

Nhu cầu oxy hóa học, COD

Phương pháp 8000

Reactor Digestion Method¹
(3-150 mg/L COD)
(20-1500 mg/L COD)
(200-15000 mg/L COD)

Phạm vi ứng dụng: nước, nước thải và nước biển; yêu cầu phá mẫu; 3-150 mg/L và 20-1500mg/L COD được USEPA chấp nhận trong phân tích nước thải²

¹ Jirka, A.M.; Carter, M.J., *Analytical Chemistry*, 1975, 47(8), 1397
² *Federal Register*, April 21, 1980, 45(78), 26811-26812

Chuẩn bị thí nghiệm

Trước khi thí nghiệm

Gắn tấm che ánh sáng vào buồng đo #2 trước khi đo.

Đọc hướng dẫn an toàn và ngày hết hạn (Safety Advice and Expiration Date) trên gói hàng

Một số hóa chất và dụng cụ sử dụng trong quá trình phân tích có thể độc hại đến sức khỏe và sự an toàn của người sử dụng nếu không được sử dụng đúng cách. Yêu cầu đọc tất cả cảnh báo và tờ an toàn hóa chất đi kèm (MSDS).

Để chạy bổ sung mẫu trắng cho một loạt mẫu, xem phần Xác định mẫu trắng (Blanks for Colorimetric Determination) ở trang 3.

Thuốc thử bị đổ tràn sẽ ảnh hưởng đến kết quả và độc hại da và khác vật liệu khác.

Luôn chuẩn bị để rửa sạch nếu bị đổ tràn.

Đeo dụng cụ bảo hộ để bảo vệ mắt và quần áo. Nếu có tiếp xúc xảy ra, rửa ngay vùng tiếp xúc bằng nước. Xem lại và làm theo hướng dẫn cẩn thận

Chuẩn bị các vật dụng sau:

Số lượng

Beaker, 250-mL	1
Blender	1
COD Digestion Reagent vials	varies
DRB200 Reactor	1
Light Shield	1
Magnetic stirrer and stir bar	1
Opaque shipping container for storage of unused, light-sensitive reagent vials	varies
Pipet, TenSette®, 0.1 to 1.0 mL, with tips (for 200–15,000 mg/L range)	1
Pipet, volumetric, 2.00 mL	2
Pipet Filler, safety bulb	1
Test Tube Rack	2

Chú ý: Xem thông tin đặt hàng trên trang 7 trong Danh mục thay thế và tiêu thụ.

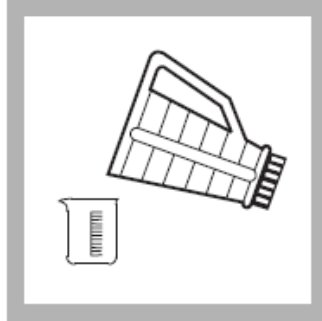
Chú ý: Cho độ chính xác cao hơn, phân tích tối thiểu lặp lại 3 lần lấy giá trị trung bình cho một mẫu.

COD (3–150, 20–1500 và 200-15000 mg/L COD)

Tiến trình phá mẫu



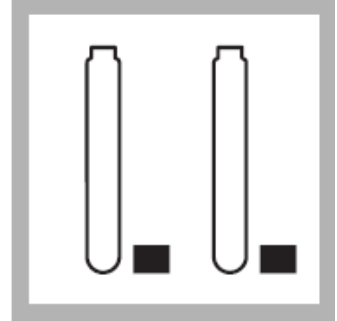
1. Đồng nhất 100mL mẫu trong 30 phút trong máy xay. Đối với mẫu chứa nhiều chất rắn, tăng thêm thời gian đồng nhất. Nếu mẫu không chứa chất rắn lơ lửng thì bỏ qua bước 1 và 2.



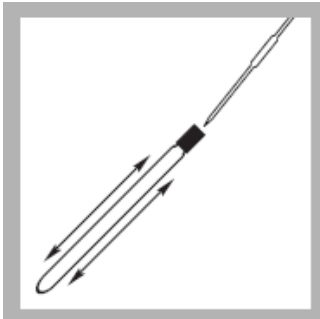
2. Cho thang đo 200-15000 mg/L hoặc để tăng cường độ chính xác và độ lặp lại trong thang đo khác, đổ mẫu đồng nhất vào cốc 250mL và khuấy nhẹ trên bếp khuấy từ.



