



上海叶拓科技有限公司
Shanghai Tetuo technology co., ltd

地址:南京市秦淮区应天大街390号E+空间
电话:021-59185783/17721464524
网址:<http://www.ye-tuo.com>

HCA-100型 标准COD消解器 产品说明书

实验室方案专家

目录 CONTENTS

概述	-----	01
[一] 技术规格	-----	02
[二] 面板使用说明	-----	02
[三] 仪器操作步骤	-----	03
[四] 国家标准	-----	06
[五] 附加说明	-----	12
[七] 装箱清单	-----	12

概述

国家GB11914-89标准分析方法规范地制定了水质化学需氧量COD的测定步骤，严格地规定了方法的加热消解时间、溶液酸度、氧化剂和催化剂的用量等条件指标。显而易见，水质COD的测定是有严格的条件规定，违背了条件规定进行操作，就会影响测定的准确性。

HCA-10 X标准COD消解器遵循了国际标准（ISO）和国家标准（GB）的基本原则，保证了回流加热微沸2小时的消解操作，试剂溶液的配制和加入量都和GB法一致，确保可靠精确的分析结果。

仪器采用微机技术进行定时控制加热电炉，可对5个锥形瓶回流装置同时进行加热，达到节能、提高效率目的，同时采用玻璃毛刺回流管代替球形回流管，并以风冷技术取代自来水冷却方式，又达到节水，使仪器规范化操作。

仪器的化学溶液配制、操作和COD的计算完全遵照GB11914-89，低于50mg/L的COD水样可通过稀释滴定剂和氧化剂浓度来提高精确度高于1000mg/L的COD水样，可以通过水样的比例稀释来完成测定。

一、技术规格

测量范围：0~1000mg/L，0~10000mg/L（水样稀释）

测量时间：不大于2小时

测量误差：邻苯二甲酸氢钾标准溶液（500mg/L），相对标准偏差不大于5.0%

工业有机废水（500mg/L），相对标准偏差不大于8.0%

加热功率：1500W（HCA-100）

环境温度：5~40℃

二、面板按键使用说明

- (1) 风扇：控制风扇的打开和关闭。
- (2) 设定：消解时间控制设定键。仪器开机设定时间为2小时30分钟。每按一次设定键自动减去10分钟，用标准回流法测定COD时应设定为2小时。
- (3) 开始：消解开始控制键，按“开始”键后仪器进行加热回流消解，并且从设定值（如2小时）处倒计时，加热指示灯亮。当达到设定时间后，仪器自动停止加热，加热指示灯灭。

使用步骤

仪器在通电使用前，应先从回流管注水口处加入尽可能多的蒸馏水，以保证冷却效果。

- (1) 打开仪器右侧板电源开关，此时仪器显示“000”。“111”“222”...“999”，最后显示消解时间最大设定值2小时30分钟，风扇同时打开，风扇指示灯亮。

- (2) 改变消解时间设定值，按“设定”键，递减消解时间使设定值最终为2小时。也可以根据需要任意设定消解时间值。
- (3) 回流消解：按“启动”键，仪器开始进行加热回流消解，“开始”指示灯亮，加热指示灯亮。消解完毕后，仪器显示“000”并闪烁，“开始”指示灯灭，加热指示灯灭。
- (4) 样品处理及分析方法参照国家标准分析方法GB11914-89。

三、仪器操作步骤

HCA-100标准COD消解器（5管）

对于本仪器，具体操作如下：带有24号标准磨口的250mL锥形瓶加入 20mL 试样，加入 0.250mol/L 重铬酸钾标准溶液 10.0mL和几颗防爆沸玻璃珠，摇匀。将锥形瓶接到毛刺冷凝管下端。从冷凝管上端缓慢加入 30mL 硫酸银-硫酸试剂，以防止低沸点有机物的逸出，不断旋动锥形瓶使之混合均匀。自溶液开始沸腾起回流两小时。冷却后，用30mL蒸馏水自冷凝管上端冲洗冷凝管后，取下锥形瓶，再用蒸馏水稀释至 140mL 左右（即总加蒸馏水80mL）。溶液冷却至室温后，加入3滴1，10-菲绕啉指示剂溶液，混合均匀。用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定，溶液的颜色由黄色经蓝绿色变为红褐色即为终点。

