

سازمان حفاظت محیط زیست ایران

بخش شیمی آزمایشگاه مرجع

دستورالعمل آزمایش تعیین COD به روش
هضم برگشتی باز

**Determination of Chemical Oxygen
Demand (Open Reflux Method)**

تهیه کنندگان :

زهرا ملک سیاه چشم

لاله طالبی

سمیه دانش منفرد

مریم خدادادیان

نسخه :

۱۳۸۸ - ۰۰

۱- کلیات :

اکسیژن مورد نیاز شیمیایی، معیاری است برای سنجش اکسیژن هم ارز ترکیبات آلی که می توانند توسط یک اکسید کننده قوی اکسید و تجزیه شوند. بیشتر مواد آلی در اثر جوشاندن با مخلوطی از اسید کرومیک و اسید سولفوریک تخریب می شوند. نمونه در محلول اسیدی قوی همراه با مقدار مشخصی دی کرومات پتاسیم هضم برگشتی می شود. پس از هضم، باقیمانده دی کرومات احیا نشده با سولفات مضاعف آمونیوم و آهن تیترا شده تا مقدار دی کرومات مصرفی تعیین گردد. در پایان میزان مواد آلی اکسید شده به صورت اکسیژن هم ارز محاسبه می شود.

۲- تجهیزات :

۱-۲: هیتر و میرد ها (هیتر دارای توان کافی دست کم $114w/cm^2$ انرژی)

۲-۲: پیپت ۲۵، ۲۰، ۱۰ سی سی

۳-۲: بورت

۳- مواد مصرفی :

۱-۳: محلول سولفات مضاعف آمونیوم و آهن (FAS) (۲۵/۰ نرمال):

۳۹ گرم $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ را در آب مقطر حل کرده، ۲۰ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ اضافه کنید. محلول را خنک کنید و سپس با آب مقطر به حجم ۱ لیتر برسانید. هر بار اندازه گیری باید همراه با استاندارد کردن باشد.

روش استاندارد کردن: ۱۰ میلی لیتر دی کرومات پتاسیم را با آب مقطر به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. ۳۰ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ به آن افزوده و پس از سرد کردن در حضور ۲ تا ۳ قطره شناساگر فریون با محلول فرو سولفات آمونیوم تیترا کنید.

$0.25 \times \text{حجم دی کرومات پتاسیم تیترا شده (میلی لیتر)} = \text{مولاریته محلول FAS}$

حجم FAS مصرفی برای تیتراسیون (میلی لیتر)

۲-۳: سولفات جیوه :

از پودر سولفات جیوه با درجه خلوص آزمایشگاهی برای کمپلکس کلرید ها و حذف آنها از محیط واکنش استفاده کنید .

۳-۳: محلول شناساگر فریون (FERRION):

۱/۴۸۵ گرم ۱،۱۰- فانترولین تک آب و ۶۹۵ گرم $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ را در آب مقطر حل کرده و به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

۳-۴: محلول دی کرومات پتاسیم (۲۵/نرمال) یا (۰/۰۴۱۷ مولار):

۱۲/۲۵۹ گرم دی کرومات پتاسیم که قبلاً در دمای 103°C به مدت ۲ ساعت خشک شده را در آب مقطر حل کرده و سپس به حجم یک لیتر برسانید.

۳-۵: معرف اسید سولفوریک:

۵/۵ گرم کریستال یا پودر سولفات نقره (Ag_2SO_4) را به ۱ لیتر اسید سولفوریک غلیظ بیفزایید. ۱ تا ۲ روز فرصت دهید تا سولفات نقره کاملاً حل شود.

۳-۶: فتالات هیدروژن پتاسیم (KHP) استاندارد:

فتالات پتاسیم هیدروژن را به آرامی خرد کرده و سپس تا رسیدن به وزن ثابت در دمای 120°C خشک کنید. ۴۲۵ میلی گرم از آن را در آب مقطر حل کرده به حجم یک لیتر برسانید. COD محاسبه شده برای KHP معادل $1/176\text{mg O}_2$ به ازای هر میلی گرم KHP است. در نتیجه هر میلی لیتر از این محلول دارای ۵۰۰ میکرو گرم در میلی لیتر O_2 می باشد. اگر این محلول در جای خشک نگهداری شود در صورت عدم رشد بیولوژیکی قابل مشاهده، تا ۳ ماه پایدار می ماند.

۴- روش انجام آزمون:

۲۰ میلی لیتر از نمونه یا نمونه رقیق شده را در بالن هضم بریزید. ۰/۴ گرم سولفات جیوه و چندین مهره شیشه ای اضافه کرده و ۱۰ ml از محلول $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ۲۵/نرمال و ۳۰ ml از معرف H_2SO_4 را بیفزایید. در حال افزایش اسید ظرف را تکان دهید. محلول رفلاکس باید قبل از حرارت دادن خوب مخلوط شده باشد مبردها را به بالنها وصل کنید. از محکم بودن اتصالات اطمینان حاصل کنید. اجاق برقی را روشن کنید. وقتی محلول شروع به جوشیدن کرد، بعد از ۲ ساعت رفلاکس حرارت را قطع کنید و بگذارید نمونه ها به دمای اتاق برسند (بدون اینکه بالنها و مبردها را از هم جدا کنید). مبردها را با ۸۰ ml آب مقطر بشوئید و آنها را از بالنها جدا کنید. سه قطره فریون اضافه کرده با FAS تیترا کنید. تغییر رنگ از سبز آبی به قهوه ای مایل به قرمز را به عنوان نقطه پایان تیتراسیون در نظر بگیرید.

۵- محاسبات:

$$\text{COD (mg/l)} = \frac{(A-B) \times N \times 8000}{V}$$

میلی لیتر حجم نمونه

حجم FAS مصرف شده برای نمونه (میلی لیتر) = A

حجم FAS مصرف شده برای شاهد (میلی لیتر) = B

نرمالیتة FAS = N

۶- مراجع و مستندات مرتبط :

- Standard Methods For The Examination Of Water And Waste Water.2005.5220 B

سازمان حفاظت محیط زیست