

Effect of Cl⁻ Concentration and Dilution Multiple on COD Detection Results in Water Sample

Liping Yin

SINOPEC Zhongyuan Petroleum Exploration Bureau Co., Ltd., Water Supply Branch, Puyang, Henan, 457001, China

Abstract

The situation for the reinjection of produced water in the Puguang gas field is severe. If the water produced in the gas field cannot be effectively reinjected, the gas production well will be restricted or even shut down, which will directly affect the recovery rate of natural gas. After the implementation of this project, the reinjection amount of the produced water in the Puguang gas field can be reduced to a certain extent to 160m³/d, which effectively retains the reinjection capacity of the existing reinjection wells in the Puguang gas field, and avoids the ineffectiveness of the produced water in the gas field. Re-injection, resulting in gas-producing wells' production restriction or shut-in, improves the recovery rate of natural gas and guarantees the safe production and operation of the Puguang gas field.

Keywords

water sample ion content; COD detection; gas recovery

水样中 Cl⁻ 浓度及稀释倍数对 COD 检测结果的影响

尹莉萍

中国石化集团中原石油勘探局有限公司水务分公司, 中国·河南 濮阳 457001

摘要

普光气田产出水回注面临的形势严峻。如果对气田产出水不能进行有效回注, 必将对产气井进行限产甚至关井, 直接影响到天然气的采收率。本项目研究实施后可在一定程度上降低普光气田产出水的回注量, 降低到160m³/d, 有效保留了普光气田现有回注井的回注能力, 避免因气田采出水不能得到有效回注, 而造成的产气井限产或关井等情况发生, 提高天然气的采收率, 保障了普光气田的安全生产运行。

关键词

水样氯离子含量; COD检测; 天然气的采收率

1 引言

新建产出水深度处理站, 处理规模 1200m³/d, 处理后产出水作为净化厂循环冷却水回用, 浓水输送至普光 11 井和毛开 1 井回注。

深度处理站进水包括: 气田采出水、胺液净化废水, 混合均质后水质需满足标准要求, 其中来水对 COD 指标明确规定, 同时来水水质变化较大, 而且氯离子含量较高, 直接影响 COD 检测。针对高含盐污水如何准确测定 COD 进行了研究实验。

【作者简介】尹莉萍(1978-), 女, 中国河南封丘人, 本科, 助理工程师, 从事水质检测、土壤和固废检测、污水处理、水处理剂等研究。

2 实验目的

在酸性重铬酸钾条件下, 芳烃和吡啶难以被氧化, 其氧化率较低。在硫酸银催化作用下, 这些直链类脂肪族化合物可有效被氧化。但普光深度水成分复杂, 其氯离子浓度也很高, 在检测过程中, 氯离子能够被重铬酸盐氧化, 且能与硫酸银作用产生氯化银沉淀严重影响实验结果。因此, 探究氯离子对检测 COD 的影响及如何解决高氯离子至关重要。本实验主要探究了便携式水质测定仪法及微波密封消解法检测 COD 时 Cl⁻ 浓度及水样稀释倍数对实验结果的影响^[1-3]。

3 便携式水质测定仪法

3.1 结果与讨论

检测结果如表 1 所示, 当溶液中 Cl⁻ 浓度小于 606mg/L 时, 随着 Cl⁻ 浓度增大, 其 COD 测定值有略微上升, 但数值极小, 对 COD 的测定结果几乎不产生影响。但当 Cl⁻ 浓度高于 606mg/L 时, 通过图 1 实验现象可以发现, Cl⁻ 与 Ag⁺ 结合

生成了大量沉淀,溶液浑浊,无法用光度法进行COD的检测。为了进一步探究Cl⁻浓度,在606~1213mg/L范围内,设置了6个梯度的浓度值(606、728、849、970、1092、1213mg/L),并进行了相应的测定,结果表明,Cl⁻浓度为728mg/L时溶液已出现浑浊。

