

工业废气 耗氧值和氧化氮的测定  
重铬酸钾氧化、萘乙二胺比色法

UDC 628.54.628  
.31:543.432

GB 4921-85

Waste gas from manufacturing process—Determination  
of chemical oxygendemand and nitrogen oxide—  
Potassium dichromate oxidation and naphthylethylene  
diamine colorimetric method

本标准适用于经过处理或初步处理后的雷汞废气中的耗氧值和氧化氮的测定。适用范围耗氧值 2~200 mg/L, 氧化氮 1~100 mg/m<sup>3</sup>。

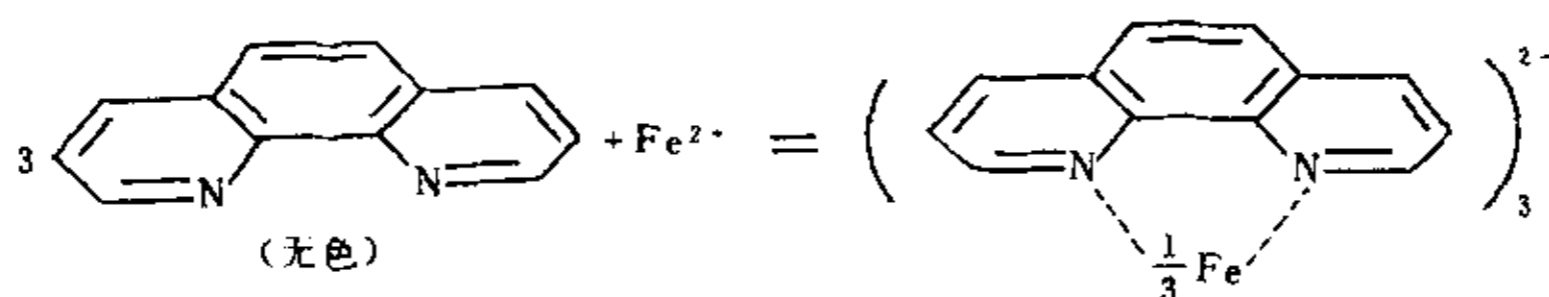
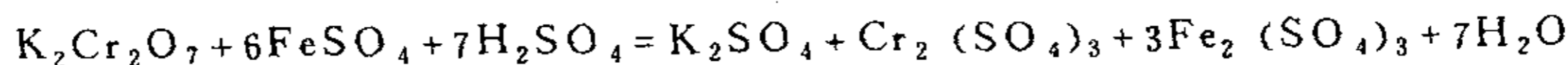
本标准中耗氧值系指在特定条件下, 废气中能使重铬酸钾还原的某些有机气体和还原性气体的含量, 以氧的消耗值计。

