

ICS
CCS

T/CHES

中国水利学会标准

T/CHES XX-20XX

水质 高锰酸盐指数的测定 氧化还原自动滴定法

Water quality - Determination of permanganate index

Redox titration

(征求意见稿)

20XX-XX-XX 发布

20XX-XX-XX 实施

中国水利学会 发布

目 录

前言.....	
1.范围.....	
2.规范性引用文件.....	
3.术语和定义.....	
4.方法原理.....	
5.试剂和材料.....	
6.仪器.....	
7.样品的保存.....	
8.分析步骤.....	
9.结果的表示.....	
10.精密度.....	

前 言

本标准依据 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》和 GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规则起草。

本标准为首次发布。

本标准主要起草单位：中国水利水电科学研究院，上海安杰环保科技有限公司，中国环境监测总站，北京市水文总站，上海市水文总站，长江水利委员会水文局，浙江省生态环境监测中心，江西省生态环境监测中心，四川省水文水资源勘测中心，海南省生态环境监测中心，湖南省生态环境监测中心，长江水利委员会水文局汉江水文水资源勘测局，黄河宁夏水环境监测中心，黄河水利委员会中游水文水资源局，湖北省荆门市水文水资源勘测局，广东省肇庆生态环境监测站，湖南省湘潭生态环境监测中心，四川省凉山水文水资源勘测局，中检集团理化检测有限公司，广东粤港供水有限公司，海口浩源检测技术有限公司，华测检测认证集团股份有限公司，上海国齐检测技术有限公司，浙江中一检测研究院股份有限公司，广州市穗泉水质检测有限公司

本标准主要起草人：吴文强，郝俊，李文攀，郭伟，钱宝，程溶，朱晓丹，张振欣，马运革，王海妹，李建钊，周裕红，张亚彤，胡忠霞，王强，王永强，邬宇茜，曲晶，俞梁敏，杨创涛，孙海花，李胜云，张磊磊，孙晓欣，刘永志，刘丰奎，王文静，黄奔，郝仁琪，曾骥，王国倩，雷天雷，王溪，雷宇，陈燕，刘艳菊，魏凤，朱艳容，蓝建为，杨力，梁晓龙，张英华，冯家望，吴越，吴仲斯，郭丽甜

水质 高锰酸盐指数的测定 氧化还原自动滴定法

1.范围

本标准规定了利用氧化还原滴定法测定水中的高锰酸盐指数。

本标准适用于饮用水，水源水，地下水和地表水的测定，测定范围为 0.5-4.5mg/L，对污染较重的水，可少取水样，经适当稀释后测定。

本标准不适用于测定工业废水中有机污染的负荷量，如需测定，可用重铬酸钾法测定化学需氧量。

样品中无机还原性物质如 NO_2^- ， S^{2-} ， Fe^{2+} 等可被测定。氯离子浓度高于 300mg/L，采用在碱性介质中氧化的测定方法。

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 11892-1989 水质 高锰酸盐指数的测定

GB/T 5750.7-2006 生活饮用水标准检验方法有机物综合指标

GB/T 15456-2008 工业循环冷却水中 COD 的测定 高锰酸钾法

HJ/T 100-2003 高锰酸盐指数水质自动分析仪技术要求

T/CHES 53-2021 水质监测分析方法标准编制技术导则

3.术语和定义

下列术语和定义适用于本标准

3.1 高锰酸盐指数

高锰酸盐指数是反映水体中有机及无机可氧化物质污染的常用指标。定义为：在一定条件下，用高锰酸钾氧化水样的某些有机物及无机还原性物质，由消耗的高锰酸钾量计算相当的氧量。

高锰酸盐指数不能作为理论需氧量或总有机物含量的指标，因为在规定的条件下，许多有机物只能部分的被氧化，易挥发的有机物也不包含在测定值之内。

4.方法原理

样品中加入已知量高锰酸钾和硫酸，在沸水浴中加热 30min（对于一些高海拔地区，适当增加水浴时间），高锰酸钾将样品中的某些有机物和无机还原性物质氧化，反应后加入过量的草酸钠还原剩余的高锰酸钾，再用高锰酸钾标准溶液回滴过量的草酸钠，通过计算得到样品中高锰酸盐指数。

