

ICS 71.100.99  
G 74



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 31195—2014

GB/T 31195—2014

## 高氯高氨废水 化学需氧量的测定 氯离子校正法

High chloride high ammonia wastewater—  
Determination of chemical oxygen demand—Chloride ion calibration method

中华人民共和国  
国家标准  
高氯高氨废水 化学需氧量的测定  
氯离子校正法  
GB/T 31195—2014

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)  
网址 www.spc.net.cn  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字  
2014年9月第一版 2014年9月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-49898 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



GB/T 31195—2014

2014-09-03 发布

2015-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化工催化剂分技术委员会(SAC/TC 63/SC 10)归口。

本标准起草单位：中国石化催化剂有限公司、湖南省洞庭湖生态环境监测中心、江苏省质量协会、南化集团研究院。

本标准主要起草人：刘志坚、殷喜平、李利强、黄卫、李叶、欧伏平、连花、符哲、曾德金、贺勇、狄伟、邱爱玲。

## 9 样品采集

用玻璃瓶采集水样,采集的水样体积不少于 100 mL,加入硫酸使水样 pH≤2,置于 2℃~5℃ 下保存。采样后应尽快分析。取样时应充分摇匀水样。

## 10 分析步骤

### 10.1 铵离子的去除

当水样中氯离子浓度超过 2 000 mg/L,铵离子浓度超过 1 000 mg/L 时,可稀释后测定。

量取 50.0 mL 水样于 500 mL 插管三角烧瓶内,根据水样中铵离子的浓度,加入过量的 NaOH 溶液(见 7.9),调节 pH=13~14,将插管三角烧瓶接到冷凝管下端。

向吸收瓶内加入 50 mL 硼酸溶液(见 7.3),按图 1 连接好装置,并将导管插入吸收瓶液面以下。

以约 600 mL/min 的流速通入氮气,通气时间为 3 h。去除铵离子后得到的水样为 A。

### 10.2 表观 COD 的测定

10.2.1 将 A 水样(见 10.1)转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此水样为 B。

10.2.2 量取 20.00 mL B 水样于 250 mL 磨口的回流锥形瓶中,准确加入 10.00 mL 重铬酸钾标准滴定溶液(见 7.4)及几颗洗净防爆玻璃珠,摇匀。将锥形瓶连接到回流装置中的下端,接通冷凝水,从冷凝管上口缓慢加入 30 mL 浓硫酸(见 7.2),轻轻摇动锥形瓶使溶液混匀。加热回流 30 min 后,冷却至室温,向锥形瓶中加入 0.3 g 硫酸银(见 7.1),再将锥形瓶连接到冷凝管下端继续加热回流 1.5 h。

10.2.3 待锥形瓶冷却后,用 90 mL 蒸馏水从冷凝管上端分多次慢慢冲洗冷凝管壁。取下锥形瓶,溶液再度冷却后,加入 3 滴试亚铁灵指示液(见 7.10),用已标定好的硫酸亚铁铵标准滴定溶液(见 7.5)滴定至溶液由黄色经蓝绿色至红褐色即为终点。

10.2.4 测定水样的同时,以 20.00 mL 二次蒸馏水,按同样步骤作空白试验。记录滴定空白时硫酸亚铁铵标准滴定溶液消耗的体积数。

10.2.5 表观 COD 的数值以毫克每升(mg/L)计,按式(2)计算:

$$\text{COD}_{\text{表观}}(\text{O}_2) = \frac{V_{\text{B}}}{V_{\text{A}}} \times \frac{c(V_1 - V_2) \times M \times 1\,000}{V_0} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$V_{\text{A}}$ ——A 溶液(见 10.1)的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_{\text{B}}$ ——B 溶液(见 10.2.1)的定容体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——空白试验消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液(见 7.5)的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——滴定水样时消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液(见 7.5)的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$ ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液(见 7.5)的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$M$ ——氧的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[ $M(\frac{1}{4}\text{O}_2)=8.00$ ];

$V_0$ ——分取水样的体积的数值,单位为毫升(mL)。

测定结果保留三位有效数字报出。

### 10.3 氯离子校正

#### 10.3.1 工作曲线的绘制

分别量取 5.0 mL、10.0 mL、15.0 mL、20.0 mL、25.0 mL、50.0 mL 氯化钠标准液(见 7.8)于 100 mL

## 高氯高氨废水 化学需氧量的测定 氯离子校正法

警告:本标准的使用可能涉及某些有危险的材料、操作和设备,但并未对与此有关的所有安全问题都提出建议。使用者在使用本标准之前有责任制定相应的安全和保护措施,并明确其受限制的适用范围。

### 1 范围

本标准规定了高氯高氨废水中化学需氧量(COD)的测定方法。

本标准适用于炼油催化剂及相应催化材料生产过程中产生的高氯高氨废水中化学需氧量的测定。其中氯离子浓度不超过 2 000 mg/L,铵离子浓度不超过 1 000 mg/L,COD<sub>Cr</sub>大于 50 mg/L。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 11896 水质 氯化物的测定 硝酸银滴定法

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

**高氯高氨废水 high chloride high ammonia wastewater**

炼油催化剂及相应催化材料生产过程中产生的同时含有氯离子和铵离子的废水。

#### 3.2

**表观 COD apparent COD**

在一定条件下,去除水样中铵离子后,由水样所消耗的重铬酸钾的量换算成相对应的氧的质量浓度。

#### 3.3

**氯离子校正值 chloride ion correction value**

根据氯离子浓度,从 COD-Cl<sup>-</sup>校正曲线上查出氯离子所对应的 COD 值。

### 4 一般规定

本标准中所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。