59400-00

# DR/2400便携式分光光度计

# 分析操作手册

哈希公司（HACH）2003

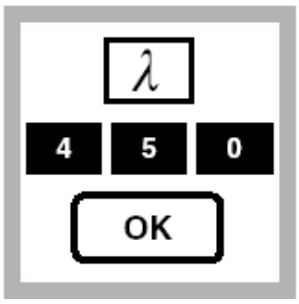
# 目　　录


Alachlor・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・5
铝　试铝灵法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・7
铝 羊毛铬花青R方法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・9
钡　浊度法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・11
苯并三唑 或 甲苯并三唑・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・12
硼　胭脂红法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・14
硼 甲亚胺-H法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 15
溴・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・18
镉　Cadin法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 20
氯胺（Mono）靛酚法 HR・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 21
氯胺（Mono）靛酚法 LR・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 22
氯化物 硫氰酸汞法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 23
二氧化氯 直读HR・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 24
二氧化氯 DPD・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 26
二氧化氯　氯酚红法LR・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 27
余氯・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・28
余氯 DPD Method・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 30
余氯 DPD Method　TNT・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 31
总氯 DPD Method・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 32
总余氯 DPD Method TNT・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 33
总氯 DPD Method・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 36
六价铬・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 37
六价铬 UniCell・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 39
总铬・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 40
总铬 UniCell・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 42
钴　PAN法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 43
真色度和表观色度・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 45
铜・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・46
铜　叶啉法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 49
铜　UniCell・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 51
氰化物・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 52
氰 UniCell ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 54
氰尿酸・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・55
氟・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 56
氟 UniCell・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 57
甲醛・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 58
硬度　钙和镁・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 62
总硬度 ULR ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・64
联氨・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 65
碘 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 66
铁 FerroZine 法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 68
铁 UniCell ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 70

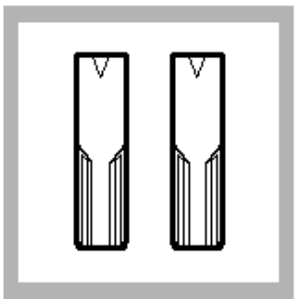
亚铁 1,10-菲绕啉法 ····· 71
总铁 FerroVer 法 ····· 72
总铁 TPTZ法 ····· 73
总铁 FerroMo法 ····· 75
铅 ····· 76
铅 UniCell ····· 79
锰 HR ····· 81
锰 LR ····· 82
汞 ····· 84
钼 HR ····· 88
钼 LR ····· 90
镍 ····· 92
镍 Heptoxime法 ····· 94
镍 Dimethylglyoxime Method ····· 96
硝酸根离子 ····· 97
硝酸盐氮 LR ····· 100
硝酸盐 TNT ····· 102
亚硝酸盐 ····· 103
亚硝酸盐 HR ····· 106
亚硝酸盐 LR TNT ····· 107
亚硝酸盐 UniCell ····· 108
氨氮 UniCell ····· 109
氨氮 HR ····· 110
氨氮 LR ····· 113
总氮 LR ····· 114
总氮 HR ····· 116
总无机氮 ····· 118
总凯氏氮 ····· 120
总有机碳HR ····· 122
总有机碳LR ····· 125
COD锰法 ····· 127
COD铬法 ····· 130
溶解氧LR ····· 133
溶解氧UHR ····· 135
氧 SCAVENGERS ····· 136
臭氧 ····· 138
苯酚 ····· 139
磷酸盐 UV法 ····· 141
磷 TNT ····· 144
活性磷 氨基酸法 ····· 145
活性磷 ····· 147
活性磷 TNT HR法 ····· 148
活性磷 抗坏血酸法 ····· 149
活性磷 TNT法 ····· 150

总磷 · · ·

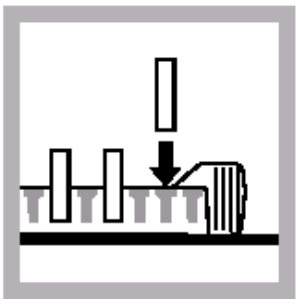
**Alachlor　免疫法**
**水中免疫程序**



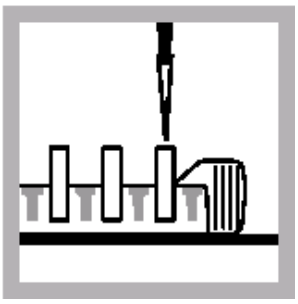

1.按**Single Wavelength**，按↵，按**450 nm**，按OK。



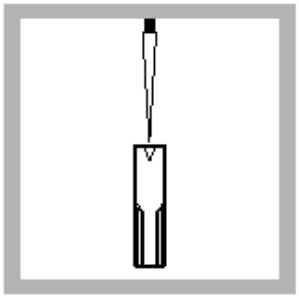
2.标记每一抗体试管，为校准管和样品准备。



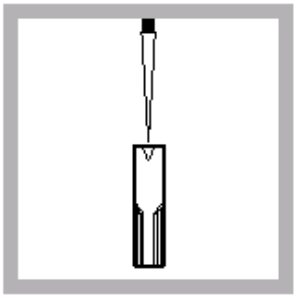
3.将试管放入架中。



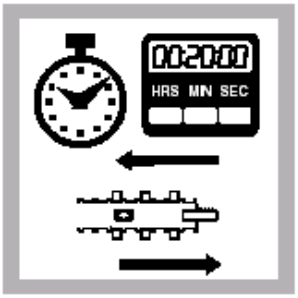
4.吸取0.5ml校准液到样品管中。



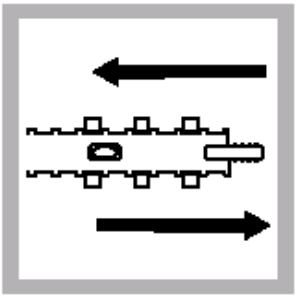
5. 吸取0.5ml样品液到样品管中。



6. 立刻吸取0.5ml Alachlor Enzyme Conjugate液到每一样品管中。

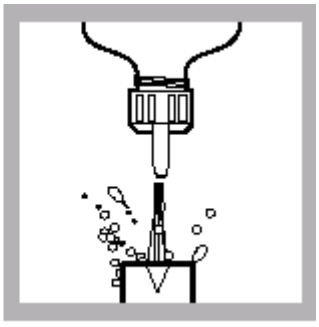



7.按time icon,按OK，开始20分钟反应。使用MicroCuvette Rack技术，先快迅摇晃试管30秒。



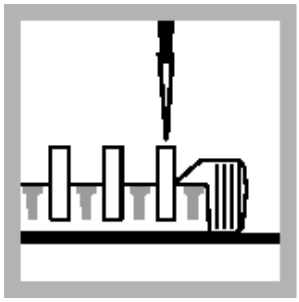
8.十分钟后，再摇晃30秒。

9.反应后，倒去试管中液体。

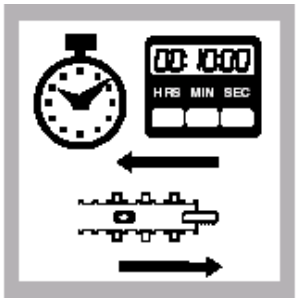


10.用去离子水，清洗4次，保证清洗干净，并将水倒干。

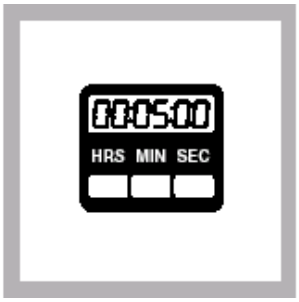
显色



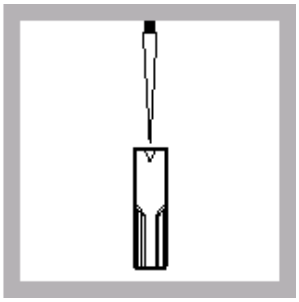
11.保持试管在架中，加入0.5ml显色液。



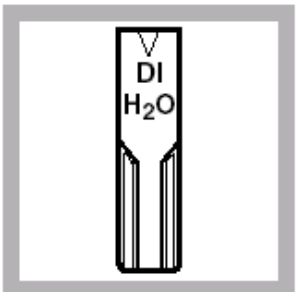

12. 按time icon,按OK，开始10分钟反应。



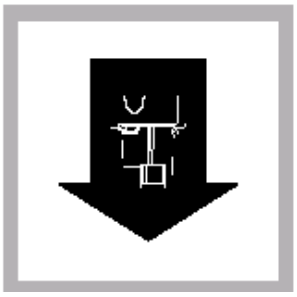

13. 五分钟后，再摇晃30秒。
注：部份或全部溶液显蓝色。



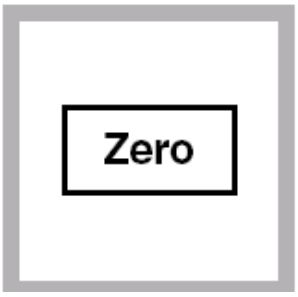
14.反应后，按加显色液顺序加入停止显色液，并放入架中，摇晃。
注：蓝色溶液变黄色。




15.在标记为0管中加入去离子水，并擦干净。



16.放入1cm圆管适配器。




17.按ZERO，显示0.000Abs。

18.放入第一个校准液，按READ，显示一吸光值，记下。

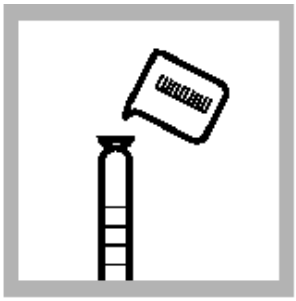
19.重复18步，测出每一校准液和样品的值。

结果计算

| | |
|---|---|
| 如果样品读数 | 样品Alachlor浓度 |
| 小于校准液读数 | 大于该校准液浓度 |
| 大于校准液读数 | 小于该校准液浓度 |

