



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱۰۶۱۲

چاپ اول

ISIRI

10612

1st.edition

کیفیت آب - اندازه گیری اکسیژن مورد نیاز

شیمیایی

**Water quality- Determination of
chemical oxygen demand**

به نام خدا

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه* صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که مؤسسه استاندارد تشکیل می‌دهد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به‌عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. مؤسسه می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست-محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) و وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آنها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها،

* مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

1 - International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3 - International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrologie Legal)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این مؤسسه است

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

تهران - خیابان ولیعصر، ضلع جنوبی میدان ونک، پلاک ۱۲۹۴، صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج - شهر صنعتی، صندوق پستی ۱۶۳-۳۱۵۸۵

تلفن: ۸-۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶۱)

دورنگار: ۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶۱)

پیام نگار: standard@isiri.org.ir

وبگاه: www.isiri.org

بخش فروش، تلفن: ۲۸۱۸۹۸۹ (۰۲۶۱) ، دورنگار: ۲۸۱۸۷۸۷ (۰۲۶۱)

بها: ۱۲۵۰ ریال

Institute of Standards and Industrial Research of IRAN
Central Office: No.1294 Valiaser Ave. Vanak corner, Tehran, Iran
P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran
Tel: +98 (21) 88879461-5
Fax: +98 (21) 88887080, 88887103
Headquarters: Standard Square, Karaj, Iran
P.O. Box: 31585-163
Tel: +98 (261) 2806031-8
Fax: +98 (261) 2808114
Email: standard@isiri.org.ir
Website: www.isiri.org
Sales Dep.: Tel: +98(261) 2818989, Fax.: +98(261) 2818787
Price 1250 Rls.

کمیسیون فنی استاندارد

«کیفیت آب _ اندازه گیری اکسیژن مورد نیاز شیمیایی _ روش آزمون»

رئیس:

هاشمی، سیدحسین

بهشتی

(دکترای مهندسی محیط زیست)

دبیر:

مقتدر، مهناز

استان تهران

(فوق لیسانس مدیریت محیط زیست)

منتظری، نزهت

(فوق لیسانس مدیریت محیط زیست)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

بنیای مطلق، پروین

وزارت بهداشت،

(فوق لیسانس مهندسی بهسازی)

درمان و آموزش پزشکی

حسینی، سیده مریم

سازمان حفاظت محیط زیست

(لیسانس شیمی)

عزیزی، کبری

شرکت آب و فاضلاب تهران

(فوق لیسانس مهندسی بهداشت)

شرکت آب منطقه ای تهران

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی

عظیمی، میترا

(لیسانس شیمی)

متین فر، مهناز

ایران

(لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ج	آشنائی باموسسه استاندارد
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف
۱	۲ دامنه کاربرد
۱	۳ مراجع الزامی
۲	۴ اصطلاحات و تعاریف
۲	۵ روش آزمون
۲	۶ اصول آزمون
۳	۷ مواد/ یا واکنشگرها
۶	۸ وسایل
۶	۹ تهیه و آماده سازی و نگهداری نمونه ها
۷	۱۰ روش انجام آزمون
۸	۱۱ بیان نتایج
۹	۱۲ گزارش آزمون
۱۰	۱۳ پیوست اطلاعاتی

پیش گفتار

استاندارد " کیفیت آب - اندازه گیری اکسیژن مورد نیاز شیمیایی که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط (موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران) تهیه و تدوین شده و در پانصد و چهاردهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۸۶/۱۲/۱۴ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های ملی و جهانی در زمینه صنایع علوم و خدمات استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

منبع و مآخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO 6060 :1989, Water quality-Determination of the chemical oxygen demand