HCA-100标准COD消解器（6管）

对于本仪器，具体操作如下：带有24号标准磨口的250mL锥形瓶加入 20ml 试样，加入 0.250mol/L 重铬酸钾标准溶液 10.0mL和几颗防爆沸玻璃珠，摇匀。将锥形瓶接到毛刺冷凝管下端。从冷凝管上端缓慢加入 30mL 硫酸银-硫酸试剂，以防止低沸点有机物的逸出，不断旋动锥形瓶使之混合均匀。自溶液开始沸腾起回流两小时。冷却后，用30mL蒸馏水自冷凝管上端冲洗冷凝管后，取下锥形瓶，再用蒸馏水稀释至 140mL 左右（即总加蒸馏水80mL）。溶液冷却至室温后，加入3滴1，10-菲绕啉指示剂溶液，混合均匀。用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定，溶液的颜色由黄色经蓝绿色变为红褐色即为终点。

HCA-100标准COD消解器（10管）

对于本仪器，试样及试剂取样量减半，具体操作如下：向带有24号标准磨口的 150mL 专用消解瓶加入10ml试样，加入 0.250mol/L 重铬酸钾标准溶液5.0mL和几颗防爆沸玻璃珠，摇匀。将专用消解瓶接到毛刺冷凝管下端。从冷凝管上端缓慢加入 15mL 硫酸银-硫酸试剂，以防止低沸点有机物的逸出，不断旋动专用消解瓶使之混合均匀。自溶液开始沸腾起回流两小时。冷却后，用 20mL 蒸馏水自冷凝管上端冲洗冷凝管后，取下专用消解瓶，再用蒸馏水稀释至70mL左右（即总加蒸馏水40mL）溶液冷却至室温后，加入3滴1，10-菲绕啉指示剂溶液，混合均匀。用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定，溶液的颜色由黄色经蓝绿色变为红褐色即为终点。

HCA-100标准COD消解器（8管）

对于本仪器，具体操作如下：带有24号标准磨口的200mL专用消解瓶加入 20ml 试样，加入0.250mol/L 重铬酸钾标准溶液10.0mL和几颗防爆沸玻璃珠，摇匀。将锥形瓶接到毛刺冷凝管下端。从冷凝管上端缓慢加入 30mL 硫酸银-硫酸试剂，以防止低沸点有机物的逸出，不断旋动锥形瓶使之混合均匀。自溶液开始沸腾起回流两小时。冷却后，用30mL蒸馏水自冷凝管上端冲洗冷凝管后，取下锥形瓶，再用蒸馏水稀释至 140mL 左右（即总加蒸馏水80mL）。溶液冷却至室温后，加入3滴1，10-菲绕啉指示剂溶液，混合均匀。用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定，溶液的颜色由黄色经蓝绿色变为红褐色即为终点。

HCA-100标准COD消解器（12管）

对于本仪器，试样及试剂取样量减半，具体操作如下：

带有24号标准磨口的150mL锥形瓶加入10ml 试样，加入0.250mol/L 重铬酸钾标准溶液5.0mL和几颗防爆沸玻璃珠，摇匀。将锥形瓶接到毛刺冷凝管下端。从冷凝管上端缓慢加入15mL 硫酸银-硫酸试剂，以防止低沸点有机物的逸出，不断旋动锥形瓶使之混合均匀。自溶液开始沸腾起回流两小时。冷却后，用 30mL 蒸馏水自冷凝管上端冲洗冷凝管后，取下锥形瓶，再用蒸馏水稀释至 70mL 左右（即总加蒸馏水40mL）。溶液冷却至室温后，加入3滴1，10-菲绕啉指示剂溶液，混合均匀。用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定，溶液的颜色由黄色经蓝绿色变为红褐色即为终点。

中华人民共和国国家标准 水质化学需氧量的测定

重铬酸盐法 GB11914-89

Water quality-----Determination of the chemical oxygen demand---Dichromate method

1、主题内容与应用范围

本标准规定了水中化学需氧量的测定方法。

本标准适用于各种类型的含COD值大于30mg/L的水样，对未经稀释的水样的测定上限为 mg/L。

本标准不适用于含氯化物浓度大于1000mg/L（稀释后）的含盐水。

2、定义

在一定条件下，经重铬酸钾氧化处理时，水样中的溶解性物质和悬浮物所消耗的重铬酸盐相对应的氧的质量浓度。

3、原理

在水样中加入已知量的重铬酸钾溶液，并在强酸介质下以银盐作催化剂，经沸腾回流后，以试亚铁灵为指示剂，用硫酸亚铁铵滴定水样中未被还原的重铬酸钾由消耗的硫酸亚铁铵的消耗氧的质量浓度。