表1 含不同氯离子溶液的COD检测值

样品号	标液	1	2	3	4	5	6
Cl ⁻ 浓度(mg/L)	0	121	303	606	1213	1820	2427
COD测定值(mg/L)	183.4	187.4	189.5	193.5	溶液浑浊	溶液浑浊	溶液浑浊

由上述实验可得出结论:使用便携式水质检测仪(D试剂和E试剂组合)检测COD含量时,其Cl⁻浓度在600mg/L以下,检测结果较为准确。



标液 1 2 3 4 5 6 7

图1 含不同氯离子溶液的COD检测结果

3.2 便携式水质仪法COD粗判

采取便携式水质仪进行检测时,一般情况下使用的标准曲线检测范围在5~1000mg/L,因此在检测时,无论是对水样中的COD或是Cl⁻浓度都需要进行粗判。具体方法如下:

取2.5mL水样,依次加入0.7mL的D试剂和4.8mL的E试剂,观察颜色变化:

①若为溶液不产生沉淀,则证明其Cl⁻浓度低于600mg/L。溶液颜色与对应的COD浓度如图2所示。解决方法:根据初判结果选择是否稀释及稀释倍数(使稀释后的浓度在5~1000mg/L的范围,推荐稀释倍数为10倍)。



图2 不同的溶液颜色对应的COD浓度

②若产生沉淀为黄色沉淀,则证明COD浓度在检测范围内,Cl⁻超过600mg/L。解决方法:第一,对水样稀释10倍进行检测。第二,或另取2.5mL水样,向其中加入约0.5g的硫酸汞粉末,掩蔽氯离子,之后加入D试剂与E试剂,

进行后续实验(注意检测时不要晃动,尽可能使溶液澄清)。

③若产生沉淀为绿色沉淀,则证明COD浓度超过检测范围,Cl⁻浓度超过600mg/L。解决方法:对水样稀释10倍后检测。

4 COD微波密闭消解法

4.1 结果与讨论

由表2可以看出,随着溶液中氯离子浓度不断增加,其COD检测值并没有太大波动,由此证明向溶液中加入1g的硫酸汞粉末后,由于硫酸汞可以和氯离子形成稳定的络合物,能够起到很好的掩蔽作用。根据实验数据可知,当Cl⁻浓度小于6000mg/L时,其检测结果基本不受影响。

表2 含不同浓度氯离子溶液的COD检测结果

样品号	标液	1	2	3	4	5	6
Cl ⁻ 浓度(mg/L)	0	606	728	2427	3641	4854	6068
COD测定值(mg/L)	217	224	224	203	224	224	190

4.2 微波消解法水样中COD浓度粗判

在前面的实验中已经验证,根据普光的水质情况,使用微波消解法在加入1g的硫酸汞条件下,Cl⁻浓度对实验结果基本不产生影响。因此,在检测水样时只需要判断COD含量在哪个检测范围,选择合适的重铬酸钾标准溶液及硫酸亚铁铵溶液即可。表3中显示了不同的重铬酸钾标准溶液对应的COD检测范围。粗判方法如下:

取5mL水样,加入0.2mol/L的重铬酸钾标准溶液观察颜色变化:

①若溶液仍为黄色,则说明COD的浓度在50~1000mg/L范围内,按照说明进行后续实验即可。

②若溶液出现蓝绿色现象,则说明COD的浓度大约超过1000mg/L。解决方法:第一,换用0.4mol/L的重铬酸钾标准溶液,若溶液为黄色,按照说明进行后续实验即可。第二,若溶液出现蓝绿色现象,则对水样稀释10倍后用0.2mol/L的重铬酸钾检测。

表3 不同的重铬酸钾标准溶液对应的COD检测范围

组合	重铬酸钾标准溶液浓度(mol/L)	硫酸亚铁铵浓度(mol/L)	COD检测范围(mg/L)
1	0.05	0.01	≤50
2	0.2	0.05	50~1000
3	0.4	0.1	1000~2500