**铝　0.008~ 0.800 mg/L　试铝灵法　（方法号：8012）**

1. 在 HACH PROGRAM下，输入试铝灵法程序编号10 , Aluminum, Aluminon，按Start。



2. 往50mL混合量筒中装入50mL样品至刻度线。

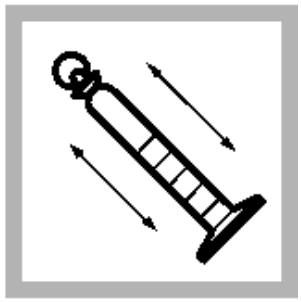
3. 加入一包抗坏血酸粉末，塞好塞子，倒转多次使粉末溶解。

4. 加入一包AluVer 3 铝试剂粉包，反复倒转使溶解。

5. 按TIME ICON，再按OK，反复倒转1分钟使溶解。
注：如粉末未完全溶解，将影响结果的一致性。

6. 倒出25 mL混合液到25mL的样品管（待测样品）。

7. 加入一包Bleaching 3试剂粉包到混合量筒剩余的25mL溶液中，塞好塞子。

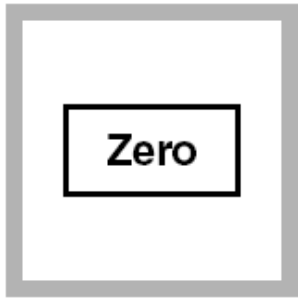


8. 按TIME ICON，再按OK，强烈摇晃30秒。注：由于漂白作用，溶液将变成浅到中等的橙色（不是无色）。

9. 倒出量筒中剩余的25mL混合液到另一个25mL的样品管中（空白试样）。

10. 按下TIME ICON，再按OK，并开始15分钟的反应计时。

11. 计时器鸣叫后五分钟内，将空白试样放入样品槽，关上遮光盖。




12. 按*ZERO*，屏幕显示：0.000 mg/L $Al^{3+}$。

13. 快迅放下装等测样品的比色瓶到样品适配器中。

14.按 READ,屏幕将显示铝的含量，单位是 mg/L

**干扰物质和建议处理方法**

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| **酸度** | **酸度大于**300 mg/L的$CaCO_3$。样品的酸度大于300 mg/L的$CaCO_3$，须按如下步骤处理：<br>a) 在步骤3的样品溶液中加入一滴间硝基酚指示剂溶液。<br>b) 加入一滴5.0 N的氢氧化钠标准溶液，塞好量筒。倒转多次使混合均匀，直到颜色从无色变为黄色。<br>c) 加入一滴5.25 N的硫酸标准溶液，使溶液的颜色从黄色转变成无色，继续测试。 |
| **碱度** | 碱度为1000 mg/L 的$CaCO_3$。更高碱度时的干扰可由如下预处理消除。<br>a) 在步骤3的样品溶液中加入一滴间硝基酚指示剂溶液。呈现黄色表明碱度过高。<br>b) 加入一滴5.25N的硫酸标准溶液，塞好量筒，倒转使混合均匀。如果仍然呈现黄色，继续倒转直到样品变成无色，继续测试。 |
| 氟化物 | 所有水平上均干扰。参看下面的曲线。 |
| 铁 | 大于20 mg/L。 |
| 磷酸盐 | 大于50 mg/L。 |
| 多磷酸盐 | 多磷酸盐由于会引起负误差，在所有水平上均干扰，所以不能允许存在。在测试之前，多磷酸盐必须用酸水解成正磷酸盐，方法记载在测磷的程序中。 |

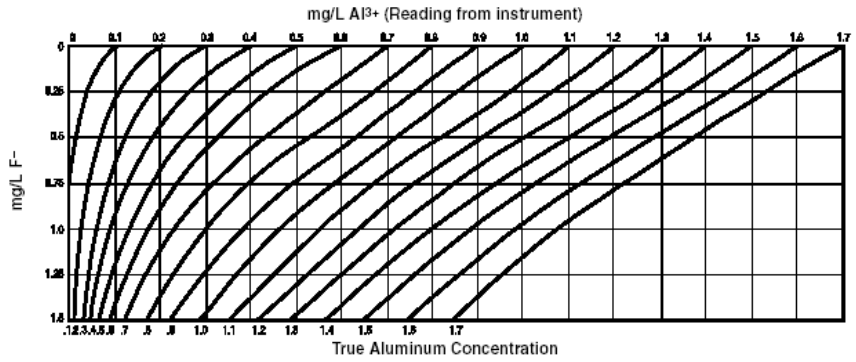
氟化物由于与铝结合，在所有水平上均干扰。当已知氟化物浓度时，可使用氟化物干扰曲线图测定铝的实际浓度。氟化物干扰曲线图的使用：

1.在曲线图的顶端，找到代表步骤12显示的铝含量的垂直线。

2.找出代表样品内氟化物含量的水平线与垂直线相交的点。

3.沿着交点两侧中最近的曲线往下推，与横坐标的交点为推测的铝实际浓度。

例如，如果测试结果显示铝含量为0.7 mg/L，并且样品中存在1 mg/L氟化物（$F^-$），沿着代表铝含量0.7mg/L的垂直线与代表1 mg/L $F^-$的水平线的交点附近的曲线往下推，落在铝曲线的1.2 and 1.3 mg/L之间，这样，铝的实际含量就是1.27 mg/L。

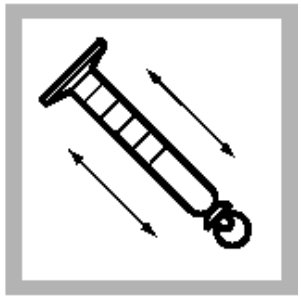


**铝　0.002 ~ 0.250 mg/L $Al^{3+}$ 羊毛铬花青R方法　(药剂法)　（方法号：8326）**

1. 在 *HACH PROGRAM*下，输入羊毛铬花青R法程序编号09，屏幕显示：1010 Aluminum, ECR,按START。

2. 往25mL混合量筒中装入20mL样品。

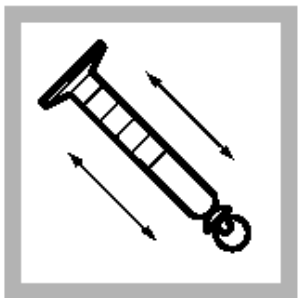
3. 加入 20mL 样品所需用量的羊毛铬花青 R 试剂粉包，塞好塞子，



4. 盖上盖子，混合使粉剂溶解。

5. 然后按TIMER ICON，再按OK，开始30秒的反应计时。

6. 三十秒内，加入20mL样品所需用量的Hexamethylenetetramine Buffer试剂粉包，塞好塞子。



7. 反复倒转直到粉末溶解。注：如有铝存在将会呈现红-橙色。

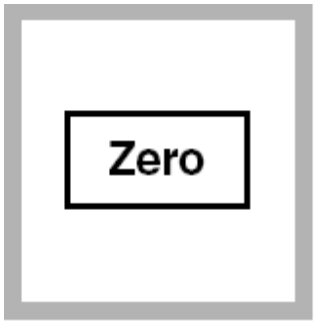
8. 将一滴ECR Masking试剂溶液滴入一个干净的样品管中，以此作为空白。

9. 从量筒中倒出10mL混合液到已滴有ECR Masking试剂溶液的样品管（空白试样）中，离心混合。注：溶液将开始变黄。

10. 将量筒中剩余的10mL溶液倒入另一个样品管中（待测样品）。

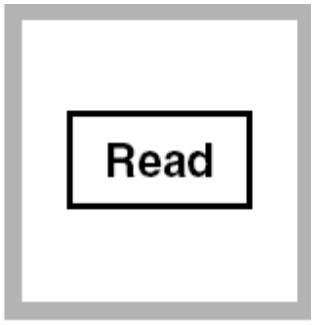
11. 然后按TIMER ICON，再按OK，开始15分钟的反应计时。

12. 计时器鸣叫后五分钟内，将空白试样放入样品槽，关上遮光盖。




13. 按ZERO，屏幕将显示：0.000 mg/L $Al^{3+}$。

14. 快迅放下装等测样品的比色瓶到样品适配器中。




15. 迅速将预制试样放入样品槽，盖好盖子。屏幕将显示铝的含量，单位是mg/L（或者是选择的单位）。

表1 干扰物质和建议的处理方法

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 酸度 | 酸度大于62 mg/L 的 $CaCO_2$。 |
| 碱度 | 碱度大于 750 mg/L 的 $CaCO_3$。 |
| $Ca^{2+}$ | 大于 1000 mg/L的$CaCO_3$。 |
| $Cl^-$ | 大于 1000 mg/L。 |
| $Cr^{6+}$ | 0.2 mg/L (读数误差是 -5%)。 |
| $Cu^{2+}$ | 2 mg/L (读数误差是 -5%)。 |
| $Fe^{2+}$ | 大于4 mg/L (正误差并且 = mg/L $Fe^{2+}$ x 0.0075)。 |
| $Fe^{3+}$ | 大于 4 mg/L (正误差并且 = mg/L $Fe^{3+}$ x 0.0075)。 |
| $F^-$ | 见表2。 |
| 五价正磷酸盐 | 0.1 mg/L 的 $PO_4^{3-}$(读数误差是 -5% )。 |
| $Mg^{2+}$ | 大于1000 mg/L 的$CaCO_3$。 |
| $Mn^{2+}$ | 大于 10 mg/L。 |
| $NO_2$ | 大于 5 mg/L。 |
| $NO_3$ | $^-$大于 20 mg/L。 |
| pH | 2.9-4.9 or 7.5-11.5。样品pH 在 4.9和 7.5之间引起溶解的铝部分转化为胶状不可溶的形式。该方法测量大部分的难以检测的铝，而不需要任何其他方法所需要的pH调节预处理。 |
| $PO_4^{3-}$(正盐) | 4 mg/L (读数误差是 -5%)。 |
| 多磷酸盐 | 见下面的程序。 |
| $SO_4^{2-}$ | 大于1000 mg/L。 |
| $Zn^{2+}$ | 大于10 mg/L。 |

**钡　浊度法 (药剂法和安培瓶法)1~ 100 mg/L　（方法号：8014）**

1. 在 HACH PROGRAM下，选择钡法程序编号20，按START。

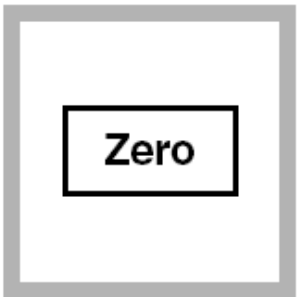
2. 往样品管中装入25mL样品。
3.

加入一包BariVer 4 Barium试剂粉包到样品管（待测试样）。旋转混合。
注：如存在钡将出现白色浑浊。

4、按TIMER ICON，按OK。开始5分钟的反应计时。
注：在生成浑浊的5分钟期间，不要搅动样品。

5.往另一个样品管中加入25mL样品（空白试样）。

6.当计时器鸣叫时，将空白试样放入样品管槽。关上遮光盖。




7. 按ZERO，屏幕显示：0.0 mg/L Ba。
注：如使用试剂空白校正，屏幕将显示校正值。

8.计时器鸣叫后10分钟内，将预制试样放入样品管槽，盖上遮光盖，按READ。屏幕将显示钡的含量，单位是mg/L。

以下物质超过表中所列的浓度时会引起干扰。

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 钙 | 10,000 mg/L的 $CaCO_3$ |
| 镁 | 100,000 mg/L 的 $CaCO_3$ |
| 硅 | 500 mg/L |
| 氯化钠 | 130,000 mg/L 的 NaCl |
| 高缓冲液样品及极端PH | 需要样品前处理 |
| 锶 | 所有水平上干扰。如果存在锶，钡和锶的总浓度可用沉淀物表示（硫酸盐的沉淀物）。当这样不能区分钡和锶的情况下，要进一步分析两者比例。 |

**苯并三唑 或 甲苯并三唑 （1-16mg/L 或 1-20mg/L） Method 8079 UV Photolysis Method***

1. 在HACH PROGRAM下，选择苯并三唑法程序编号30，甲苯并三唑法程序编号730，按start。

2. 往样品管中装入25 mL样品。

3. 加入一包三唑试剂粉包。

4. 旋转混合使完全溶解。

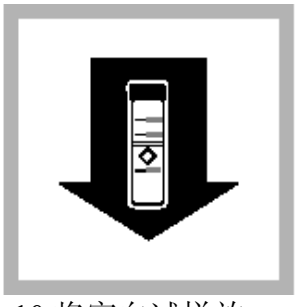
5. 戴上紫外保护镜

6. 在样品管中嵌入紫外灯。

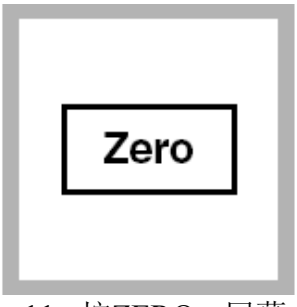
7. 打开紫外灯。按TIMER ICON，按OK，并开始5分钟的反应计时。
注：如有三唑存在，将呈黄色。