مقدمه

اکسیژن موردنیاز شیمیایی (COD) آب که توسط روش دی کرومات تعیین می شود، می تواند به عنوان یک اندازه گیری تقریبی اکسیژن موردنیاز تئوری در نظر گرفته شود، برای مثال مقدار اکسیژن مصرف شده در اکسیداسیون شیمیایی کامل مواد متشکله آلی به محصولات نهایی غیر آلی (به بند ۵-۶-۳ مراجعه شود). نزدیک بودن مقادیر نتایج آزمون به مقدار اکسیژن موردنیاز تئوری به میزان کامل بودن اکسیداسیون بستگی دارد. مقدار زیادی از ترکیبات آلی به میزان ۹۰٪ تا ۱۰۰٪ اکسید می شوند و در آب هایی مانند فاضلاب های شهری که این ترکیبات غالب هستند، میزان COD یک اندازه گیری واقعی از اکسیژن موردنیاز تئوری است برای سایر آب ها که دارای مقادیر زیادی از ترکیبات مشخص هستند که تحت شرایط آزمون (به بند ۵-۶-۳ مراجعه شود) به سختی اکسید می شوند، میزان COD یک اندازه گیری غیر دقیق از اکسیژن موردنیاز تئوری است. این مشکل ممکن است در مورد بعضی از فاضلابهای صنعتی صدق کند.

بنابراین اهمیت میزان COD به ترکیب آب تحت بررسی بستگی دارد. بهتر است این مسئله به هنگام استفاده از نتایج بدست آمده توسط روش بیان شده در این استاندارد لحاظ شود.

کیفیت آب - تعیین اکسیژن مورد نیاز شیمیایی

۱ هدف

هدف از تدوین این استاندارد تعیین اکسیژن مورد نیاز شیمیایی^۱ (COD) آب است.

۲ دامنه کاربرد

این روش برای آب های با مقدار اکسیژن مورد نیاز شیمیایی بین 30 mg/l تا 700 mg/l با میزان کلرید کمتر از 1000 mg/l کاربرد دارد. بهتر است برای رسیدن به بالاترین صحت، مقدار COD آب در محدوده 300 mg/l تا 600 mg/l باشد.

یادآوری ۱- اگر مقدار COD بیش از 700 mg/l باشد نمونه باید دقیق شود.

یادآوری ۲- تحت شرایط واکنش، ترکیبات آلی به مقدار زیادی اکسید می شوند. ترکیباتی با ساختار مشخص (مانند هسته های پیریدین، ترکیبات چهار ظرفیتی نیتروژن) و مواد آبدوست فرار که ممکن است تبخیر شوند، اکسید نمی شوند. ترکیبات غیر آلی که تحت شرایط واکنش اکسید می شوند، برای مثال، عبارتند از یون های برم و ید، ترکیبات گوگردی مشخص، یون های نیتريت و ترکیبات فلزی مشخص. از طرف دیگر ترکیبات مشخص ممکن است تحت شرایط واکنش به عنوان عوامل اکسید کننده، واکنش دهند. بر حسب هدف استفاده از نتایج آزمون، این واکنش ها باید در نظر گرفته شوند.

۳ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن ها ارجاع داده شده است بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظراین استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه های بعدی آن ها مورد نظر است. استفاده از مراجع الزامی زیر برای این استاندارد الزامی است:

۳-۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ : سال ۱۳۸۰، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه -

ویژگیها و روشهای آزمون

3-2 ISO 385 - 1:1984, Laboratory glassware - Burettes - part 1: General requirements ISOIR385-1964 1956 withdrawn

3-3:ISO 5790:1979, Inorganic chemical products for industrial use -General method for determination of chloride content-Mercurimetric method

۴ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می رود:

۱-۴

اکسیژن مورد نیاز شیمیایی (COD)

غلظت جرمی از اکسیژن معادل مقدار دی کرومات مصرفی به وسیله مواد معلق و محلول، هنگامی که نمونه آب تحت شرایط خاص با آن اکسید کننده وارد عمل می شود.

۵ روش آزمون

۱-۵ اصول آزمون

آزمونه با مقدار معین پتاسیم دی کرومات و کاتالیزور نقره در حضور جیوه (II) سولفات در محیط سولفوریک اسید قوی برای یک مدت زمان ثابت رفلکس می شود. در طی واکنش بخشی از دی کرومات توسط مواد قابل اکسایش موجود، احیا می شود. دی کرومات باقیمانده با آمونیوم آهن (II) سولفات تیترا شده و مقدار اکسیژن مورد نیاز شیمیایی از میزان دی کرومات احیاشده محاسبه می شود. ۱ مول از دی کرومات ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$) معادل با ۱/۵ مول اکسیژن (O_2) است.

