

ICS 13.060.30
Z 23
备案号:22159—2007

MT

中华人民共和国煤炭行业标准

MT/T 1046—2007

煤矿水化学耗氧量的测定 重铬酸钾法

Determination of chemical oxygen demand of coal mine water
(method of potassium dichromate)

2007-10-22 发布

2008-01-01 实施

国家安全生产监督管理总局 发布

前 言

本标准参照 ISO 06060(UDC 543.3:546.21)部分条目并结合我国煤矿水实际情况进行制定。

本标准由中国煤炭工业协会科技发展部提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:重庆煤田地质研究所。

本标准主要起草人:许玲、朱振忠、李大华。

本标准为首次发布。

煤矿水化学耗氧量的测定

重铬酸钾法

1 范围

本标准规定了重铬酸钾法测定煤矿水化学耗氧量。

本标准适用于煤矿水化学耗氧量的测定,本标准测定化学耗氧量的浓度范围为 30 mg/L~500 mg/L。稀释水样可扩大测定范围。

2 原理

在强酸溶液中,重铬酸钾将水中还原性物质氧化,过量的重铬酸钾用硫酸铁(Ⅱ)铵滴定,根据被还原的重铬酸钾的量计算化学耗氧量的值。

3 试剂

3.1 除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.2 硫酸汞(沪 Q-HJ12-147-62)。

3.3 硫酸溶液: $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=4 \text{ mol/L}$ 。将 220 mL 硫酸($\rho=1.84$)(GB 625)加至约 500 mL 水中,冷却并稀释至 1 L。

3.4 硫酸银—硫酸溶液:将 25 g 硫酸银(HG/T 3-945)加入到 2 L 硫酸($\rho=1.84$)中,放置 1 d~2 d(其间搅拌使其溶解)。

3.5 重铬酸钾标准溶液: $c\left(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right)=0.2500 \text{ mol/L}$ 。称取已在 105℃干燥 2 h 的优级纯重铬酸钾(GB/T 642)(12.258 0±0.000 2)g,用少量水溶解后移入 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

3.6 硫酸铁(Ⅱ)铵标准溶液: $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]\approx 0.12 \text{ mol/L}$ 。称取 47.0 g 硫酸铁(Ⅱ)铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ (GB 661)溶于水中,加 20 mL 硫酸($\rho=1.84$)冷却后稀释至 1 L。该溶液每次使用前应标定。

标定方法:取(10±0.05)mL 重铬酸钾标准溶液(3.5)于 250 mL 锥形瓶中,用硫酸(3.3)稀释至约 100 mL,加 2~3 滴试亚铁灵指示剂(3.7),用硫酸铁(Ⅱ)铵滴定溶液由黄色经蓝绿至刚变为红褐色为终点。硫酸铁(Ⅱ)铵的浓度按下列公式计算:

$$c = \frac{c_1 \cdot v_1}{v}$$

式中:

c ——硫酸铁(Ⅱ)铵标准溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

c_1 ——重铬酸钾标准溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

v_1 ——取用重铬酸钾标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

v ——硫酸铁(Ⅱ)铵标准溶液消耗体积的数值,单位为毫升(mL)。

3.7 试亚铁灵指示剂:称取 0.7 g 硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)溶于少量水中,加 1.5 g 邻菲罗啉($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)(GB 1293),溶解后用水稀释至 100 mL。

4 仪器

4.1 分析天平:感量 0.1 mg。