8. 当计时器鸣叫时，关紫外灯。从样品管中取出紫外灯。旋转样品管使充分混合。

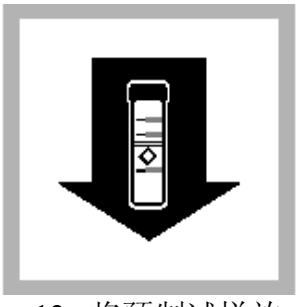
9. 往另一个比色瓶中装入25mL样品（空白试样）。



10.将空白试样放入样品管槽，关上遮光盖。




11. 按ZERO。屏幕显示：0.0 mg/L Benzo 或 0.0 mg/L Toly。



12. 将预制试样放入样品管槽，关上遮光盖，按READ。屏幕将显示苯并三唑或甲苯并三唑的含量，单位是mg/L。



安恒公司 http://www.watertest.com.cn Tel:010-88018877(北京) 021-63176770(上海)

干扰

**表1 干扰物质和建议的处理方法**

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 丙烯酸盐 (甲基丙烯酸盐) | 大于50 mg/L。 |
| 明矾 | 大于400 mg/L。 |
| 硼酸盐 (四硼酸钠) | 大于4000 mg/L。 |
| 氯 ($Cl_2$) | 大于20 mg/L。 |
| 铬 (铬酸盐) | 大于12 mg/L。 |
| 铜 | 大于10 mg/L。 |
| 硬度 | 大于500 mg/L 的 $CaCO_3$。 |
| 铁 | 大于20 mg/L。 |
| Lignosulfonates | 大于40 mg/L。 |
| 镁 | 大于300 mg/L 的 $CaCO_3$。 |
| 钼 (钼酸盐) | 大于200 mg/L。 |
| 亚硝酸盐 | 大于4000 mg/L。 |
| Phosphonates (AMP or HEDP) | 大于100 mg/L。 |
| 硫酸盐 | 大于200 mg/L。 |
| 锌 | 大于80 mg/L。 |
| 强氧化剂或还原剂 | 在所有水平上干扰。 |

**硼　0.2~ 14.0 mg/L 胭脂红法　（方法号：8015）**

**1.** 在 *HACH PROGRAM*下，选择胭脂红法的程序编号40，按start。

2.用100mL量筒量取75 mL浓硫酸到250mL的塑料锥形瓶中。

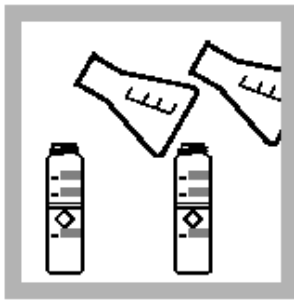
3. 加入一包BoroVer 3 试剂粉包到锥形瓶，混合。等5分钟让粉末完全溶解。

4. 准确量取2.0 mL去离子水到125mL的塑料锥形瓶中（空白试样）。

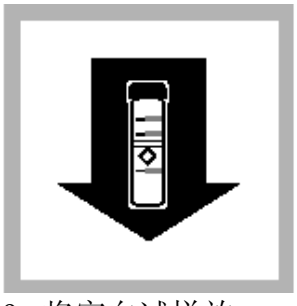
5. 准确量取2.0 mL样品到另一个125mL的塑料锥形瓶中（待测试样）。

6. 用50mL量筒加入35 mLBoroVer 3/硫酸试剂溶液到每个锥形瓶中。充分混合。

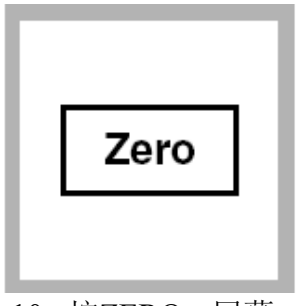
7. 按*TIMER ICON*，*按OK*，并开始25分钟计时。



8. 当计时器鸣叫时，分别从锥形瓶中倒出至少10mL溶液到1英寸样品管中。

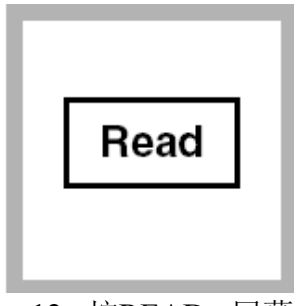


9. 将空白试样放入样品管槽。盖上遮光盖。




10. 按ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L B。

11. 将预制试样放入样品管槽。盖上遮光盖。



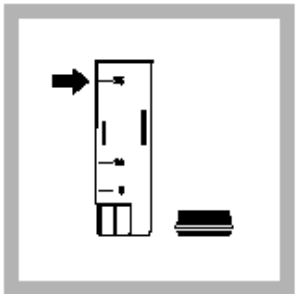

12. 按READ，屏幕将显示硼的含量，单位mg/L 。



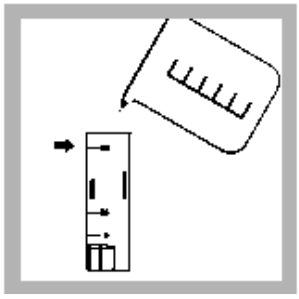
安恒公司　http://www.watertest.com.cn　Tel:010-88018877(北京)　021-63176770(上海)

**硼 0.02~1.50 mg/L 的硼 甲亚胺-H法 （方法号：10061）**

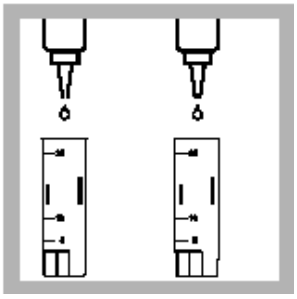
1.在*HACH PROGRAM*下，选择甲亚胺-H法程序编号45， 屏幕显示：45 Boron, LR，按START。



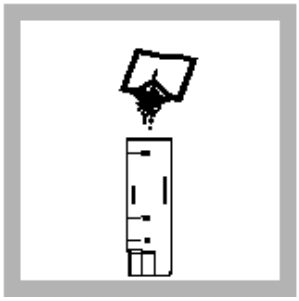
2.往干净的塑料样品管中加入25mL高纯水至刻度，贴上“空白”标签。



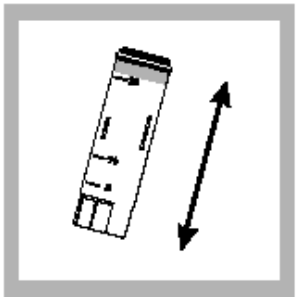
3.往另一个干净的塑料样品管中加入25mL水到刻度，待测。



4. 加入10滴1M的EDTA溶液到每个样品管，分别盖好盖子并倒转两次使混合。

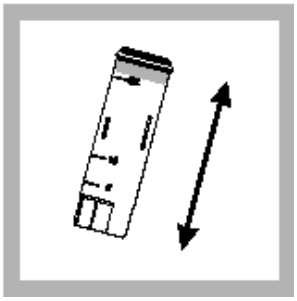


5. 加入一包BoroTrace #2 试剂粉包到加有样品的样品管中。

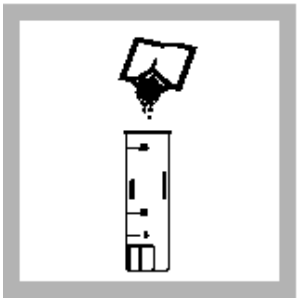


6. 盖好盖子并开始摇晃直到粉末溶解。
注：立即接着进行步骤8和9。

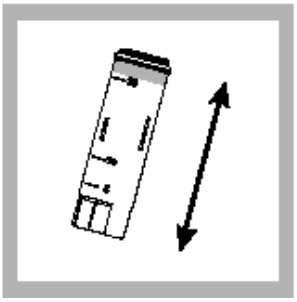
7. 按TIMER ICON，按OK，并开始10分钟反应计时。



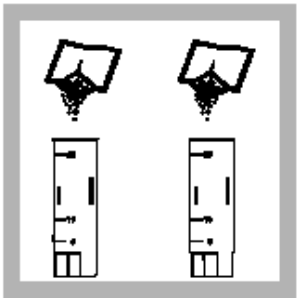
8. 继续剧烈摇晃30 秒，使样品管在计时反应过程中保持密封。



9. 在计时反应过程中，加入另一包BoroTrace #2试剂粉包到“空白”的样品管。



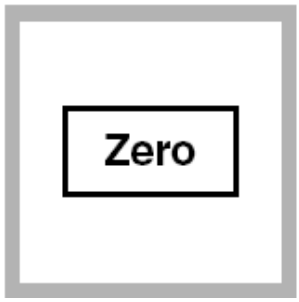
10. 盖好“空白”的样品管，剧烈摇晃直到粉末溶解。



11. 计时器鸣叫后，加入一包BoroTrace #3试剂粉包到每个样品管。盖好盖子并摇晃使溶解。注：加入*BoroTrace #3*试剂使反应“停止”。

12. 擦去比色皿上指纹或其它痕迹

13. 将“空白”样品管放入样品管槽，盖上遮光盖。




14. 按ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L B。

15. 将预制试样放入样品管槽。

16. 按READ，屏幕将显示硼的含量，单位是mg/L。

**干扰**

**以下物质经过测试，结果表明在低于所示水平时不干扰**(mg/L)：

| **干扰物质** | | **干扰水平** |
|---|---|---|
| 铝($^{3+}$) | | 10 |
| 苯并噻唑 | | 20 |
| 生物灭杀剂 | 氨基甲酸盐形式 | 120 |
| | Isothiazolin-type | 120 |
| | Quat-type | 90 |
| | 硫氰酸盐形式 | 60 |
| 钙 | | 1000（如$CaCO_3$） |
| 氯化物 | | 2500 |
| 铜（$^{2+}$） | | 20 |
| 镁 | | 1000 (如 $CaCO_3$) |
| 锰($^{7+}$) | | 5 |
| 钼酸盐($Mo^{6+}$) | | 60 |
| 膦酸盐, AMP | | 20 |
| 膦酸盐, , HEDP | | 20 |
| Polyacrylates | | 20 (as Acumer 1000, 1100) |
| Polymaleic Acid | | 40 (as Belcene 200) |
| 硅 | | 120 |
| 硫酸盐 | | 1800 |
| 亚硫酸盐 | | 40 |
| Tolyltriazole | | 20 |
| 锌($^{2+}$) | | 10 |

**表1 干扰物质和建议的处理方法**

| **干扰物质，干扰水平（正或负干扰）** | **推荐的处理方法** |
|---|---|
| 碱度 >500 mg/L (+或 -) | **1. 用1.0N的硫酸溶液调节样品的**pH到5–7之间。<br>**2. 继续分析程序中的步骤5。** |
| 生物灭杀剂， | 某些含氮的长链聚合物生物灭杀剂化合物会在加入 |



