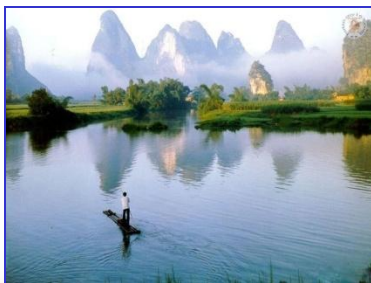
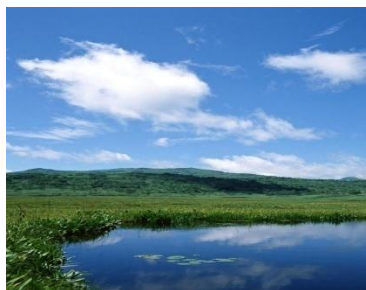




实验十

水中化学耗氧量的测定



水污染



一、实验目的

1. 了解测定水样化学耗氧量的意义；
2. 掌握酸性高锰酸钾法测定化学耗氧量的原理和方法。

二、实验原理

耗氧量是水质污染程度的主要指标之一，分为生物耗氧量（BOD）和化学耗氧量（COD）两种。

BOD是指水中有机物质发生生物过程时所需要氧的量；

COD是指在特定条件下，用强氧化剂处理水样时，水样所消耗的氧化剂的量，常用每升水消耗 O_2 的量来表示。水样中的化学耗氧量与测试条件有关，因此应严格控制反应条件，按规定的操作步骤进行测定。



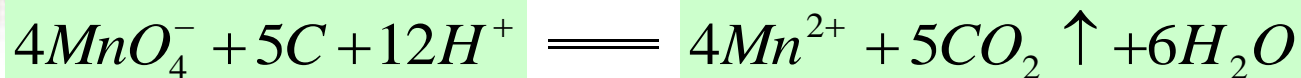
测定化学耗氧量的方法有重铬酸钾法、酸性高锰酸钾法和碱性高锰酸钾法。本实验采用酸性高锰酸钾法测定水样。此方法简单、快速。

在酸性条件下，向水中加入过量的 KMnO_4 溶液，并加热溶液使水中的还原物充分反应，然后再向溶液中加入过量的 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 标准溶液还原多余的 KMnO_4 ，剩余的 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 再用 KMnO_4 溶液返滴定。根据 KMnO_4 的浓度和水样消耗 KMnO_4 溶液的体积，计算水样的耗氧量。

此法适用于污染不十分严重的地面水和河水等的化学耗氧量的测定。



有关反应方程式为：



这里，C泛指水中的还原性物质或耗氧物质，主要为有机物。

水样耗氧量的计算式为：

$$COD_{(Mn)} = \frac{\left\{ 5C_{(MnO_4^-)} \times [V_1 + V_2 - V_0]_{(MnO_4^-)} - 2[C_{(C_2O_4^{2-})} \times V_{(C_2O_4^{2-})}] \right\} \times 8 \times 1000}{V_{\text{水样}}}$$

单位：

O₂, mg L⁻¹

式中：V₁——第一次加入KMnO₄的体积数，
V₂——滴定加入KMnO₄的体积数，
V₀——空白测定的KMnO₄的体积数。



三、实验步骤

1、~ $0.002 \text{ mol L}^{-1} \text{ KMnO}_4$ 标准溶液的准备:

用移液管准确移取25mL已知浓度的 KMnO_4 标准溶液，稀释10倍，装入酸式滴定管。

2、~ $0.005 \text{ mol L}^{-1} \text{ Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液的准备:

准确称取0.16~0.18 g的 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 基准物质，置于小烧杯中，用适量水溶解后，定量转移至250 mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。（润洗25mL移液管）



3. 测定

取样
100mL

250 mL
锥形瓶

6mol/L H_2SO_4
12 mL

酸化

滴定管加入
 KMnO_4
10mL (V_1)

水浴加热

保持沸腾
30min

紫红色不应褪去，否则
应增加 KMnO_4 溶液的体积

冷却
1分钟

移液管加入

$\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$
25mL

摇匀

此时溶液应为无色，否则应增加 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$
溶液的用量

趁热 KMnO_4 滴定
(V_2)

终点
微红色

平行滴定2份

另取100.00 mL蒸馏水进行空白实验，测 (V_0) 值。



四、注意事项

1. 水样采集后，应加入 H_2SO_4 使 $\text{pH} < 2$ ，抑制微生物繁殖。
2. 试样应尽快分析，必要时在 $0 \sim 5^\circ\text{C}$ 保存，应在48 h内测定。
3. 取水样的量由外观可初步判断：洁净透明的水样取100 mL；污染严重、浑浊的水样取10~30 mL，补加蒸馏水至100 mL。

附：水质标准

水质标准	I	II	III	IV	V
高锰酸盐指数 (O_2 , mg/L)	≤ 2	4	6	8	10



五、思考题

1. 水样中加入 KMnO_4 溶液煮沸后，若紫红色褪去，说明什么？
应怎样处理？
2. 用重铬酸钾法测定时，若在加热回流后变绿，是什么原因？
应如何处理？
3. 水样中氯离子的含量较高，为什么对测定有干扰？如何消除？
4. 水样COD的测定有何意义？



实验结束，清点仪器，
将缺的、坏的补齐，交还钥匙

谢谢！

