后按 ENTER。

6. 依照表 4 输入程序设置。行号列中的数字在仪器显示屏上显示。输入每个与所选量程列对应的数字，每输入一次数字按一次 **ENTER** 键。随时可使用**箭头**键回滚以查看或更改已输入的数字。一次只能输入一个程序范围（表 4 中的列）。重复步骤 1 至 6，向 DR/890 添加第二个程序范围。

表 4 DR/850 和 DR/890 的用户程序设置

行号	为 100-1000 毫克 / 升量程输入 (DR/850 或 DR/890)	为 15-150 毫克 / 升量程输入 (仅 DR/890)
1	100	99
2	42	4
3	72	73
4	0	0
5	0	0
6	0	0
7	0	0
8	0	0
9	0	0
10	0	0
11	0	0
12	69	195
13	74	58
14	112	199
15	0	174
16	0	0
17	0	0
18	0	0
19	0	0
20	67	67
21	79	79
22	68	68
23	0	0
24	0	0
25	0	0
26	0	0
27	0	0
28	0	0
29	0	0

表 4 DR/850 和 DR/890 的用户程序设置 (续)

行号	为 100-1000 毫克 / 升量程输入 (DR/850 或 DR/890)	为 15-150 毫克 / 升量程输入 (仅 DR/890)
30	0	0
31	0	0
32	0	0
33	0	0
34	0	0
35	0	0
36	0	0
37	0	0
38	0	0
39	0	0
40	0	0
41	0	0
42	0	0
43	4	6
44	76	114
45	0	0
46	50	100
47	10	10
48	3	0
49	132	0
50	0	0
51	0	0
52	0	0
53	0	0
54	65	33
55	0	0
56	255	255

消耗品和可更换部件

需要的试剂

说明	数量 / 试验	单位	订货号
选择相应的快速消解 COD 试剂瓶:			
低量程, 15 至 150 mg/L COD	1-2 个试剂瓶	25 个 / 包	2961525
高量程, 100 至 1,000 mg/L COD	1-2 个试剂瓶	25 个 / 包	2961625
去离子水	变化	4 升	27256

所需的装置

说明	数量 / 试验	单位	订货号
DRB200 反应器, 115 V, 15 x 16 毫米 ¹	1	台	LTV082.53.40001
DRB200 反应器, 230 V, 15 x 16 毫米 ¹	1	台	LTV082.52.40001
带安全吸球的移液管注液器	1	个	1465100
容量移液管, A 类, 2.00 毫升	2	个	1451536
或:			
吸管, 容积可变, 1.0-5.0 mL	1	个	BBP065
移液管吸头, 适用于 BBP065	2	75 个 / 包	BBP068
COD 试管冷却架 (容纳 10 个试剂瓶)	1	个	1864100

¹ 可提供其他配置。

推荐标准和装置

说明	单位	订货号
烧杯, 250 毫升	个	50046H
COD 标准溶液, 300 毫克 / 升	200 毫升	1218629
COD 标准溶液, 300 毫克 / 升	500 毫升	1218649
COD 标准溶液, 800 毫克 / 升	200 毫升	2672629
COD 标准溶液, 1000 毫克 / 升	200 毫升	2253929
需氧量标准 (BOD、COD、TOC), 617 mg/L COD, 10 毫升安瓿	16 个 / 包	2833510
移液管, TenSette, 0.1 至 1.0 毫升	个	1970001
移液管吸头, 适用于 TenSette 移液管 1970001	50 个 / 包	2185696
移液管吸头, 适用于 TenSette 移液管 1970001	1000 个 / 包	2185628
邻苯二甲酸氢钾, ACS	500 克	31534
搅拌棒	个	2095352
电磁搅拌装置, 120 VAC, 带电极架	个	4530001
电磁搅拌装置, 230 VAC, 带电极架	个	4530002
一次性揩布	70 个 / 包	2096900

可选试剂和装置

说明	单位	型号
分析天平, 测量范围 80 克, 115 VAC	个	2936701
搅拌器, 双速, 120 VAC	个	2616100
搅拌器, 双速, 240 VAC	个	2616102
快速消解 COD 试剂瓶, 低量程, 15 至 150 mg/L COD	150 个 / 包	2961515
快速消解 COD 试剂瓶, 高量程, 100 至 1,000 mg/L COD	150 个 / 包	2961615
容量瓶, 1000 毫升, A 类	个	1457453
容量瓶, 100 毫升, A 类	个	1457442
容量移液管, 0.5 毫升, A 类	个	1451534
容量移液管, 10 毫升, A 类	个	1451538
吸管注入器, 安全球	个	1465100
铬酸钾溶液, 50 克 / 升 K_2CrO_4	15 毫升 SCDB	16636H
硝酸银溶液, 0.1 M	100 毫升	2321942
浓硫酸, ACS	500 毫升	97949
污水进水标准, 适用于混合参数 NH_3-N , NO_3-N , PO_4 , COD, SO_4 , TOC (500 mg/L COD)	500 毫升	2833149
污水排放标准, 适用于混合参数 NH_3-N , NO_3-N , PO_4 , COD, SO_4 , TOC (25 mg/L COD)	500 毫升	2833249
称量纸, 76x76 毫米	500 个 / 包	1473800
指套	2 个 / 包	1464702
耐化学品手套, 9-9½ 英寸。 ¹	1 副	2410104
安全护目镜, 通气式	个	2550700

¹ 可提供其他尺寸。



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