安恒公司 http://www.watertest.com.cn Tel:010-88018877(北京) 021-63176770(上海)

| | |
|---|---|
| polyimino-type, 所有水平(+或 -) | BoroTrace #2试剂后生成浑浊。通过如下程序从样品中除去聚合物：<br>**1. 将一个**SCX cartridge接到一个30-cc不带活塞的注射器中。<br>**2. 加入**5 mL Eluant 溶液到注射器中，插入活塞，并将Eluant溶液推入cartridge。从注射器中将cartridge拔出，然后取走活塞。<br>**3. 加入**1 mL pH 7.2 的磷酸盐缓冲溶液到30 mL样品中并混合。<br>**4. 再将**SCX 接到注射器，不加活塞。<br>**5. 将缓冲过的样品转移到注射器中，插入活塞，并缓慢将样品推入**cartridge，用一个干净的塑料管作为接收瓶。<br>**6. 去掉前**5 mL处理过的样品。<br>**7. 缓慢将样品从**SCX cartridge推入塑料管，以大约每秒种一滴的速度。<br>**8. 直到塑料管装入**25-mL溶液至刻度。<br>**9. 继续测试程序中的步骤5。** |
| 颜色 (+) | **1. 用高纯水对仪器调零。** (0.00 mg/L B) **2. 从样品的颜色估量并记录表观浓度，以**mg/L B表示。<br>**3. 从测试程序步骤15所得结果减去表观浓度。** |
| 卤素 (溴或氯)所有水平(+) | 样品中的卤素消毒剂在加入BoroTrace #2后会产生红色。可按如下消除干扰：<br>**1. 分别加入**1包Dechlorinating 试剂到 25-mL高纯水和样品中。<br>**2. 盖上盖子并摇晃使溶解。**<br>**3. 继续测试程序中的步骤5。** |
| 铁 ($Fe^{3+}$ or $Fe^{2+}$),<br>超过 8 mg/L (+) | 样品中高水平的铁在加入BoroTrace #2试剂后将产生红色。<br>为了补偿，将加入到每个样品管中的EDTA的量从10滴增加到15滴（步骤5），或者用高纯水稀释样品并继续测试程序中的步骤5。用合适的稀释因子修正结果（步骤5）。 |
| 亚硝酸盐,所有水平(+) | **1. 分别加入**0.1克硫酸到塑料管中25mL的高纯水和样品中。<br>**2. 盖好盖子并摇晃使溶解。**<br>**3.打开盖子并等待5分钟。**<br>**4.分别加入** 5N氢氧化钠溶液到 每个管中，用pH试纸调节pH 5–8。<br>**5. 继续测试程序中的步骤5。** |
| 浑浊 (+) | 测试前用3 μm 滤膜过滤样品。不要使用玻璃纤维过滤器。 |

**溴 DPD Method*　　（方法号：8016）**
**药剂法和安培瓶法(0～4.50 mg/L)**

**1.** 在*HACH PROGRAM*下，选择溴法程序编号50，按START。

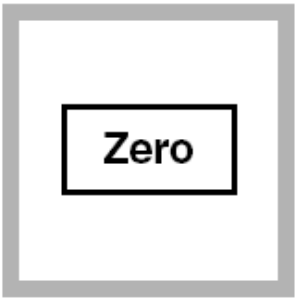
**2.** 放入10mL样品。

**3.** Total Chlorine粉包到样品管（预制试样）。旋转混合。如有溴存在，将呈粉红色。

**4.** ICON，按OK，并开始3分钟反应计时。在3分钟期间内完成步骤5-7。

5.往另一个样品管中加入10mL样品（空白试样）。

6.将空白试样放入样品管槽。




7. 按ZERO，屏幕显示：0.000 mg/L $Br_2$。

8.计时器鸣叫后3分钟内，将预制试样放入样品管槽。按READ。屏幕将显示溴的含量，单位是mg/L。



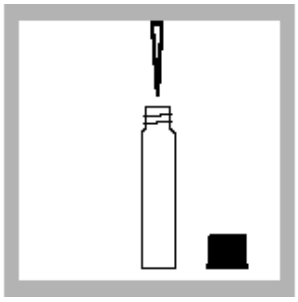
安恒公司　http://www.watertest.com.cn　Tel:010-88018877(北京)　021-63176770(上海)

干扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| **酸度** | 大于150 mg/L的$CaCO_3$，不会生成颜色或颜色很快褪去。用1N的氢氧化钠中和到pH6-7。计算加入每个单独样品中的氢氧化钠的量，然后加入相同的量到测试中的样品中。修正体积的增加。 |
| **碱度** | 大于 250 mg/L 的$CaCO_3$。不会生成颜色或颜色很快褪去。用1N的硫酸中和到pH6-7。计算加入每个单独样品中的硫酸的量，然后加入相同的量到测试中的样品中。修正体积的增加。 |
| 氯 | 所有水平上均干扰。 |
| 二氧化氯 | 所有水平上均干扰。 |
| 氯胺，有机氯胺 | 可能干扰 |
| 硬度 | 低于1，000 mg/L的 $CaCO_3$不干扰。 |
| 碘 | 所有水平上均干扰。 |
| 锰，氧化锰($Mn^{4+}$, $Mn^{7+}$)<br>或<br>铬,氧化铬($Cr^{6+}$) | 1. 调节样品 pH 到 6–7。<br>2. 加入3 滴碘化钾(30 g/L)到25mL样品中。<br>3. 混合并等待片刻。<br>4. 加入3亚砷酸钠(5 g/L)并混合。<br>5. 分析10mL程序中所述的处理过的样品。<br>6. 从原始分析结果中减去这次分析得到的结果，即得到正确的溴浓度。 |
| Monochloramine | 所有水平上均干扰。 |
| 臭氧 | 所有水平上均干扰。 |
| 过氧化物 | 可能干扰。 |
| 极端样品pH | 调节pH6–7。参阅*1.3.1部分之“ pH干扰”*。 |
| 高缓冲样品 | 调节pH 6–7。参阅*1.3.1部分之“ pH干扰”*。 |

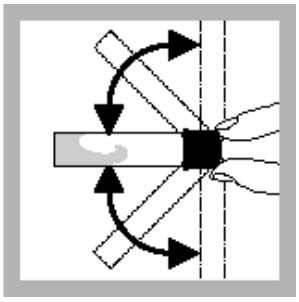
## 镉 0.02 ～0.30 mg/L Cd Cadin法 UniCell™ Vials

1. 在HACH PROGRAM下，选择程序编号815，屏幕显示：815 Cadmium HCT154, 按Start。



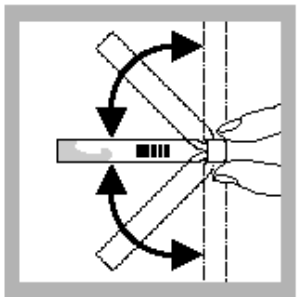
2. 吸10mL样品到反应管（红盖）。

3. 吸10mL混合溶液（HCT154A）到反应管

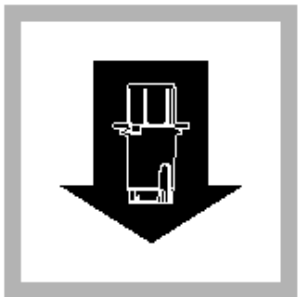


4. 盖好反应管，倒转多次混合。

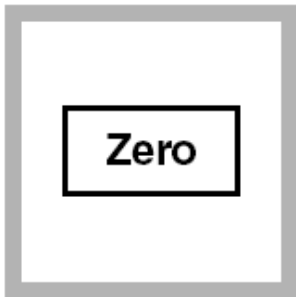
5．吸0.5ml Stabilizer B (HCT 154 B)到反应管。



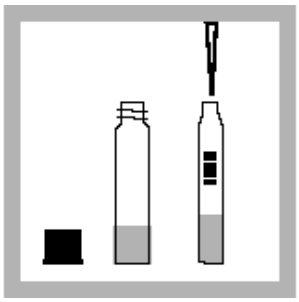
6. 盖好反应管，倒转多次混合。



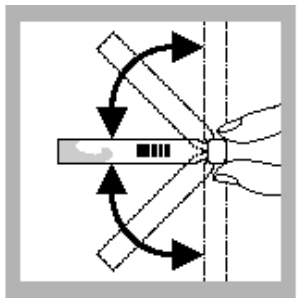
7. 安装好 16-mm 样品适配器，擦干净反应管，放入。




8. 按ZERO，显示 **0.00 mg/L Free Cd Underrange**。

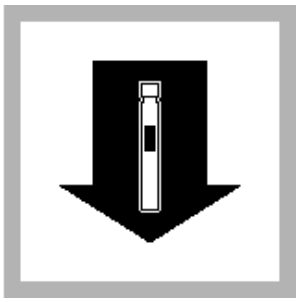


9. 从反应管中吸5mL 溶液到比色管



10. 盖好反应管，倒转多次混合。

11. 按 timer icon, 按 OK，三十秒反应计时。



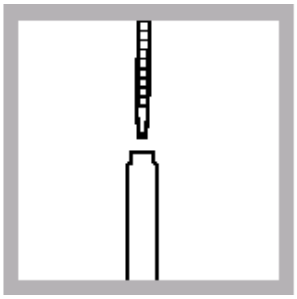
12. 擦干净比色管，放入样品适配器，按READ，结果显示mg/L Cd。



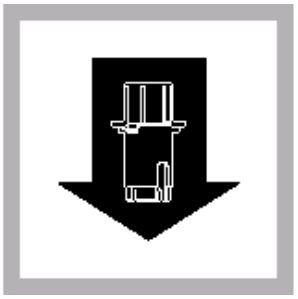
安恒公司 http://www.watertest.com.cn Tel:010-88018877(北京) 021-63176770(上海)

**氯胺（Mono） 0.1~10.00 mg/L Cl2 靛酚法 HR （方法号：10172）**

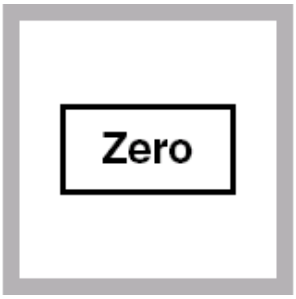
1.在*HACH PROGRAM*下，选择氯胺法程序，屏幕显示：**67 Monochlor. HR TNT**。



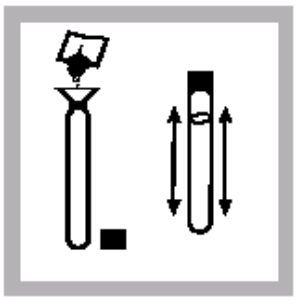
2. 往样品管中装入2.0 mL样品，倒置均匀。



3. 安装16-mm适配器。

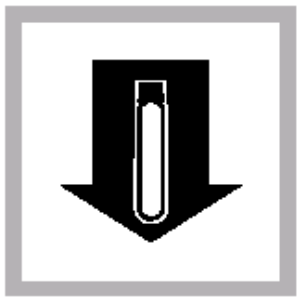



4. 按ZERO，屏幕显示：0.0 mg/L Cl2。



5. 拿出样品管，用漏斗加入Monochlor F粉剂，盖上盖，摇晃约20秒。

6. 按timer icon，按OK，5分钟反应计时。

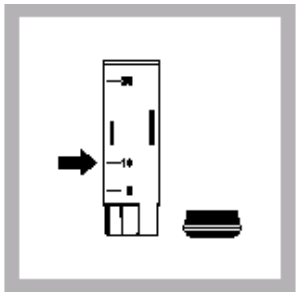


7. 把样品管放入机内。

8. 按READ，结果显示Cl2 mg/L。

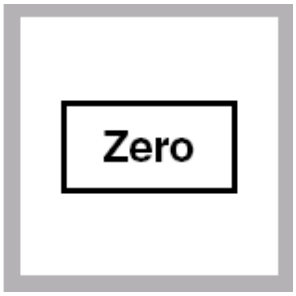
**氯胺 (Mono) 0.04~4.5 mg/L Cl2　靛酚法 LR （方法号：10171）**