یادآوری ۱- اگر مقدار کلرید آزمونه بیش از ۱۰۰۰ mg/l باشد یک روش اصلاح شده باید استفاده شود.^۱

یادآوری ۲- برای کاهش مزاحمت ها، به خصوص کلرید ها، به بند ۵-۵-۲ مراجعه شود.

۱- روش اصلاح شده برای نمونه های دارای مقدار کلرید بیش از ۱۰۰۰ mg/l توسط ISO/TC147/SC2 در دست بررسی است. هم چنین روشی برای مقادیر COD کمتر از ۳۰ mg/l تحت بررسی است.

۵-۲ مواد و/ یا واکنشگرها

در طول آزمون فقط از مواد شیمیایی با خلوص آزمایشگاهی مشخص و آب "مطابق با آب درجه ۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸:۱۳۸۰" استفاده کنید.

یادآوری - کیفیت آب اهمیت زیادی در دقت نتایج دارد. کیفیت آب را مطابق روش (بند ۵-۵-۳) با انجام آزمونهای موازی، بدون جوشاندن بررسی کنید. حجم محلول آمونیوم آهن (II) سولفات مصرفی در آزمون های موازی را یادداشت کنید. تفاوت بیش از ۰/۵ ml بیانگر کیفیت پایین آب است. برای تعیین مقادیر COD کمتر از ۱۰۰ mg/l، تفاوت نباید از ۰/۲ ml تجاوز کند، معمولاً می توان کیفیت آب را با تقطیر دوباره آن از محلول اسیدی پتاسیم دی کرومات یا پتاسیم پرمنگنات با استفاده از تجهیزات تقطیر تمام شیشه ای افزایش داد.

هشدار ۱- در این روش، جابجایی و جوشاندن محلولهای سولفوریک اسید غلیظ و دی کرومات انجام می شود، بنابراین استفاده از لباسهای محافظ، دستکش و ماسک محافظ صورت ضروری است. در صورت پاشش، شستشوی فوری با مقدار زیادی از آب، ساده ترین و مؤثرترین روش است.

هشدار ۲- افزایش سولفوریک اسید غلیظ به آب همواره باید به آرامی، با احتیاط، همراه با تکان دادن آرام ظرف محتوی آب انجام شود.

هشدار ۳- به دلیل سمی بودن محلولهای محتوی نقره سولفات و جیوه سولفات، به هنگام آماده سازی و جابجایی باید مراقبت لازم انجام شود.

هشدار ۴- شناساگر های استفاده شده شامل نمکهای جیوه، نقره و کروم هستند و دفع آنها باید براساس مقررات ملی یا "استاندارد ISO 5790:1979, Annex B" انجام شود.

۵-۲-۱ سولفوریک اسید: با غلظت (mol/l) = ۰/۰۴ c (H₂SO₄)

۲۲۰ ml سولفوریک اسید غلیظ (با چگالی ۱/۸۴ gr/ml) را با احتیاط و به آرامی به حدود

۵۰۰ ml آب بیافزایید. اجازه دهید تا سرد شود و سپس تا حجم ۱۰۰۰ ml رقیق کنید.

۵-۲-۲ محلول نقره سولفات - سولفوریک اسید

۱۰ gr نقره سولفات (Ag_2SO_4) را به ۳۵ ml آب بیفزایید. ۹۶۵ ml سولفوریک اسید (بند ۵-۲-۱) را به آرامی به آن اضافه کنید و به منظور انحلال بگذارید ۱ یا ۲ روز بماند.

یاد آوری - هم زدن انحلال را تسریع می کند.

۵-۲-۳ محلول پتاسیم دی کرومات

محلول استاندارد مرجع با غلظت 0.04 mol/l ($K_2Cr_2O_7$)، شامل نمک جیوه 80 g جیوه (II) سولفات ($HgSO_4$) را در 800 ml آب حل کنید. با احتیاط و به آرامی 100 ml سولفوریک اسید (با چگالی 1.84 g/ml) را به آن اضافه کنید و اجازه دهید سرد شود، سپس 11.768 g پتاسیم دی کرومات را که به مدت 2 h در دمای $105^\circ C$ خشک شده است به محلول بیافزاید تا حل شود. محلول را به طور کامل به یک بالن حجمی 1000 ml منتقل کرده و آن را به حجم برسانید. این محلول حداقل به مدت ۱ ماه پایدار است.