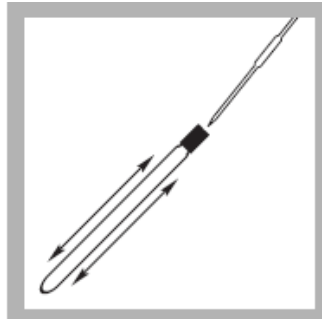
3. Bật DRB 200 lên. Gia nhiệt trước đến 150°C. Xem hướng dẫn sử dụng để chọn chương trình nung thích hợp



4. Lấy nắp đậy ra từ hai ống COD (chọn ống đúng với thang đo)



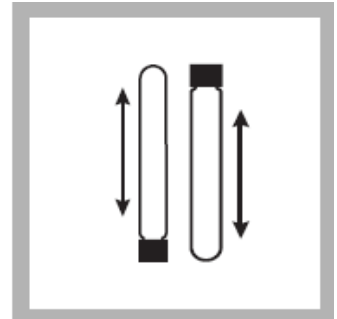
5. Chuẩn bị mẫu: Giữ 1 ống nghiêng 45 độ. Dùng pipet định mức cho vào 2mL mẫu. Sử dụng TenSette® pipet để cho 0.2 mL đối với thang đo 200-15000 mg/L.



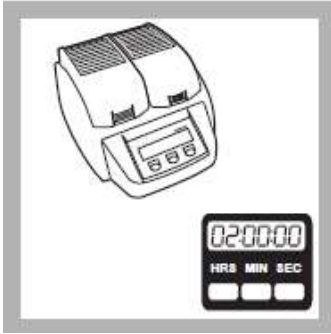
6. Chuẩn bị mẫu trắng: giữ ống thứ hai nghiêng góc 45 độ. Dùng pipet định mức cho vào 2mL nước khử ion. Sử dụng TenSette® pipet để cho 0.2 mL đối với thang đo 200-15000 mg/L.



7. Vặn nắp chặt lại. Rửa nước qua và lau khô bằng giấy sạch.



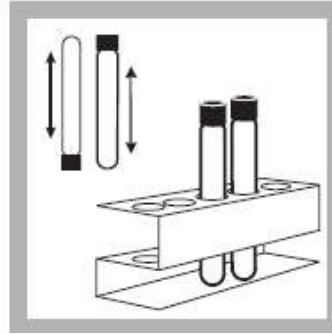
8. Giữ ống phía trên nắp và lắc ống ngược lên xuống nhiều lần để xáo trộn. Đặt ống vào DRB200 đã nóng. Đậy nắp bảo vệ lại. Mẫu bên trong sẽ rất nóng trong khi lắc.



9. Nung ống trong 2 giờ.

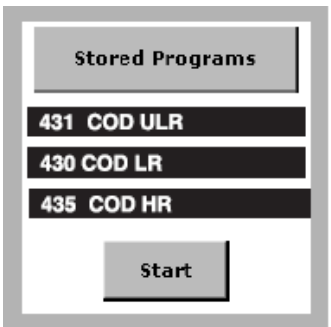


10. Tắt máy. Chờ 20 phút để nguội bớt xuống 120°C hoặc thấp hơn



11. Lắc ngược ống vài lần trong khi chờ nguội. Cho ống vào giá để làm mát đến nhiệt độ phòng. Tiếp tục với bước tiến hành đo với máy.

Tiến hành so màu



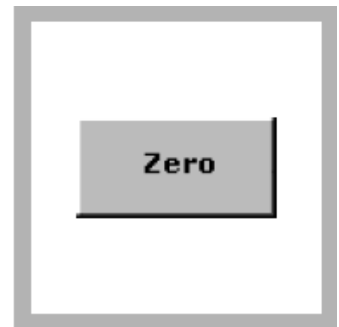
1. Chọn thang đo ULR, LR hay HR. Đặt nắp che sáng vào buồng đo #2



2. Lau sạch hoàn toàn bên ngoài ống bằng giấy mềm.



3. Cho mẫu trắng vào giá đỡ 16-mm



4. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị 0.0 mg/L COD.