5 两种方法检测 COD 结果对比

采用两种方法对普光水样进行了检测，其结果如表 4 所示。通过对比表 4 数据可知，两种方法的检测结果基本一致。

表 4 两种方法检测 COD 结果对比

样品	便携式水质仪法	微波消解法
调储罐 (mg/L)	1471	1491
除硬罐 (mg/L)	1673	1559
好氧池 (mg/L)	423	478
MBR (mg/L)	242	271

6 结论

本次实验主要探究了便携式水质仪法和微波消解法检测 COD 时，水样中 Cl⁻ 浓度及稀释倍数检测结果的影响。由实

验结果得出以下几个结论：

①便携式水质仪法检测 COD 时，Cl⁻ 浓度低于 600mg/L，不产生沉淀。基本不影响实验结果。

②便携式水质仪法检测水样时，可以选择稀释的方法进行检测，但其结果大约有 10% 左右的偏差。推荐使用稀释倍数为 10 倍。

③微波消解法检测 COD 时，Cl⁻ 浓度低于 6000mg/L 时，基本不影响实验结果。

④微波消解法检测水样时，应按照粗判方法先对 COD 浓度进行粗判，如需稀释，推荐稀释倍数为 10 倍。

参考文献

- [1] 陆婷婷.芳烃侧链的绿色氧化反应研究[D].南京:南京理工大学,2013.
- [2] 赵婷锐,赵波,谢春,等.高氯离子浓度对测定COD的影响及消除方法[J].中国给水排水,2015,31(24):112-115.
- [3] 卜芳.铁还原剂去除水中含氧酸盐的研究[D].广州:广东工业大学,2011.

(上接第 60 页)

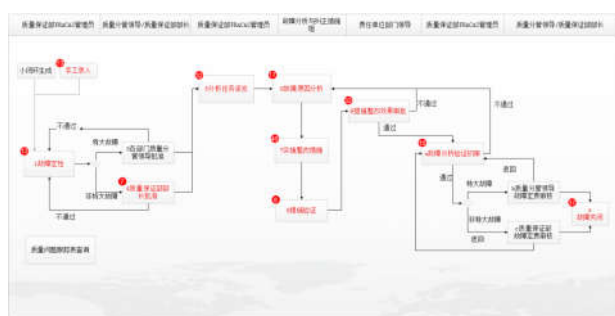


图 2 FRACAS 模板任务流程图

3.3 产品运行记录

系统建立产品档案（产品配置管理），记录出厂日期、检修日期、运行里程等数据，记录产品运行数据将与故障数据结合进行产品可靠性分析和统计。

3.4 基础数据管理

为了规范产品故障数据录入和可靠性统计分析，需要对所输入的信息进行规范化和标准化，现场服务人员在输入时只需在规范的数据字典中进行选择即可。

3.5 数据统计与分析

通过对 FRACAS 系统基础数据的规范，系统能够快速地对

实现对故障数据的查询、统计和分析，产品可靠性以报表、KPI 指标、头条、进度跟踪状态栏等形式进行展现。

4 结语

通过定制化开发的 FRACAS 系统能够帮助用户“建立适合需要的管理信息系统，实现管理的信息化”，用户可以根据自己的意图去设计和使用系统，可以根据需要随时进行修改、优化，方便后续扩展功能并快速实现企业其他信息系统的互联互通，方便建立统一的数据库实现信息的共享，完善问题和故障的闭环控制，并积累故障处理全过程的经验数据，避免重大故障和重复故障的再次发生，对未来新品发生类似故障起到了积极预防的作用^[3]。

参考文献

- [1] 罗衍领.FRACAS在工程机械可靠性[J].建筑机械,2013(12):60-64.
- [2] 王洪涛.康尼公司FRACAS系统的设计与实现[D].成都:电子科技大学,2014.
- [3] 毛俊,黄传东.基于Excel服务器的售后服务管理系统开发——FRACAS模块[J].中小企业管理与科技,2016(6):166-167.