یاد آوری - اگر محلول دی کرومات، بدون نمک جیوه تهیه شود، 0.4 g جیوه (II) سولفات را قبل از افزایش محلول دی کرومات (بند ۵-۲-۳)، به آزمون (بند ۵-۵-۱) بیافزایید و کاملاً هم بزنید.

۵-۲-۴ محلول آمونیوم آهن (II) سولفات $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$

محلول استاندارد حجمی با غلظت 0.12 mol/l $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$

۱-۴-۲-۵ 0.47 g آمونیوم آهن (II) سولفات شش آبه را در آب حل کنید. 20 ml سولفوریک اسید (با چگالی 1.84 g/ml) به آن بیافزایید. محلول را سرد کرده و با آب تا حجم 1000 ml رقیق کنید. این محلول را باید روزانه به روش (بند ۵-۲-۴) استاندارد کنید.

۲-۴-۲-۵ 10.0 ml محلول پتاسیم دی کرومات (بند ۵-۲-۳) را با حدود 1000 ml سولفوریک

اسید (بند ۵-۲-۱) رقیق کنید این محلول را با آمونیوم آهن (II) سولفات (بند ۵-۲-۴) با استفاده از ۲ یا ۳ قطره شناساگر فروئین (بند ۵-۲-۶) تا استاندارد شدن تیتراژ کنید.

غلظت آمونیوم آهن (II) سولفات بر حسب مول بر لیتر را با استفاده از معادله ۱- محاسبه کنید.

$$\frac{10 \times 0.040 \times 6}{V} = \frac{2.4}{V} \quad \text{معادله ۱:}$$

که در آن

V حجم آمونیم آهن(II) سولفات مصرف شده به میلی لیتر است.

۵-۲-۵ محلول پتاسیم هیدروژن فتالات

محلول استاندارد مرجع با غلظت $c(\text{KC}_8\text{H}_5\text{O}_4) = 2/0.824 \text{ m mol/l}$

۰/۴۲۵۱g پتاسیم هیدروژن فتالات خشک شده در دمای 105°C را در آب حل کنید و در بالن

حجمی ۱۰۰۰ ml آن را به حجم برسانید.

مقدار COD تئوری این محلول ۵۰۰mg/l است. این محلول اگر در دمای 4°C نگهداری شود،

حداقل به مدت ۱ هفته پایدار است.

۶-۲-۵ شناساگر فروئین

۰/۷g آهن (II) سولفات ۷ آبه ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) یا ۱g آمونیم آهن (II) سولفات ۶آبه

$\text{H}_2\text{O} \cdot \text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ را در آب حل کنید. g ۱/۵ از ۱ و ۱۰ فنانترولین یک

آبه $[\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{H}_2\text{O}]$ را به آن افزوده و تا حل شدن، تکان دهید. تا حجم ۱۰۰ ml رقیق کنید.

این محلول اگر در تاریکی نگهداری شود، حداقل به مدت چند ماه پایدار است.

یادآوری - این شناساگر به صورت تجاری نیز موجود است.

۳-۵ وسایل

وسایل معمول آزمایشگاهی و

۱-۳-۵ دستگاه رفلاکس:

این دستگاه شامل یک بالن رفلاکس ۲۵۰ ml متصل به یک مبرد است که این مبرد ممکن است با

آب سرد یا جریان هوای سرد، خنک شود. دستگاه را برای اولین بار مطابق آزمون شاهد (بند ۵-

۲-۵) راه اندازی کنید. دستگاه را بعد از هر تیتراسیون با آب تمیز بشویید.

یادآوری - از مواد پاک کننده استفاده نکنید.

۲-۳-۵ گرم کن سبیدی^۱، گرم کن الکتریکی یا سایر وسایل حرارتی

این وسیله باید دارای توانایی جوش آوردن نمونه در ۱۰ دقیقه و عدم ایجاد گرمایش نقطه ای بیش از حد محلول باشد.

۳-۳-۵ بورت

با حجم ۱۰ ml با تقسیمات ۲/۰۲ ml و " مطابق استاندارد ISO 385 : 2005 "

۴-۳-۵ سنگ جوش

دانه های شیشه ای ناصاف به قطر ۲ mm تا ۳mm یا سایر سنگ جوش ها (سرامیکی)، که مطابق بند(۱-۳-۵) شسته شده اند.