本标准中氧化氮系指一氧化氮、二氧化氮等氮氧化物的总和, 以二氧化氮计。

1 原理

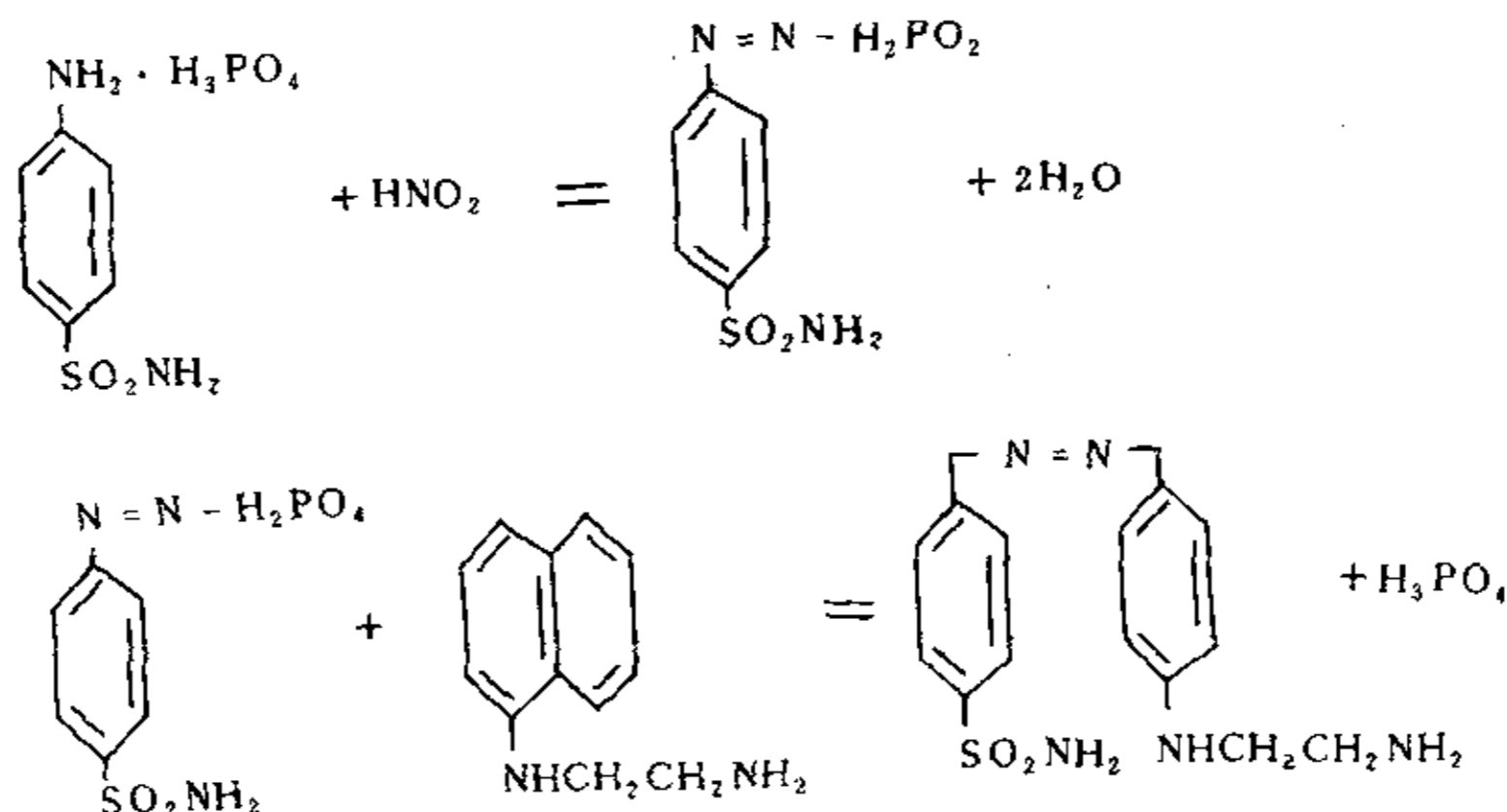
1.1 雷汞废气中含有醇、酯、醛等多种有机物质和一氧化氮等还原性物质。为评价废气治理效果, 将废气通入重铬酸钾-硫酸溶液, 并加热回流, 由消耗的重铬酸钾来衡量这些物质的治理效果。