5. Đặt ống chứa mẫu vào giá đỡ 16-mm.



6. Nhấn **READ**.
Kết quả hiển thị mg/L COD.



7. Nếu sử dụng HRplus COD Digestion Reagent Vials, nhân thêm hệ số 10.
Kết quả chính xác với mẫu gần 1500 hay 15000mg/L COD, lặp lại phân tích với mẫu được pha loãng.

Xác định mẫu trắng theo phương pháp so màu

Mẫu trắng thuốc thử được đo và trừ vào kết quả của mẫu mỗi khi sử dụng loạt thuốc thử mới. Mẫu trắng có thể được sử dụng lặp lại đối với các ống đo có cùng lô hàng. Bảo quản trong bóng tối và theo dõi phân phân hủy bằng cách đo kiểm tra độ hấp thụ tại các bước sóng tương ứng (356, 420 hay 620nm).

Zero máy ở chế độ đo hấp thụ sáng, dùng ống chứa 5mL nước khử ion và đo độ hấp thụ của mẫu trắng. Ghi lại giá trị. Chuẩn bị mẫu trắng mới khi độ hấp thụ thay đổi 0.01 đơn vị.

Các chất cản trở

Chloride là chất cản trở đầu tiên khi xác định nồng độ COD. Mỗi ống COD chứa mercuric sulfate để loại bỏ cản trở do chloride theo mức độ trong bảng 1 bên dưới. Mẫu có chloride cao phải được pha loãng để giảm nồng độ chloride theo như cột 3 trong bảng.

Nếu pha loãng mẫu làm nồng độ COD thấp quá, khó đo chính xác thì cho 0.5g mercuric sulfate (HgSO₄) (Cat. No. 1915-20) vào mỗi ống COD trước khi cho mẫu vào. Phần bổ sung này sẽ làm tăng nồng độ chloride tối đa cho phép được nêu trong cột 4.

Bảng Chất cản trở và mức độ

Ống nghiệm sử dụng	Nồng độ Cl ⁻ tối đa trong mẫu	Nồng độ Cl ⁻ đề nghị pha loãng	Nồng độ Cl ⁻ tối đa trong mẫu khi cho thêm 0.50 HgSO ₄
	(mg/L)	samples (mg/L)	added
Ultra Low Range (0.7–40.0 mg/L)	2000	1000	N/A
Low Range (3–150 mg/L)	2000	1000	8000
High Range (20–1500 mg/L)	2000	1000	4000
High Range Plus (200–15,000 mg/L)	20,000	10,000	40,000

Lấy mẫu, bảo quản và lưu trữ

Thu mẫu bằng chai thủy tinh. Chỉ dùng chai nhựa khi biết chúng hoàn toàn không có chất ô nhiễm hữu cơ. Thực hiện thí nghiệm sinh học càng sớm càng tốt. Đồng nhất mẫu có chứa chất rắn để đảm bảo lấy được mẫu đại diện. mẫu được xử lý với axit sulfuric để pH thấp hơn 2 (tỉ lệ 2mL cho 1 lít) và có thể để trong tủ đông ở 4°C trong vòng 28 ngày. Điều chỉnh kết quả với lượng thể tích thêm vào.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp sử dụng dung dịch chuẩn