5.试剂和材料

5.1 除非另有说明，分析时均使用符合国家标准或专业标准的分析纯试剂，实验用水为蒸馏水或同等纯度的水。

5.2 蒸馏水 根据 GB 11892-1989 方法获得不含还原性物质的蒸馏水。

5.3 硫酸 (H_2SO_4)：密度 (ρ_{20}) 为 1.84g/mL。

5.4 硫酸 (1+3)：在不断搅拌下，将 100mL 硫酸 (5.3) 慢慢加入到 300mL 水中。趁热加入数滴高锰酸钾溶液 (5.9)，直至溶液出现粉红色。

5.5 氢氧化钠溶液 (500g/L)：称取 50g 氢氧化钠溶于水并稀释至 100mL。

5.6 草酸钠标准贮备液：浓度 $c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)$ 约为 0.1000mol/L，购买市售有证标准溶液。

5.7 草酸钠标准使用液：浓度 $c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)$ 为 0.0100mol/L，吸取 50.00mL 草酸钠贮备液 (5.6) 于 500mL 容量瓶中，用水稀释至标线，混匀。

5.8 高锰酸钾标准贮备液：浓度 $c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4)$ 约为 0.1000mol/L，购买市售有证标准溶液。

5.9 高锰酸钾标准使用液：浓度 $c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4)$ 为 0.0100mol/L，吸取 100mL 高锰酸钾标准贮备液 (5.8) 与 1000mL 容量瓶中，用水稀释至标线，混匀。

6. 仪器

6.1 高锰酸盐指数水质自动分析仪。仪器工作条件为

- a) 环境温度 15 °C~30 °C；
- b) 相对湿度不大于 75 %RH；
- c) 供电电源：AC 220 V $\pm$ 10%，频率 50 Hz $\pm$ 1 Hz；
- d) 无影响仪器使用的振动和电磁干扰；
- e) 室内无腐蚀性气体，有良好的通风装置；

7. 样品的保存

采样后要加入硫酸 (5.4)，使样品的 pH 在 1~2 之间，并尽快分析，如保存时间超过 6h，则需置于暗处，0-5℃下保存，不得超过 2 天。

8. 分析步骤

8.1 仪器预热运行 接通电源后，按操作说明书规定的预热时间进行自动分析仪的预热运行，以使各部分功能及显示记录单元稳定。

8.2 校正 按仪器说明书的校正方法。

8.3 样品的测定 按照仪器说明书分别量取空白试样及样品 100mL 放入样品杯中，将样品进行编号测定。对于高浓度样品，需要稀释取样，如，10mL 样品用水稀释至 100mL，使稀释后样品的高锰酸盐指数在本标准的测定范围内。

9. 结果的表示

高锰酸盐指数 (I_{Mn}) 以每升样品消耗毫克氧数来表示 (O_2 , mg/L)，数据结果保留两位小数，按式 (1) 计算。

$$I_{\text{Mn}} = \frac{[(10+V_1)\frac{10}{V_2}-10]\times C\times 8\times 1000}{100} \dots\dots\dots (1)$$

式中： V_1 ——样品滴定时，消耗高锰酸钾溶液体积，mL；

V_2 ——标定时，所消耗高锰酸钾溶液体积，mL；

C ——草酸钠标准溶液 (5.7)，浓度 $c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)$ 为 0.0100mol/L。

如样品经稀释后测定，按式 (2) 计算。

$$I_{\text{Mn}} = \frac{\{[(10+V_1)\frac{10}{V_2}-10]-[(10+V_0)\frac{10}{V_2}-10]\times f\}\times C\times 8\times 1000}{V_3} \dots\dots\dots (2)$$

V_0 ——空白试验时，消耗高锰酸钾溶液体积，mL；

V_3 ——测定时，所取样品体积，mL，遇有高浓度样品时，需；

f ——稀释样品时，蒸馏水在 100mL 测定用体积内所占比例（例如：10mL 样品用水稀释至 100mL，则 $f = \frac{100-10}{100} = 0.90$ ）。

10.精密度

5 个实验室测定高锰酸钾值为 4.0mg/L 的葡萄糖统一分发标准溶液。

10.1 重复性

实验室内相对标准偏差为 3.0%。

10.2 再现性

实验室间总相对标准偏差为 5.0%。