1.2 重铬酸钾用硫酸亚铁铵进行滴定, 以邻菲罗啉为指示剂。



1.3 废气中的一氧化氮经过重铬酸钾氧化, 成为二氧化氮, 可被含有少量亚磷酸钠的氢氧化钠吸收, 然后和氨基苯磺酰胺及萘乙二胺显色, 进行比色分析。

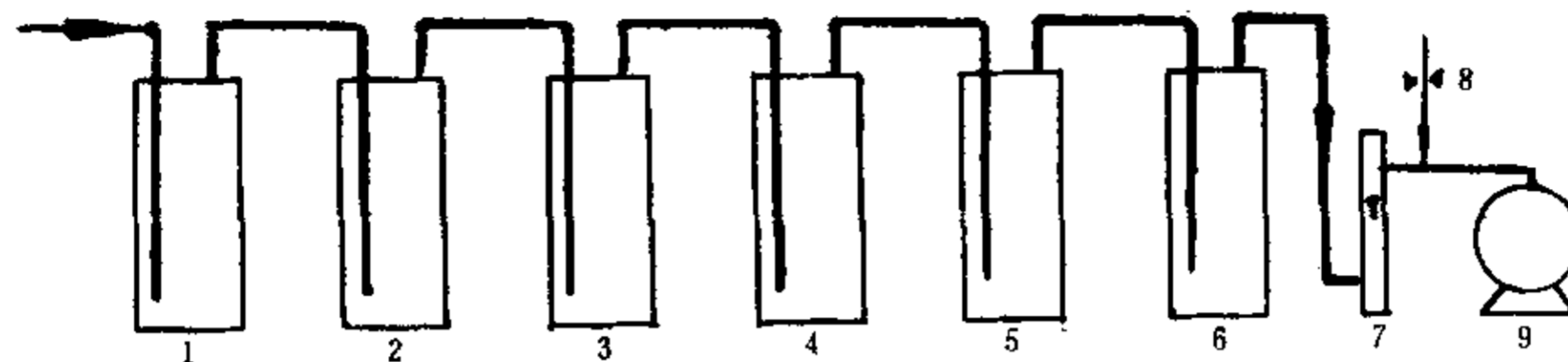
亚硝酸使对氨基苯磺酰胺重氮化, 然后和萘乙二胺连接成红色偶氮染料。



## 2 仪器

除一般通用化学分析仪器外, 应具备:

2.1 具有五个吸收管的采样装置: 见下图。



耗氧值氧化氮采样装置示意图

1, 2, 3—大型吸收管, 盛氧化液用; 4, 5—大型吸收管, 盛吸收液用;

6—缓冲瓶; 7—流量计; 8—调节气流的弹簧夹; 9—真空泵

2.2 具有回流冷凝管的锥形瓶 (500ml)。

2.3 分光光度计。

## 3 试剂

本标准所使用的试剂, 除指明外, 均为分析纯; 所有百分比浓度除指明外, 均为重量体积百分比 (W/V)。

3.1 氧化液: 称49g重铬酸钾, 加水600ml溶解, 边搅拌边加硫酸300ml, 冷却后用水稀释至1000ml。

3.2 吸收液: 称4g氢氧化钠和1g亚砷酸钠溶于水, 稀释至1000ml。

3.3 重铬酸钾标准溶液 (0.25N): 精确称取重铬酸钾 (基准试剂, 在105℃烘干2h) 12.2579g 溶于水中。在20℃下, 在容量瓶中稀释至1000ml。

3.4 硫酸亚铁铵标准溶液 (0.25N): 称取硫酸亚铁铵98.0g, 加入1:1硫酸40ml, 加水溶解, 冷却后用水稀释至1000ml, 如有混浊可澄清过滤。同时用0.25N重铬酸钾标准溶液标定 (标定结果当天有效)。

3.5 试亚铁灵指示剂: 称取邻菲罗啉 ( $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ ) 1.485g 与硫酸亚铁0.695g 溶于水中, 稀释至100ml, 贮于棕色瓶中。

3.6 硫酸银。

3.7 浓硫酸: 1:1。

3.8 对氨基苯磺酰胺溶液 (2%): 称2g对氨基苯磺酰胺 (又名磺胺,  $H_2NC_6H_4SO_2NH_2$ ) 溶于95ml水中, 加85%磷酸5ml, 混匀, 贮于棕色瓶中, 在冰箱内保存。

3.9 亚硝酸钠标准贮备液 ( $NO_2^-$  0.1mg/ml): 准确称取预先在105℃烘干2h的亚硝酸钠0.1500g, 溶于水中, 以容量瓶稀释至1000ml。贮存于棕色瓶中, 此溶液每毫升含亚硝酸根离子0.1mg。

3.10 亚硝酸钠标准溶液 (亚硝酸根含量  $1 \mu g/ml$ ): 使用时以吸收液将上述 (3.9) 亚硝酸钠标准贮备液稀释100倍, 使每毫升含亚硝酸根离子  $1 \mu g$ 。

## 4 操作步骤

### 4.1 标准工作曲线的绘制

测定氧化氮需事先绘制标准工作曲线, 方法如下。

4.1.1 于六只具塞的25ml比色管中, 分别准确加入亚硝酸钠标准溶液0、2、4、6、8、10ml, 再各加10、8、6、4、2、0ml吸收液混合, 加2%对氨基苯磺酰胺10ml、0.1%萘乙二胺溶液1.4ml, 混匀, 加塞, 在暗处放置15min。