- Kiểm tra sự chính xác trong dãy đo 0.7 đến 40.0 mg/L với dung dịch chuẩn 300 mg/L. Dùng dụng cụ loại A, chuẩn bị bằng cách cho 850 mg (120 °C, để khô qua đêm) potassium acid phthalate (KHP) vào 1 lít nước khử ion không có chất hữu cơ để tạo 1000mg/ L dung dịch COD chuẩn. Lấy 3.00mL lấy từ 1000-mg/L COD dung dịch chuẩn vào bình định mức 100.0 mL để có dung dịch chuẩn 30-mg/L. Pha loãng bằng nước khử ion, đậy nút và đảo bình 10 lần. Dùng 2mL như thể tích mẫu. Kết quả đo được phải là 30g/L COD.
 - Để điều chỉnh đường cong hiệu chuẩn lấy giá trị đọc của 30 mg/L COD chuẩn, nhấn **OPTIONS>MORE** trên menu chương trình. Nhấn **STANDARD ADJUST**.
 - Nhấn **ON**. Nhấn **ADJUST** để chấp nhận giá trị hiện ra. Nếu dùng nồng độ khác thay thế, nhấn con số trong hộp để nhập vào giá trị chính xác sau đó nhấn **OK**. Nhấn **ADJUST**.
- Kiểm tra sự chính xác trong dãy đo 3 đến 150mg/L với dung dịch chuẩn 100 mg/L COD... Chuẩn bị 100 mg/L dung dịch chuẩn bằng cách pha 85 mg (120 °C, để khô qua đêm) potassium acid phthalate (KHP) vào 1 lít nước khử ion. Dùng 2mL dung dịch chuẩn trên như thể tích mẫu. Kết quả đo được phải là 100g/L COD. Hay pha loãng 10mL từ 1000 mg/L COD chuẩn để có 100mg/L COD chuẩn.
 - Để điều chỉnh đường cong hiệu chuẩn lấy giá trị đọc của 30 mg/L COD chuẩn, nhấn **OPTIONS>MORE** trên menu chương trình. Nhấn **STANDARD ADJUST**.
 - Nhấn **ON**. Nhấn **ADJUST** để chấp nhận giá trị hiện ra. Nếu dùng nồng độ khác thay thế, nhấn con số trong hộp để nhập vào giá trị chính xác sau đó nhấn **OK**. Nhấn **ADJUST**.

3. Kiểm tra sự chính xác trong dãy đo 20 đến 1500mg/L với dung dịch chuẩn 300 hay 1000 mg/L COD. Dùng 2mL của 1 trong 2 dung dịch chuẩn trên như thể tích mẫu. Kết quả đo được phải là 300 hay 1000mg/L COD, tương ứng. Hoặc chuẩn bị 500 mg/L dung dịch chuẩn bằng cách pha 425 mg (120 °C, để khô qua đêm) potassium acid phthalate (KHP) vào 1 lít nước khử ion.
 - Để điều chỉnh đường cong hiệu chuẩn lấy giá trị đọc của 30 mg/L COD chuẩn, nhấn **OPTIONS>MORE** trên menu chương trình. Nhấn **STANDARD ADJUST**.
 - Nhấn **ON**. Nhấn **ADJUST** để chấp nhận giá trị hiện ra. Nếu dùng nồng độ khác thay thế, nhấn con số trong hộp để nhập vào giá trị chính xác sau đó nhấn **OK**. Nhấn **ADJUST**.
4. Kiểm tra sự chính xác trong dãy đo 200 đến 15000mg/L với dung dịch chuẩn 10000 mg/L COD. Chuẩn bị 10000 mg/L dung dịch chuẩn bằng cách pha 8500 mg (120 °C, để khô qua đêm) potassium acid phthalate (KHP) vào 1 lít nước khử ion. Dùng 2mL dung dịch chuẩn trên như thể tích mẫu. Kết quả đo được phải là 10000g/L COD.
 - Để điều chỉnh đường cong hiệu chuẩn lấy giá trị đọc của 30 mg/L COD chuẩn, nhấn **OPTIONS>MORE** trên menu chương trình. Nhấn **STANDARD ADJUST**.
 - Nhấn **ON**. Nhấn **ADJUST** để chấp nhận giá trị hiện ra. Nếu dùng nồng độ khác thay thế, nhấn con số trong hộp để nhập vào giá trị chính xác sau đó nhấn **OK**. Nhấn **ADJUST**.

Thuốc thử thay thế

Mercury-free COD2 Reagents không có chứa thành phần độc hại có thể sử dụng trong thí nghiệm không cần báo cáo. Đối với ứng dụng trong kiểm soát quy trình, thuốc thử COD2 sẽ loại trừ việc thải bỏ thủy ngân và tiết kiệm chi phí xử lý chất thải nguy hại. Những thuốc thử này hoàn toàn thích ứng với các quy trình thí nghiệm và các đường cong chuẩn được cài đặt sẵn trong máy quang phổ. Cần xác định thành phần chloride và ammonia để cho kết quả chính xác cao.

Ghi chú: những thuốc thử này không được USEPA chứng nhận dùng cho mục đích báo cáo. Để biết thêm thông tin chi tiết, xem COD Reagent Vial Information Brochure, Lit. No. 1356.