在酸性重铬酸钾条件下，芳烃及吡啶难以被氧化，其氧化率较低。在硫酸银催化作用下，脂肪族化合物可有效地被氧化。

4、试剂

除非另有说明，实验时所用试剂均为符合国家标准分析纯试剂，试验用水均为蒸馏水或纯度的水。

4.1硫酸银 (Ag₂SO₄)，化学纯。

4.2硫酸汞 (HgSO₄)，化学纯。

4.3硫酸 (H₂SO₄)，ρ=1.84g/mL

4.4硫酸银-硫酸试剂：向1L硫酸 (4.3) 中加入10g硫酸银 (4.1)，放置1~2天使之溶解，并混匀，使用前小心摇动。

4.5重铬酸钾标准溶液：

4.5.1浓度为C (1/6K₂Cr₂O₇) =0.250mol/L的重铬酸钾标准溶液：将12.258g在105℃干燥以后的重铬酸钾溶于水中，稀释至1000ml。

4.5.2浓度为C (1/6K₂Cr₂O₇) =0.250mol/L的重铬酸钾标准溶液：将4.5.1条的溶液稀释10倍而成。

4.6硫酸亚铁铵标准滴定溶液

4.6.1浓度为C[(NH₄)₂Fe (SO₄)₂·6H₂O]≈0.10mol/L的硫酸亚铁铵标准滴定溶液：溶解39g硫酸亚铁铵[(NH₄)₂Fe (SO₄)₂·6H₂O]于水中，加入20ml硫酸 (4.3)，待其溶液冷却后稀释至1000ml。

4.6.2每日临用前，必须用重铬酸钾标准溶液 (4.5.1) 准确标定此溶液 (4.6.1) 的浓度。取 10.00mL 重铬酸钾标准溶液 (4.5.1) 置于锥形瓶中，用水稀释至约100mL，加入30mL硫酸 (4.3)，混匀，冷却后，加3滴 (约0.15mL) 试亚铁灵指示剂 (4.7)，用硫酸亚铁铵 (4.6.1) 确定溶液的颜色由黄色经蓝绿色变为红褐色，即为终点。记录下硫酸亚铁铵的消耗量 (mL)。

4.6.3硫酸亚铁铵标准滴定溶液浓度的计算：

$$C[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] = \frac{10.00 \times 0.250}{V} = \frac{2.50}{V}$$

式中：V-----滴定时消耗硫酸亚铁铵溶液的毫升数。

4.6.4浓度为C[(NH₄)₂Fe (SO₄)₂·6H₂O]≈0.010mol/L的硫酸亚铁铵标准滴定溶液：将4.6.1条的溶液稀释10倍，用重铬酸钾标准溶液 (4.5.2) 标定，其滴定步骤及浓度计算分别与4.6.2及4.6.3类同。

4.7邻苯二甲酸氢钾标准溶液，

C (KCr₆H₃O₄) =2.0824mol/L：称取105℃时干燥2h的邻苯二甲酸氢钾 (HOOC₆H₄COOK) 0.4254g溶于水，并稀释至1000mL，混匀。以重铬酸钾为氧化剂，将邻苯二甲酸氢钾完全氧化的COD值为1.176g氧/克 (值1g邻苯二甲酸氢钾耗氧1.176g) 故该标准溶液的理论COD值为500mg/L。

4.8 1, 10-菲绕啉 (1, 10-phenanthroline monohy drate) 指示剂溶液：溶解0.7g七水合硫酸重铵 (FeSO₄·7H₂O) 于50mL的水中，加入1.5gl, 10-菲绕啉，搅动至溶解，加水稀释至。

4.9防爆沸玻璃珠

5仪器

常用实验室仪器和下列仪器。

5.1回流装置：带有24号标准磨口的250mL锥形瓶的全玻璃回流装置。回流冷凝管长度为300~500mm。若取样量在30mL以上，可采用带500mL锥形瓶的全玻璃回流装置。

5.2加热装置。

5.3 25mL或50mL酸式滴定管。

6采样和样品

6.1采样

水样要采集于玻璃瓶中，应尽快分析。如不能立即分析时，应加入硫酸 (4.3) 至pH<2,置4℃下保存。但保存时间不多于5天。采集水样的体积不得少于100mL。

6.2 试料的准备

将试样充分摇匀，取出20.2mL作为试料。

7 步骤

7.1 对于COD值小于50mg/L的水样，应采用低浓度的重铬酸钾标准溶液（4.5.2）氧化，加热回流以后，采用低浓度的硫酸亚铁铵标准溶液（4.6.4）回滴。

7.2 该方法对未经稀释的水样其测定上限为700mg/L，超过此限时必须经稀释后测定。

7.3 对于污染严重的水样，可选取所需体积1/10的试料和1，10试剂，放入10×150mm硬质玻璃管中，摇匀后，用酒精灯加热至沸数分钟，观察溶液是否变成蓝绿色。如呈蓝绿色，应取适当少取试料，重复以上试验，直至溶液不变蓝绿色为止。从而确定待测水样适当的稀释倍数。