یادآوری- شیشه های مورد استفاده باید به دقت تمیز و از غبار محافظت شوند و فقط برای آزمون های اکسیژن مورد نیاز شیمیایی استفاده شوند.

۴-۵ تهیه و آماده سازی و نگهداری نمونه ها

بهتر است نمونه های آزمایشگاهی در بطری های شیشه ای جمع آوری شوند. هر چند بطری های پلی اتیلنی نیز مناسب هستند. نمونه ها را هر چه سریع تر و حداکثر تا ۵ روز بعد از نمونه برداری ، آزمون کنید. اگر مجبور به نگهداری نمونه ها ، قبل از آزمون هستید ، به هر لیتر از نمونه، ۱۰ ml سولفوریک اسید بند(۱-۲-۵) بیافزایید و آن ها را در دمای ۰°C تا ۵°C نگهداری کنید. به هنگام برداشتن آزمون برای آزمون ، بطری های ذخیره را تکان داده و از همگن بودن محتویات آن ها اطمینان حاصل کنید.

۵-۵ روش انجام آزمون

۱-۵-۵ اندازه گیری

۱۰ ml از نمونه و چنانچه نیاز به رقیق شدن باشد ۱۰ ml از نمونه رقیق شده را به بالن رفلاکس (بند ۱-۳-۵) منتقل کرده و ۰/۰۱ ml \pm ۵/۰۰ ml محلول پتاسیم دی کرومات (بند ۳-۲-۵) را به

آن بیافزایید. چند عدد سنگ جوش (بند۵-۳-۴) به آزمون افزوده و به خوبی مخلوط کنید. به آرامی ۱۵ ml محلول نقره سولفات سولفوریک اسید (بند۵-۲-۲) افزوده و فوراً بالن را به مبرد وصل کنید. مخلوط واکنش را در مدت ۱۰ min به نقطه جوش رسانده و جوش را ۱۱۰ min ادامه دهید. دمای مخلوط واکنش باید $3^{\circ}\text{C} + 148^{\circ}\text{C}$ باشد. فوراً بالن را در آب سرد تا دمای حدود 60°C خنک کرده و مبرد را با مقدار کمی آب، آبکشی کنید. مبرد را جدا کرده مخلوط واکنش را تا حدود ۷۵ ml رقیق کرده و تا رسیدن به دمای اتاق سرد کنید. دی کرومات اضافی را با محلول آمونیوم آهن (II) سولفات (بند۵-۲-۴) با استفاده از ۱ یا ۲ قطره شناساگر فروئین (بند۵-۲-۶) تیتر کنید.

یادآوری ۱- مخلوط واکنش باید به آرامی و بدون ضربه بجوشد. ضربه بیانگر گرمایش نقطه ای محلول است که ممکن است منجر به نتایج اشتباه شود. ضربه ممکن است به علت گرمای بالا یا ناکارآمدی سنگ جوش باشد.

یادآوری ۲- اگر چه مقدار فروئین اضافه شده مهم نیست ولی باید تا حد امکان ثابت نگه داشته شود. نقطه انتهایی را اولین تغییر رنگ مشخص از رنگ سبز-آبی به قهوه ای مایل به قرمز در نظر بگیرید. به علت این که رنگ سبز-آبی ممکن است بعد از چند دقیقه مجدداً ظاهر شود.

۵-۲ مزاحمت ها

آزمون، به برخی مزاحمت ها، به طور عمده، شامل کلریدها، عوامل احیا کننده غیر آلی مانند نیتريت ها، سولفیدها و آهن (II) حساس بوده و این ترکیبات نتایج را افزایش می دهند و بخشی از COD، مربوط به اکسیژن مورد نیاز این ترکیبات است. مزاحمت کلریدها را می توان با افزایش محلول جیوه (II) سولفات کاهش داد ولی نمی توان آن را به طور کامل حذف کرد. جیوه (II) سولفات، یون کلرید را به کمپلکس جیوه (II) کلرید محلول تبدیل می کند. اگر میزان کلرید بیش از 1000 mg/l باشد، یک روش اصلاح شده باید استفاده شود. (به یادآوری بند۵-۱ مراجعه شود).