1.在*HACH PROGRAM*下，选择氯胺法程序，屏幕显示：**66 Monochlor. LR TNT**。

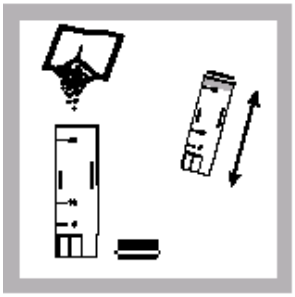


2. 往多波长比色管中装入样品至10ml刻度，倒置均匀。

3. 安装适配器，放入比色管，用短波长。




4. 按ZERO，屏幕显示：0.0 mg/L Cl2。



5. 拿出样品管，用漏斗加入Monochlor　F粉剂，盖上盖，摇晃约20秒。

6. 按timer icon, 按OK，5分钟反应计时。

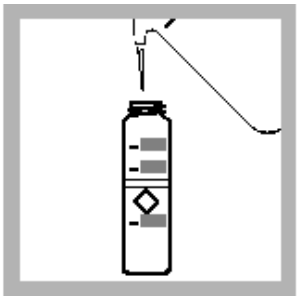
7. 把样品管放入机内。

8. 按READ，结果显示Cl2 mg/L。

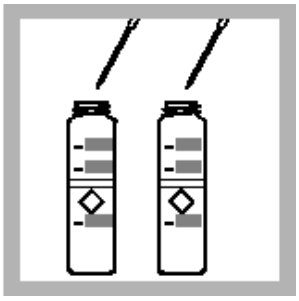
**氯化物 0.1~25.00 mg/L Cl– 硫氰酸汞法 （方法号：8113）**

**1.** 在*HACH PROGRAM*下，选择硫氰酸汞法程序，屏幕显示：70 Chloride, 按Start。

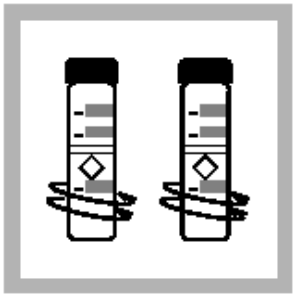
2. 往样品管中装入25 mL样品（预制试样）。



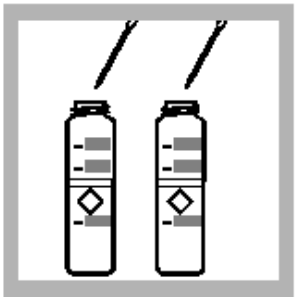
3. 往另一个25 mL的样品管中装入去离子水（空白试样）。



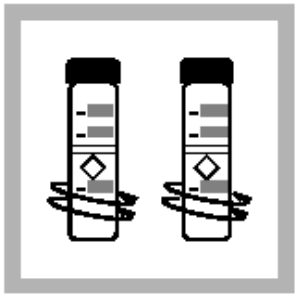
4. 量取 2.0 mL 硫氰酸汞溶液到每个样品管中。



5. 充分混合。



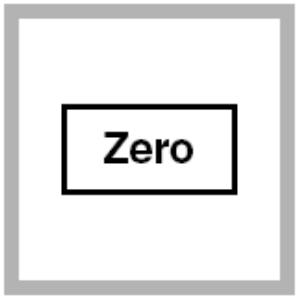
6. 量取1.0 mL铁离子溶液到每个样品管中。



7. 混合。如有氯化物存在将出现橙色。

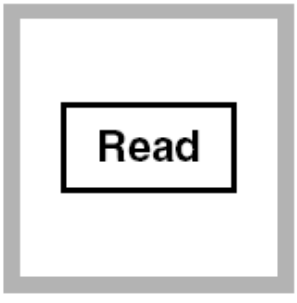
8. 按TIMER ICON，按OK，并开始2分钟计时。

9. 计时器鸣叫后5分钟内，将空白试样放入样品管槽。




10. 按ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L Cl–。

11. 将预制试样放入样品管槽。




12. 按READ, 屏幕将显示氯化物的含量，单位是mg/L。

干扰

极端的pH，在2左右

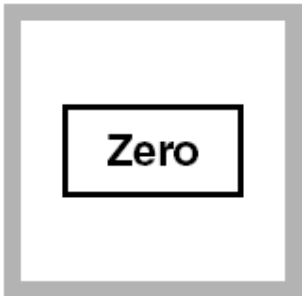
如果样品是强酸性或强碱性，测试前用 5.0N 的氢氧化钠标准溶液或 1：5 的高氯酸稀释液调节部分样品的 pH 值到 7 左右。用 pH 试纸，因为多数 pH 电极会对样品带来氯化物污染。

**二氧化氯 直读HR, (5 to 1000 mg/L)　　（方法号：8138）**

1. 在 HACH PROGRAM.下，选择中二氧化氯程序编号75，显示：75 Chlor Diox HR, 按START。

2. 往样品管中装入去离子水至10ml刻度线（空白试样）。

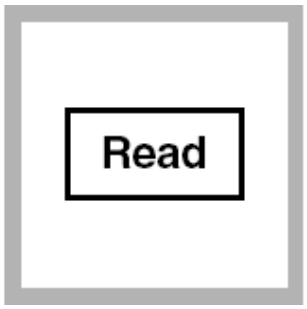
3. 将空白试样放入样品管槽，关上遮光盖。




4. 按 ZERO，屏幕显示： 0.0 mg/L $ClO_2$。

5. 往另一样品管中装入样品至10mL刻度线（待测样品）。

6. 将预制试样放入样品管槽。关上遮光盖。




7. 按READ，屏幕将显示 $ClO_2$ 的含量，单位是mg/L。

注：因二氧化氯不稳定，样品应该快迅测定。



安恒公司　http://www.watertest.com.cn　Tel:010-88018877(北京)　021-63176770(上海)

**干扰**

如一种物质影响结果0.1mg/L或以上的，引起干扰。

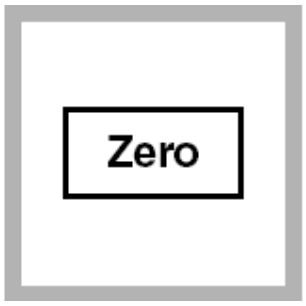
| **干扰物质** | **干扰水平和处理** |
|---|---|
| **酸度** | 大于150 mg/L的 $CaCO_3$。可能导致生色不充分或颜色很快褪去。用1N的氢氧化钠中和到pH6-7。测定加入到每个单独样品中所用氢氧化钠用量，并在测试的样品中加入相同的量。校正体积的增加（参阅1.2.2部分之“体积增加的校正”）。 |
| **碱度** | 大于250 mg/L 的$CaCO_3$。可能导致生色不充分或颜色很快褪去。用1N的硫酸中和到pH6-7。测定加入到每个单独样品中所用硫酸的用量，并在测试的样品中加入相同的量。校正体积的增加（参阅1.2.2部分之“体积增加的校正”）。 |
| 溴，$Br_2$ | 所有水平上均干扰。 |
| 氯， $Cl_2$ | 大于6mg/L的水平可能干扰。额外的氨基乙酸可补偿干扰。 |
| 氯胺，有机氯胺 | 可能干扰。 |
| 凝絮剂 | 可允许多数高水平的凝絮剂。如氯存在，容许限度降低。参阅表中关于金属的信息。当存在0.6mg/L $Cl_2$，$Al_2(SO_4)_3$(< 500 mg/L)，$FeCl_2$ (<200 mg/L)可允许。 |
| 硬度 | 低于1000mg/L的$CaCO_3$不影响。 |
| 碘，$I_2$ | 所有水平上均干扰。 |
| 氧化锰($Mn^{4+}$, $Mn^{7+}$)<br>或氧化铬($Cr^{6+}$) | 氧化锰在全程干扰，氧化铬在大于2 mg/L干扰，去干扰：<br>1. PH调至6-7；<br>**2.** 加三滴碘化钾(30 g/L) (Cat. No. 343-32)到25ml样品中。<br>**3.** 混合一分钟<br>**4.** 加三滴亚砷酸钠(5 g/L) (Cat. No. 1047-32)混和<br>**5.** 取10ml以上样品测试。 |
| 臭氧 | >1.5mg/L有干扰 |
| 过氧化物 | 可能有干扰 |
| 大量缓冲溶液 | PH调至6-7 |
| 极端PH | PH调至6-7 |

**二氧化氯 DPD Method*(0.04 to 5.00 mg/L) （方法号：10126）**

1. 在 HACH PROGRAM下，选择二氧化氯的程序编号76，按START。注：样品必须立即分析；为得到最佳结果，对每种试剂均测定试剂空白。

2. 往样品管中装入10 mL样品（空白试样）。

将它放入样品管槽并盖上遮光盖。




4. 按ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L $ClO_2$。

5. 加入4滴Glycine试剂到样品中，混合。此为待测样品。

**6.** 加入一包 DPD自由氯试剂粉包到预制试样的样品管中。旋转比色瓶管20秒混合。

**7.** 等待30秒使不溶解粉末沉淀。立即进行步骤8。
注：如果存在二氧化氯将呈粉红色。

8. 将预制试样放入样品管槽，关上遮光盖。加入试剂1分钟内读数，屏幕将显示二氧化氯的含量，单位为mg/L。

注 1：如样品中二氧化氯的含量超过测试的最大限度，颜色将褪去呈现黄色。用不含氯的高纯水稀释样品，重复测试。由于稀释可引起氯的损失。用适当的稀释因子扩大结果。
注 2：干扰参照直读法

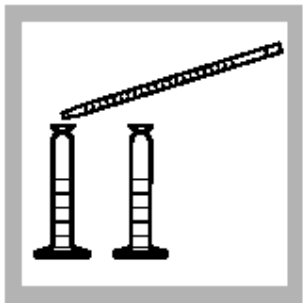


安恒公司 http://www.watertest.com.cn Tel:010-88018877(北京) 021-63176770(上海)

**二氧化氯　氯酚红法LR, (0.01 ~ 1.00 mg/L)　（方法号：8065）**

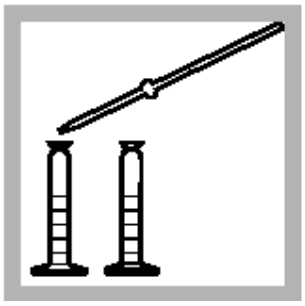
**1.** 在 HACH PROGRAM 下，选择低含量二氧化氯程序, 显示：72 Chlor Diox CPR LR，，按 START。