7.4 取试料（6.2）于锥形瓶中，或取适量试料加水至20.0mL

7.5 空白试验：按相同步骤以20.0mL代替试料进行空白试验，其余试剂和试剂测定（7.8）相同，记录下空白滴定时消耗硫酸亚铁铵标准溶液的毫升数V1。

7.6 校核试验：按测定试料（7.8）提供的方法分析20.0mL邻苯二甲酸氢钾标准溶液（4.7）的COD值，用以检验操作技术及试剂纯度。

该溶液的理论COD值为500mg/L，如果校核试验的结果大于该值的96%，即可认为实验结果基本上是适宜的，否则，必须寻找失败的原因，重复实验，使之达到要求。

7.7 去干扰试验：无机还原性物质如亚硝酸盐、硫化物及二价铁盐将使结果增加，将其需氧量作为水样COD值的一部分是可以接受的。

该实验的主要干扰物为氯化物，可加入硫酸汞（4.2）部分地除去，经回流后，氯离子可与硫酸汞结合成可溶性的氯汞络合物。

当氯离子含量超过1000mg/L时，COD的最低允许值为250mg/L，低于此值结果的准确度就不可靠。

7.8 水样的测定：于试料（7.4）中加入10.0mL重铬酸钾标准溶液（4.5.1）和几颗防爆沸玻璃珠（4.9），摇匀。

将锥形瓶接到回流装置（5.1）冷凝管下端，接通冷凝水。从冷凝管上端缓慢加入30mL。硫酸银-硫酸试剂（4.4），以防止低沸点有机物的逸出，不断旋动锥形瓶使之混合均匀。自溶液开始沸腾起回流两小时。

冷却后，用20~30mL水自冷凝管上端冲洗冷凝管后，取下锥形瓶，再用水稀释至140mL左右。

溶液冷却至室温后，加入3滴1，10-菲绕啉指示剂溶液（4.8），用硫酸亚铁铵标准滴定溶液（4.6）滴定，溶液的颜色由黄色经蓝绿色变为红褐色即为终点。记下硫酸亚铁铵标准滴定溶液的消耗毫升数V2。

7.9 在特殊情况下，需要测定的试料在10.0mL到50.0mL之间，试剂的体积或重量按表1作相应的调整。

表 1 不同取样量采用的试剂用量

	0.250KCr ₆ H ₂ O ₄ mL	Ag ₂ SO ₄ - H ₂ SO ₄ mL	HgSO ₄ g	(NH ₄) ₂ Fe(SO ₄) ₂ · 6H ₂ O mol/L	滴定前 体积 mL
10.0	5.0	15	0.2	0.05	70
20.0	10.0	30	0.4	0.10	140
30.0	15.0	45	0.6	0.15	210
40.0	20.0	60	0.8	0.20	200
50.0	25.0	75	1.0	0.25	350

8结果的表示

8.1计算方法

以mg/L计的水样化学需氧量，计算公式如下：

$$\text{COD (mg/L)} =$$

式中：C---硫酸亚铁铵标准滴定溶液（4.6）的浓度，mol/L；

V---空白试验（7.4）所消耗的消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积，mL；

V1---试料试验（7.8）所消耗的消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积，mL；

V2----试料的体积，mL；

8000----- 的摩尔质量以mg/L为单位换算值。

测定结果一般保留三位有效数字，对COD值小的水样（7.1），当计算出COD值小于10mg/L，应表示为“COD<10mg/L”。

8.2精密度

8.2.1标准溶液测定的精密度

40个不同的实验室测定COD值为500mg/L的邻苯二甲酸氢钾（4.7）标准溶液，其标准偏差为20mg/L，相对标准偏差为4.0%

8.2.2工业废水测定的精密度（见表2）

表 2 工业废水 COD 测定的精密度

	参加验证的 实验室个数	COD 均值, mg/L	实验室内相对 标准偏差, %	实验室间相对标 准偏差, %	实验室间总相对 标准偏差, %
	5	70.1	3.0	8.0	8.5
	8	398	1.8	3.8	4.2
染料废水	6	603	0.7	2.3	2.4
	8	284	1.3	1.8	2.3
	6	517	0.9	3.2	3.3
皮革废水	9	691	1.5	3.0	3.4

五、附加说明

本标准由国家环境保护局标准处提出。

本标准由北京市化工研究院负责起草。

本标准的主要起草人尹洧。

本标准委托中国环境监测总站负责解释。

六、装箱清单

HCA-10_0__标准COD消解器（_12__管）装箱清单

序号	名称	单位	数量
1	标准 COD 消解器主机	台	1
2	毛刺回流管	支	12
3	加热瓶	只	/
4	电源线	根	1
5	保险丝	只	2
6	说明书	本	1
7	合格证	张	1
8	保修卡	张	1
9	装箱清单	张	1

包装人：_____ 装箱时间：_____年_____月