هیدروکربن های آروماتیک و پیریدین به مقدار قابل توجهی اکسید نمی شوند. تعدادی از مواد آلی خیلی فرار ممکن است به علت بخار شدن، اکسید نشوند. ترکیبات آلیفاتیک با زنجیر مستقیم، توسط محلول نقره سولفات - سولفوریک اسید (بند ۵-۲-۲) به طور مؤثری اکسید می شوند.

۳-۵-۵ آزمون شاهد

دو آزمون شاهد را به طور موازی با هر سری از اندازه گیری های (بند ۵-۵-۱) با جایگزین نمودن آزمون به توسط ۱۰ ml آب انجام دهید.

۴-۵-۵ آزمون کنترلی

در هر سری از اندازه گیری ها، روش انجام آزمون و خلوص شناساگرها را با آزمون ۱۰/۰ ml محلول استاندارد (بند ۵-۲-۵) به همان روش آزمون آزمون، کنترل کنید. اکسیژن مورد نیاز تئوری این محلول ۵۰۰ mg/l است. اگر نتیجه آزمون کنترلی حداقل ۹۶٪ این مقدار باشد، روش تجربی قابل قبول است. یک آزمون شاهد باید مطابق (بند ۵-۵-۳) انجام شود.

۶-۵ بیان نتایج

COD بر حسب میلی گرم اکسیژن بر لیتر را با استفاده از معادله ۲ محاسبه کنید.

$$\text{COD} = \frac{8000 \text{ c } (V_1 - V_2)}{V_0} \quad \text{معادله ۲} :$$

که در آن

c غلظت مولی محلول آمونیوم آهن (II) سولفات محاسبه شده در بند (۵-۲-۴-۲)، به مول بر لیتر؛

V_0 حجم آزمون قبل از رقیق شدن، به میلی لیتر؛

V_1 حجم محلول آمونیوم آهن (II) سولفات استفاده شده در تیتراسیون شاهد، به میلی لیتر؛

V_2 حجم محلول آمونیوم آهن (II) سولفات استفاده شده در تیتراسیون آزمون، به میلی لیتر

۸۰۰۰ جرم مولی O_2 ، به میلی گرم بر لیتر؛

یاد آوری ۱- در صورت رقیق سازی فاکتور رقت باید در معادله منظور شود.

یاد آوری ۲- نتایج را با تقریب میلی گرم بر لیتر بیان کنید. مقادیر کمتر از ۳۰ mg/l باید به شکل " < ۳۰ mg/l " گزارش کنید.

۵-۷ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد.

الف - ارجاع به شماره این استاندارد ملی

ب- شناسایی دقیق نمونه شامل نوع نمونه، محل نمونه برداری، تاریخ نمونه برداری، روش

نمونه برداری، تاریخ دریافت نمونه، تاریخ انجام آزمون، شماره نمونه

پ- نتایج بر حسب میلی گرم بر لیتر اکسیژن

ت- هر گونه انحراف از روش مشخص شده یا هر گونه عملیاتی که ممکن است روی نتایج تأثیر

داشته باشد.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

تجدید پذیری

داده های به دست آمده از یک روش بسیار مشابه انجام شده در آزمایشگاه های متفاوت برای یک فاضلاب مشابه، بیانگر این است که انحراف معیار نتایج، کمتر از 10 mg/l است.

تعدادی نمونه با COD برابر با 500 mg/l در حدود 40 آزمایشگاه متفاوت، آزمون شد. انحراف معیار برای یک محلول پتاسیم هیدروژن فتالات، 20 mg/l و برای یک فاضلاب صنعتی یک کارخانه خمیر و کاغذ، 25 mg/l بود. برای فاضلابی مشابه با COD برابر با 50 mg/l ، انحراف معیار در حدود 10 mg/l بود.

هم چنین آزمون انجام شده توسط 32 آزمایشگاه بر روی دو نمونه فاضلاب صنعتی با COD به ترتیب برابر با 140 mg/l و 160 mg/l ، نشان دهنده انحراف معیار بین آزمایشگاه ها برای هر دو نمونه، حدود 14 mg/l بود.

ICS: 13.060

صفحة : ١٠