2. 往两个50mL混合量筒中装入样品至刻度。

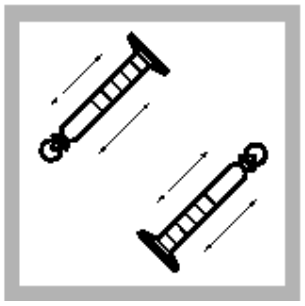


3. 加入 1.0 mL 二氧化氯试剂 1 到每个量筒中，盖上盖子。倒转多次混合。

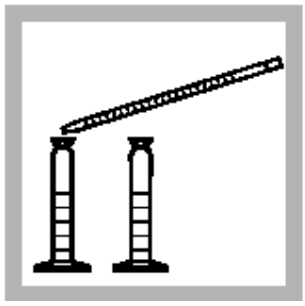
4. 加入一包 Dechlorinating 试剂粉包到其中一个量筒中，盖上盖子，倒转多次直到溶解，此为空白试样，其余的溶液为样品测定准备。



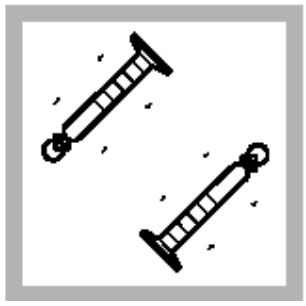
**5.** 精确加入 1.00 mL二氧化氯试剂2到每个量筒中。



**6.** 盖上盖子，反转多次混合。



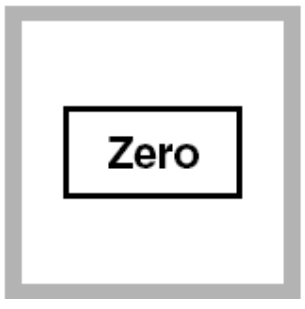
**7.** 加入 1.0 mL二氧化氯试剂3到每个量筒。



**8.** 盖上盖子，反转多次混合。

9. 从每个量筒中各倒出 25 mL溶液到相应的比色瓶中。

10. 将空白试样放入样品管槽，关上遮光盖。




11. 按 ZERO.，屏幕显示：0.00 mg/L $ClO_2$。

12. 将预制试样放入样品管槽，关上遮光盖。按READ，屏幕将显示$ClO_2$的含量，单位mg/L。

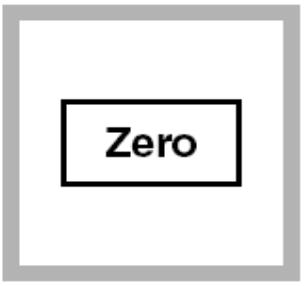
注：立即分析样品，因为二氧化氯不稳定和易挥发；为得到更准确的结果，在相同温度下分析样品；干扰参照直读法

## 余氯 0.02~2.00mg/L DPD Method （方法号：8021）

1.HACH PROGRAM 下，输入程序编号 80 余氯法，按 START。

2.将 10ml 样品放入圆形比色瓶。（空白样）

3. 将空白试样置入机内，盖上遮光盖。




4. 按 ZERO 归零，屏幕将出现“0.0mg/L $Cl_2$”。

5. 将 10ml 样品放入圆形比色瓶。

6. 将 DPD 自由余氯试剂药包加入一个试样，盖上瓶口摇晃均匀。
摇晃 20 秒，立刻进行第七步。
注：若有氯存在，会呈红紫色。

7.一分钟之内加入试剂，放入比色槽中。

8.按 READ，即可测得 mg/L 余氯。



安恒公司 http://www.watertest.com.cn Tel:010-88018877(北京) 021-63176770(上海)

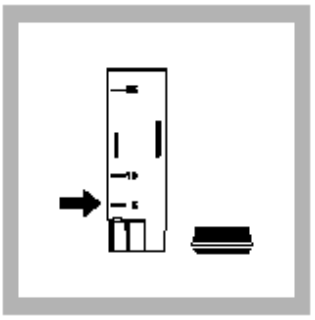
干扰：

表1 干扰物质和建议的处理方法

<table>
<tr><td>干扰物质</td><td colspan="5">干扰水平和处理</td></tr>
<tr><td>溴</td><td colspan="5">所有水平上均干扰</td></tr>
<tr><td>二氧化氯</td><td colspan="5">所有水平上均干扰</td></tr>
<tr><td>氯胺，有机氯胺</td><td colspan="5">可能干扰</td></tr>
<tr><td>碘</td><td colspan="5">所有水平上均干扰</td></tr>
<tr><td>锰，氧化锰(Mn4+, Mn7+)或铬，氧化铬(Cr6+)</td><td colspan="5">1. 调节 pH to 6–7.<br>2. 加入3滴碘化钾(30 g/L)到10-mL 样品中.<br>3. 混合并等待1分钟。<br>4. 加入3滴亚砷酸钠(5 g/L)并混合。<br>5. 按程序所示分析处理过的样品。<br>6. 从原始分析结果中减去该测试的结果，得到正确的氯的浓度。</td></tr>
<tr><td rowspan="7">一氯胺 (NH2Cl)</td><td colspan="5">对于常规的自由氯消毒（“断裂点”之上），典型的一氯胺的浓度很低。如果样品中存在一氯胺，它对自由氯测试的干扰取决于样品的温度、一氯胺和自由氯的相对浓度以及分析所需要的时间。典型的NH2Cl对HR Free Cl2 测试的干扰水平(1分钟测试时间，干扰的mg/L Cl2):</td></tr>
<tr><td></td><td colspan="4">样品温度° C (° F)</td></tr>
<tr><td>NH2Cl水平</td><td>5 (41)</td><td>10 (50)</td><td>20 (68)</td><td>30 (86)</td></tr>
<tr><td>1.2 mg/L</td><td>+0.15</td><td>0.19</td><td>0.30</td><td>0.29</td></tr>
<tr><td>2.5 mg/L</td><td>+0.35</td><td>0.38</td><td>0.55</td><td>0.61</td></tr>
<tr><td>3.5 mg/L</td><td>+0.38</td><td>0.56</td><td>0.69</td><td>0.73</td></tr>
<tr><td>5.0 mg/L</td><td>+0.68</td><td>0.75</td><td>0.93</td><td>1.05</td></tr>
<tr><td>臭氧</td><td colspan="5">所有水平上均干扰</td></tr>
<tr><td>过氧化物</td><td colspan="5">可能干扰</td></tr>
<tr><td>极端样品pH值或高缓冲样品</td><td colspan="5">用酸或碱调节pH6-7</td></tr>
</table>

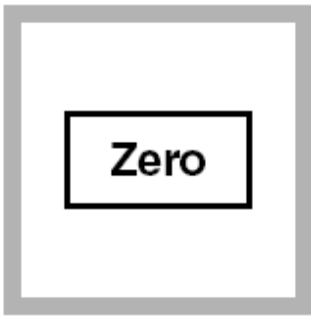
## 余氯0.1~10.0mg/L $Cl_2$ DPD Method（Multi-pathlength Cell） （方法号：10069）

1. HACH PROGRAM下，选择程序余氯法：**88 Chlor. F&T HR**。按START。

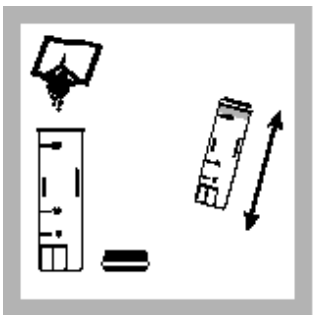


2. 将样品注入Multi-pathlength Cell至5ml处。

3. 装上样品适配器，将比色瓶置入机内，面对短光程，盖上遮光盖。




4. 按 ZERO 归零，屏幕将出现“0.0mg/L $Cl_2$”。



5. 拿出比色瓶，加DPD余氯试剂，摇晃20秒至溶解。

6.擦干净管外壁，放入适配器中。

7. 按 READ，即可测得 mg/L 余氯。

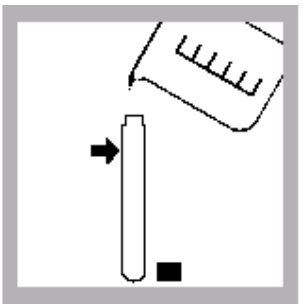
注：干扰参照 Mode 80 余氯测试
注：需要快迅测定，有余氯存在，会有粉红色出现。
注：如果余氯<2.0ml/L，建议用方法 80。



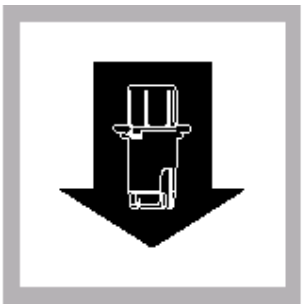
安恒公司 http://www.watertest.com.cn Tel:010-88018877(北京) 021-63176770(上海)

## 余氯 0.09~5.00mg/L DPD Method TNT （方法号：10102）

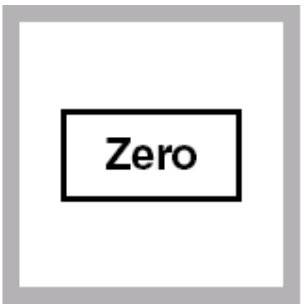
1.HACH PROGRAM 下，输入程序编号 89 余氯 TNT 法，按 START。



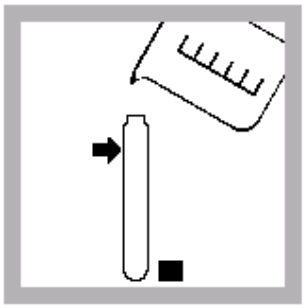
2.将样品倒入比色管至哈希标记线。（空白样）



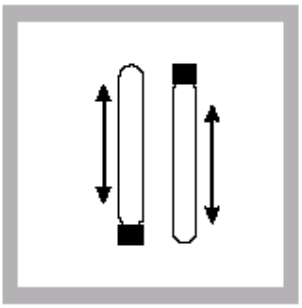
3. 安装 16-mm 适配器，将空白试样置入机内。



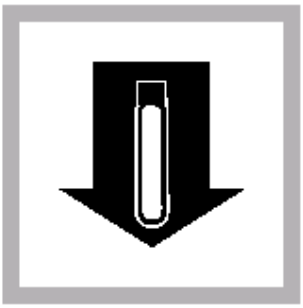

4. 按 ZERO 归零，屏幕将出现“0.0mg/L $Cl_2$”。



5. 将 10ml 样品放入比色管中。



6.盖上盖，摇晃均匀。摇晃 20 秒，立刻进行第七步。
注：若有氯存在，会呈红紫色。



7.一分钟之内加入试剂，放入比色槽中。

8.按 READ，即可测得 mg/L 余氯。

## 总氯 0.02~2.00mg/L DPD Method （方法号：8167）

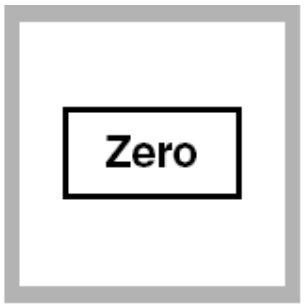
1.HACH PROGRAM 下，输入程序编号 80 总氯法，按 START。

2. 将 10ml 样品放入圆形比色瓶。

3. 将 DPD 总氯试剂药包加入一个试样，盖上瓶口摇晃均匀。摇晃 20 秒均匀。

4. 按 Timer icon，按 OK，3 分钟计时。在此期间完成第 5、6 步。

5. 将 10ml 样品放入圆形比色瓶。（空白样）将空白试样置入机内。




6.按 ZERO 归零，屏幕将出现“0.0mg/L $Cl_2$”。
注：若有氯存在，会呈红紫色。

7.三分钟之内把比色瓶放入比色槽中。

8.按 READ，即可测得 mg/L 总氯。

DR/2400

# 总余氯的测量方法

**方法编号：10101** **测量方法：DPD**

**采用 Test'N Tube 试剂** **测量范围：0.09~5.00mg/L**

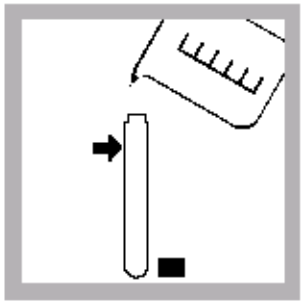
**适用范围: 用于测量饮用水、处理过的工业废水、冷却水和工业过程用水中高含量的总余氯(自由余氯及结合的氯)。**