Tóm tắt phương pháp

Kết quả đo mg/L COD được định nghĩa là mg oxy được tiêu thụ trên 1 lít mẫu dưới điều kiện thí nghiệm. Trong thí nghiệm này, mẫu được đun trong 2 giờ với tác nhân oxy hóa mạnh là $K_2Cr_2O_7$. Các chất hữu cơ có thể oxy hóa được phản ứng, khử ion dichromate ($Cr_2O_7^{2-}$) thành ion chromic xanh (Cr^{3+}). Khi sử dụng phương pháp so màu trong dãy 0.7 đến 40.0 hay 3-150 mg/L, tổng lượng Cr^{6+} còn lại được xác định. Khi sử dụng phương pháp so màu 20-1500 hay 200 đến 15000 mg/L, tổng lượng Cr^{3+} sinh ra được xác định. Thuốc thử COD cũng chứa bạc và ion thủy ngân. Bạc là chất xúc tác và thủy ngân được dùng hạn chế chất cản trở chloride. Thí nghiệm cho dãy 0.7 – 40 mg/L được đo tại bước sóng 350nm. Thí nghiệm cho dãy 3 đến 150mg/L được đo tại bước sóng 420nm. Dãy 20-1500 mg/L và 200-15000 mg/L COD được đo tại bước sóng 620nm.

Danh mục thay thế và tiêu thụ

Thuốc thử cần thiết

Description	Quantity/Test	Unit	Cat. No.
Select the appropriate COD Digestion Reagent Vial:			
Ultra Low Range, 0.7 to 40 mg/L COD	1–2 vials	25/pkg	24158-25
Low Range, 3 to 150 mg/L COD	1–2 vials	25/pkg	21258-25
High Range, 20 to 1500 mg/L COD	1–2 vials	25/pkg	21259-25
High Range Plus, 200 to 15,000 mg/L COD	1–2 vials	25/pkg	24159-25
Water, deionized	varies	4 L	272-56

Thuốc thử thay thế

Description	Quantity/Test	Unit	Cat. No.
Select the appropriate COD Digestion Reagent Vial:			
COD2, Low Range, 0 to 150 mg/L COD	1–2 vials	25/pkg	25650-25
COD2, High Range, 0 to 1500 mg/L COD	1–2 vials	25/pkg	25651-25
COD2, High Range, 0 to 1500 mg/L COD	1–2 vials	150/pkg	25651-15
COD2, High Range Plus, 0 to 15,000 mg/L COD	1–2 vials	25/pkg	28343-25

Dụng cụ cần thiết

Description	Quantity/Test	Unit	Cat. No.
Blender, 2-speed, 120 VAC	1	each	26161-00
Blender, 2-speed, 240 VAC	1	each	26161-02
DRB200 Reactor, 110 V, 15 x 16 mm	1	each	LTV082.53.40001
DRB200 Reactor, 220 V, 15 x 16 mm	1	each	LTV082.52.40001
Light Shield	1	each	LZV646

Dung dịch chuẩn khuyến dùng

Description	Unit	Cat. No.
COD Standard Solution, 300-mg/L	200 mL	12186-29
COD Standard Solution, 1000-mg/L	200 mL	22539-29
Oxygen Demand Standard (BOD, COD, TOC)	16 10-mL ampules	28335-10
Pipet Filler, safety bulb	1	each
Pipet, TenSette®, 0.1 to 1.0 mL	1	each
Pipet Tips, for TenSette Pipet 19700-01	1	50/pkg
Pipet, Volumetric, Class A, 2.00 mL	1	each
Potassium Acid Phthalate, ACS	500 g	315-34
Stirrer, Electromagnetic, 120 VAC, with electrode stand	1	each
Stirrer, Electromagnetic, 230 VAC, with electrode stand	1	each
Test Tube Rack	1–2	each

Các thuốc thử phụ

Description	Unit	Cat. No.
COD Digestion Reagent Vials, 3 to 150 mg/L COD	150/pkg	21258-15
COD Digestion Reagent Vials, 200 to 1500 mg/L COD	150/pkg	21259-15
Mercuric Sulfate, 28 g	—	1915-20
Sulfuric Acid, 500 mL	—	979-49