

### COD 标准溶液的配制方法 (COD-571)

准确称取预先在 105-110℃ 烘干 2h 的基准或优级纯邻苯二甲酸氢钾 ( $\text{HOOC}_6\text{H}_4\text{COOK}$ ) 1.2754g 溶于重蒸馏水, 转移至 1000ml 容量瓶中, 用重蒸馏水稀释至标线。此溶液 COD 值为 1500mg/l。

浓度为 150 mg/1COD 溶液用 1500 mg/l 稀释 10 倍而得。

#### 专用氧化剂 A 和 B 的配制方法

专用氧化剂 A: 准确称取预先经 120℃ 烘干 2 小时在干燥器内冷至室温的基准重铬酸钾 ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{K}_7$ ) 2.6480g。溶于 80 毫升含硫酸的重蒸馏水 (50 毫升重蒸馏水中加入 30 毫升 98% 浓硫酸) 中, 转移至 100ml 容量瓶中, 不足部分用蒸馏水稀释至标线。此溶液为 0.09mol/l 重铬酸钾溶液。此 0.09mol/l 重铬酸钾溶液与 98% 浓硫酸 (含有 1% 硫酸银) 按体积比 1: 2 稀释成 (测量 0-1500 mg/l 的 COD 值) 专用氧化剂。

100 ml+200ml+2 g

0.09mol/l 重铬酸钾+浓硫酸+硫酸银

专用氧化剂 B: 准确称取预先经 120℃ 烘干 2 小时在干燥器内冷至室温的基准重铬酸钾 ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{K}_7$ ) 0.2648g。溶于 80 毫升含硫酸的重蒸馏水 (50 毫升重蒸馏水中加入 30 毫升 98% 浓硫酸) 中, 转移至 100ml 容量瓶中, 不足部分用蒸馏水稀释至标线。此溶液为 0.009mol/l 重铬酸钾溶液。此 0.009mol/l 重铬酸钾溶液与 98% 浓硫酸 (含有 1% 硫酸银) 按体积比 1: 2 稀释成 (测量 0-1500 mg/l 的 COD 值) 专用氧化剂。

100 ml+200ml+2 g

0.009mol/l 重铬酸钾+浓硫酸+硫酸银

#### 重蒸馏水的制备方法

于蒸馏水中加入少许高锰酸钾进行重蒸馏而得。

所配标准 COD 和氧化剂必须用重蒸馏水或高纯水大于 15M 以上。

所有零点和满度标准用的 COD 标准溶液或被测样品。都应加入不同的专用氧化剂。氧化剂必须存放在深色密封容量瓶中。

#### 仪器的检查和校准过程中的注意事项

1. 仪器开机预热 1 小时后，放入 620mm 滤光片，测量池中不放任何东西。用 0 模式进入校准状态，仪器显示的 mv 值应在 1500.0mv 左右。±50mv 最多不能超过 ±80mv。放入 420mm 滤光片。测量池中空用 1 模式进入校准状态，仪器显示的 mv 值应在 500mv 左右，±50mv。如以上显示值超过范围说明光源漂移或减弱，需调正内部标准电压。（用数字万用表直流电压档，黑表棒接公共地，红表棒接 U16，741，6 号脚、调节 W3 电位器，使万用表显示-3.00v）。此条调整需要专业人士操作。

2. 用标准 COD 溶液校准时相对应的 mv 值

高浓度：1500 mg/l → 800-900mv 左右，有可能 400-900 左右（消解完的颜色深绿色）

0 mg/l → 1300mv 左右，颜色（黄色）

低浓度：150 mg/l → 300-350mv 左右（消解完的颜色浅绿色）

0 mg/l → 200mv 左右，颜色（黄色）

注意：温度 150 度，消解时间 120 分钟。