## Tips and Techniques

- 取得水样后必须立即进行测量，不要将水样保存起来以后再进行测量。
- 如果水样中存在总余氯，将其加入到 Test' N Tube 中之后，液体的颜色就会变成紫色
- 为了得到准确的测量结果，在使用每一批新购置的试剂时，需要测量试剂的空白值，就是按照下面的步骤进行测量，只不过是用去离子水代替样品。将每批试剂的空白值从水样的测量结果中减去，才是水样中含有的亚硝酸盐的准确含量。详细的说明请柬仪器的操作手册；
- 对于采用氯胺消毒工艺的用户，使用 10172 方法测量高含量的(单)氯胺；
- 在将样品池放入比色计之前，要将比色池的外壁擦拭干净，包括不能有指纹；

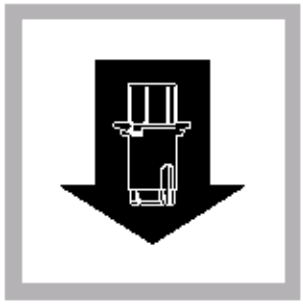
## Test 'N Tube Method 10101

1．开机进入 DR2400 操作界面，点击“**Hach Program**”，选择程序“**89 Chlor，F&T HR，TNT**”，按“**Start**”

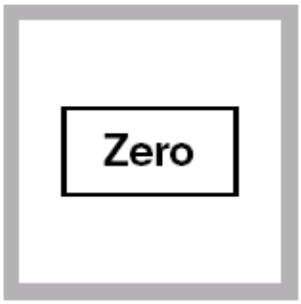


2.在一个空的 Test'N Tube™ 试剂瓶中加入样品至 Hach 标签处，作为空白样。

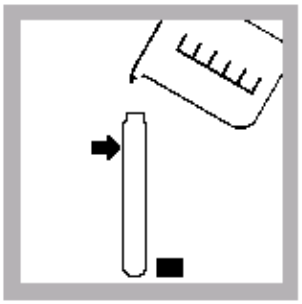
3．用湿毛巾将瓶外壁擦干净，再用干毛巾将瓶外壁的指印及其他印记擦掉



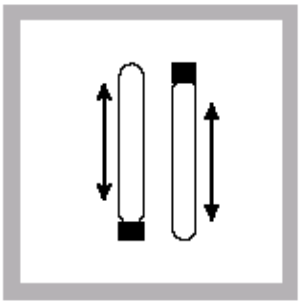
4．将装空白水样的样品池置入比色计的适配器中，合上盖子




5．按“**Zero**”，屏幕显示“**0.00 mg/L $Cl_2$**”



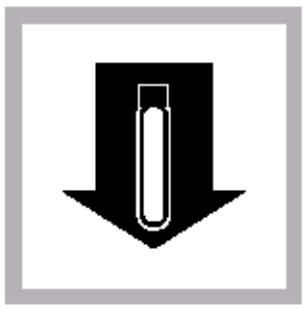
6. 在有试剂的 Test'N Tube™ 试剂瓶中加入 10mL 样品至 Hach 标签处的上部，作为检测样



7. 正反向摇晃试剂瓶至少 10 次，每向下及恢复原状为一次正反摇晃，使粉末试剂溶解

8．点击定时器图标，点击“**OK**”，反应时间为 2 分钟。

9. 用湿毛巾将瓶外壁擦干净，再用干毛巾将瓶外壁的指印及其他印记擦掉



10．将擦干的样品池放入比色计的适配器中

11．按“**Read**”键，读数

**干扰物质：**

| 干扰物质 | 干扰物允许水平及对策 |
|---|---|
| 酸度 | 如果水样中的酸度过高，则会导致发色不完全或者产生的颜色迅速退去。使用 1N 的氢氧化钠将水样的 pH 值调节到 6-7。所有待测的水样应该加入同样体积的氢氧化钠溶液，对测量结果也要进行体积校正。 |
| 碱度 | 如果水样中的碱度超过 300 mg/L $CaCO_3$，则会导致发色不完全或者产生的颜色迅速退去。使用 1N 的硫酸将水样的 pH 值调节到 6-7。所有待测的水样应该加入同样体积的氢氧化钠溶液，对测量结果也要进行体积校正。 |
| 溴，Br | 只要存在就会有干扰 |
| 二氧化氯，$ClO_2$ | 只要存在就会有干扰 |
| 氯胺，有机态 | 可能会产生干扰 |
| 硬度 | 在含量不超过 1000 mg/L $CaCO_3$ 时没有干扰 |
| 碘，$I_2$ | 只要存在就会有干扰 |

| | |
|---|---|
| 锰，氧化态<br>或<br>六价铬 | 1. 将水样的 pH 值调节到 6-7<br>2. 在 25mL 的水样中加入 3 滴 30 g/L 的碘化钾 (Hach #343-32)<br>3. 混合均匀，反应 1 分钟<br>4. 加入 3 滴 5 g/L 的砷化钠溶液 (Hach #1047-32)，混合均匀<br>5. 取 10mL 处理过的水样，按照前面的步骤进行分析测量<br>6. 从原来测量的结果中减去此次测量的结果才是水样中总氯的真是含量 |
| 臭氧，$O_3$ | 只要存在就会产生干扰 |
| 过氧化物 | 可能会产生干扰 |
| pH 值过高或过低 | 使用 1.00N 的硫酸 (Hach #1270-32) 或者 1.00N 的氢氧化钠 (Hach #1045-32)<br>将水样的 pH 值调整到 6-7 |

**水样的采集、保存和存放：**

水样采集后必须立即进行分析，余氯和总氯都是强氧化剂，在自然水体中是非常不稳定的，许多因素都会导致水中的余氯和总氯的分解，比如：反应物的浓度、阳光、pH、温度、盐度等。

避免使用塑料的容器，因为塑料中含有大量的氯元素，对于玻璃容器，也要对其进行前处理，可以将要使用的玻璃容器浸泡在稀释的漂白液 (将 1mL 商品漂白剂稀释到 1L 的去离子水中) 中，至少要浸泡一个小时，而后将容器用去离子水或者蒸馏水仔细冲洗干净。如果每次使用后都能将玻璃容器冲洗干净，则再次使用时只需要简单冲洗就可以了。

测量余氯和总氯时，经常发生的错误就是所取得的水样没有代表性，比如采集自来水的水样时，需要在打开自来水水龙头后 5 分钟再取样，才会得到有代表性的水样。同时要注意的是，要用自来水将玻璃容器冲洗多次，并且水样已经从容器里面溢出来了，此时再将容器盖严，才能够保证容器里面没有空气。而后要做的就是尽快进行余氯和总氯的测量。

## 方法的有效性：

采用 2.33 mg/L 的余氯和总氯标准溶液进行测试，结果如下：

**精密度：**

| 程序号 | **可信度为 95%的测量结果** |
|---|---|
| 89 | 2.27-2.39 mg/L $Cl_2$ |

**灵敏度：**

| 曲线的范围 | **吸光度的变化 Δ Abs** | **浓度的变化** |
|---|---|---|
| 全量程 | 0.010 | 0.09 mg/L $Cl_2$ |

## 方法小结：

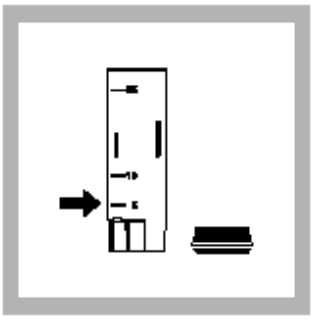
水样中的氯的存在状态可以是余氯，也可以是结合状态的氯，两种状态可以同时存在于水样中，测量的结果就是总氯。余氯包括次氯酸和次氯酸根，结合状态的氯包括单氯胺、双氯胺、三氯化氮以及氯的其他衍生物。

余氯或者结合状态的氯会将碘酸氧化为碘，碘与氯会同 DPD 试剂反应产生洋红色，它与总氯的浓度成正比。如果只想测量结合状态的氯，必须先测量余氯，用总氯的浓度减去余氯的浓度，就是结合状态的氯的浓度。测量在 530nm 处进行。

| **名称** | **一次测量的用量** | **每个包装的量** | **货号** |
|---|---|---|---|
| Test'N Tube™ DPD 总氯试剂 | 1 袋 | 100 袋/包 | 21056－45 |
| **标准液** | | | |
| PourRite® 安培瓶装标准溶液，50-75 mg/L | 2-mL | 20 支/盒 | 14268-20 |

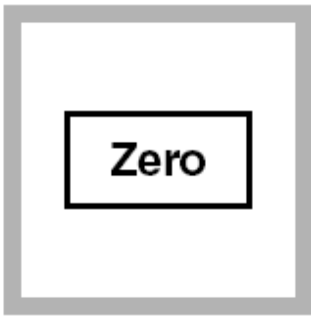
## 总氯 0.1~10.0mg/L $Cl_2$ DPD Method（Multi-pathlength Cell） （方法号：10070）

1. HACH PROGRAM下，选择程序总氯法：**88 Chlor. F&T HR**。按START。

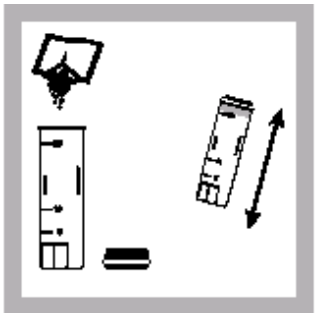


2. 将样品注入Multi-pathlength Cell至5ml处。

3. 装上样品适配器，将比色瓶置入机内，面对短光程，盖上遮光盖。



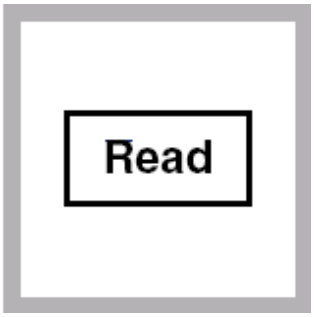

4. 按 ZERO 归零，屏幕将出现“0.0mg/L $Cl_2$”。



5. 拿出比色瓶，加DPD总氯试剂，摇晃20秒至溶解。

6.按Timer icon，按OK，开始3分钟计时。

7.擦干净管外壁，放入适配器中。




8. 按 READ，即可测得 mg/L 总氯。

注：干扰参照 DPD 总氯测试
注：需要快迅测定，有余氯存在，会有粉红色出现。
注：如果余氯<2.0ml/L，建议用方法 80。



安恒公司 http://www.watertest.com.cn Tel:010-88018877(北京) 021-63176770(上海)

# HACH DR/2400 六价铬测定方法

**方法号：8023** **测量原理：1,5-联苯卡巴肼方法**

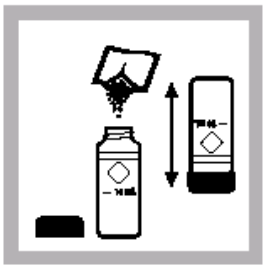
**采用 粉枕 或者 安培瓶 方式测量** **测量范围：0.01-0.70 mg/L**

**应用范围：测量河流水、污水中的六价铬** *** USEPA 认可的测量废水中六价铬的方法**

## Tips and Techniques

- 若要得到准确的测量结果，应该对每一批次的试剂均测量其空白值，方法与下面的步骤一样，只不过将水样用去离子水代替。详见仪器的操作手册。
- 如果水样中的铬含量较高，则会产生沉淀，则需要按照 2.7 节的说明对水样进行稀释。
- 测量完毕时，水样的酸度会很高，在将废液倒掉之前，必须使用氢氧化钠将废液中和至 pH 值在 7 左右，详见第 4 节的内容。

## Powder Pillows Method 8023

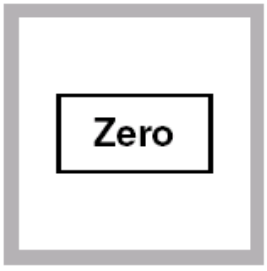


1．按“**Hach Program**”，选择“**90 Chromium Hex**.”，按“**Start**”

2．在一个圆形样品池中倒入 10mL 待测水样

3．加入一份 ChromaVer3 试剂，盖上盖后，摇匀溶解。如果水样中含有六价铬，则会产生紫色

4．按计时键，5 分钟的反应时间开始计时



5．在另外一个圆形样品池中加入水样作为空白样品

6．当计时器的蜂鸣器响后，将空白样品池放入比色计中比色

7．按“**Zero**”键，仪器显示屏上会显示出“**0.00 mg/L $Cr^{6+}$**”

8．将装有待测水样的样品池放入比色计中，按“**Read**”键，仪器就会显示出水样中六价铬的浓度数值。

**干扰物质：**

| | |
|---|---|
| 铁 | 含量超过 1 mg/L 就会产生干扰 |
| 汞离子 | 会产生轻微干扰 |
| pH | 如果水样的 pH 值过高，则可能会超过试剂的缓冲作用，此时需要对水样进行预处理，详见 3.3 节 |
| 钒离子 | 含量超过 1 mg/L 就会产生干扰；将反应时间延长至 10 分钟可以消除干扰 |
| 浊度 | 对于一定混浊程度的水样，在空白样品中加入一份酸性试剂 (Hach #2126-99)，这样就可以保证可以溶解在 ChromaVer 3 酸性试剂中的混浊物质也可以在空白水样中溶解。 |

**水样的采集、保存和存放：**

采集水样于干净的塑料或玻璃瓶中，可以在 4℃或以下保存水样长达 24 小时。必须在 24 小时内进行测量。

**方法的有效性：**使用浓度为 0.25 mg $Cr^{6+}$/L 的标准溶液测量得到

精密度：

| Program | 95% Confidence Limits of Distribution |
|---|---|
| 90 | 0.24–0.26 mg/L $Cr^{6+}$ |
| 95 | 0.24–0.26 mg/L $Cr^{6+}$ |

灵敏度：

| Program | Portion of Curve | ΔAbs | ΔConcentration |
|---|---|---|---|
| 90 | Entire range | 0.010 | 0.01 mg/L $Cr^{6+}$ |
| 95 | Entire range | 0.010 | 0.01 mg/L $Cr^{6+}$ |

**方法小结：**

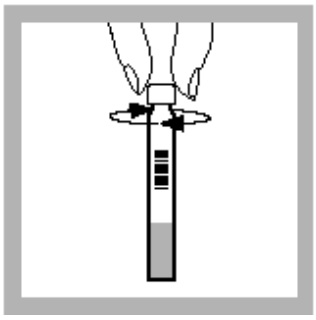
采用 1,5-联苯卡巴肼法，可以只是用一份粉末状的 ChromaVer 3 试剂，就能过测量水中的六价铬。试剂包中即有 1,5-联苯卡巴肼，也含有一定量的酸性物质，如果水样中含有六价铬，则加入试剂后，水样的颜色会变成紫色的。测量在 540nm 波长处进行。

| 名称 | 包装数量 | 货号 |
|---|---|---|
| **需要的试剂：** | | |
| ChromaVer3 六价铬粉末试剂<br>ChromaVer 3 Chromium Reagent Powder Pillow | 100 份/袋 | 12710-99 |
| **需要的操作工具** | | |
| 烧杯，50mL<br>Beaker, 50 mL | 一个 | 500-41 |
| 样品池，10mL<br>Sample cells, 10ml, w/cap | 6 个/包 | 24276-06 |
| **标准溶液** | | |
| 六价铬标准溶液，10mL 安培瓶装，12.5mg/L | 16 支/份 | 14256-10 |
| 六价铬标准溶液，50mg/L | 100mL | 810-42H |

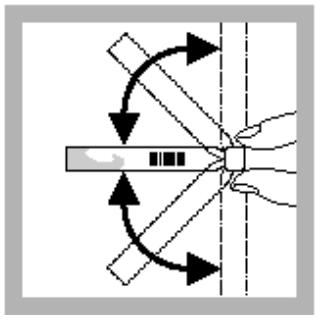
## 六价铬离子0.03~1.00mg/L $Cr^{6+}$ 1，5-Diphentlcarbohydrazide UniCell™ Vials

1.在HACH PROGRAM下，选择程序编号803，屏幕显示：**803 Chromium, HCT 156，** 按Start。

2.吸4mL样品到反应管。

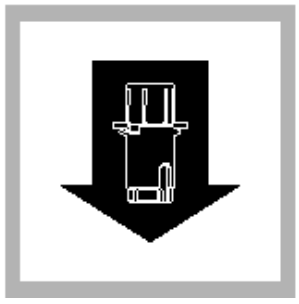


3. 盖上UniCap B（HCT 156 B）盖。（橙盖）

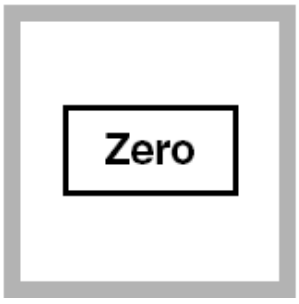


4. 盖好反应管，倒转多次混合。

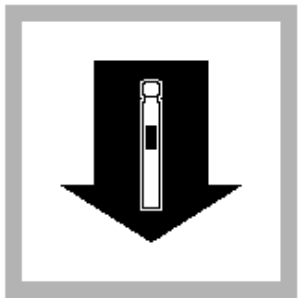
5．按 timer icon, 按 OK，五分钟反应计时。



6. 安装好16-mm样品适配器，擦干净反应管，放入。反应时间到，把白色盖空白管放入。




7. 按ZERO，显示 0.00 mg/L $Cr^{6+}$ Underrange。



8. 擦干净比色管，放入样品适配器，按READ，结果显示 mg/L Cr6+。

干扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 氯离子 | 1000 mg/L |
| 钙离子 | 125mg/L |
| 镁离子和铵离子 | 100mg/L |
| 锌、镍、钴、镉离子 | 50mg/L |
| 铜、铁离子 | 10mg/L |
| 锡离子 | 1mg/L |

高浓度的铁、铜和氧化还原物质会引起负误差，铅、汞、锡会引起正误差。

**总铬 次溴酸铝法 (0.01 to 0.700 mg/L) （方法号：8024）**

1. 在 *HACH PROGRAM*下，选择总铬程序编号100，按START。

2. 往样品管中装入25mL样品。

3. 加入一包铬1号试剂粉包（预制试样）。混合。

4. 打开瓶盖，将预制试样放入沸水浴。

5. 按*TIMER ICON*，按OK，并开始5分钟的计时。

6.当计时器鸣叫时，取出预制试样。用流动的水冷却管至25 °C.

7. 加入一 包铬2号试剂粉包，混合。

8. 加入一包酸试剂粉包，混合。



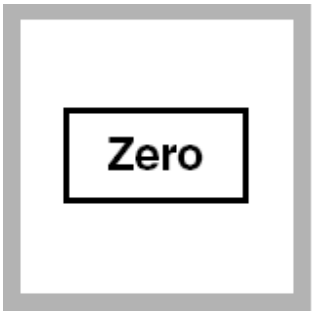
安恒公司 http://www.watertest.com.cn Tel:010-88018877(北京) 021-63176770(上海)

9. 加入一包ChromaVer 3 铬试剂粉包，混合。
注：如存在铬将呈紫色。
注：ChromaVer 3粉末的颜色将呈白色和黑色。如果颜色是棕色或绿色，重新换过粉末。不溶解粉末不影响精确性。

10. 按 *TIMER ICON*，按 OK，并开始 5 分钟的计时。

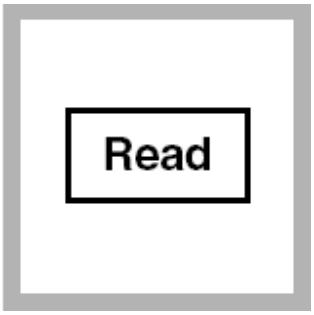
11. 当计时器鸣叫时，往另一个样品管中装入 25mL 样品（空白试样）。

12. 将它放入样品管槽。




13. 按 *ZERO*，屏幕显示：0.000 mg/L Cr。

14. 将预制试样放入样品管槽。




15. 按 READ，屏幕将显示铬的含量，单位为 mg/L。

干扰

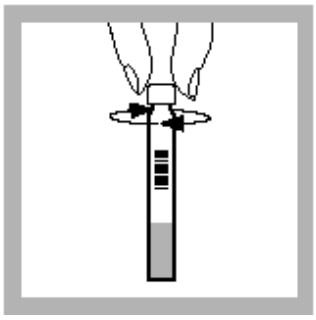
表1 干扰物质和建议的处理方法

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 铁 | 不干扰 |
| 高缓冲样品或极端样品pH | 可能超过试剂的缓冲能力，需要样品预处理，参阅1.3.1的“pH干扰”。 |
| 有机物质（大量） | 可能阻止三价铬的完全氧化。如果存在高水平有机物质，参阅第2部分的样品消化说明。 |

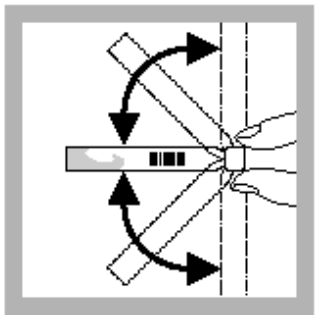
## 总铬0.03~1.00mg/L Tot-Cr　1，5-Diphentlcarbohydrazide UniCell™ Vials

1.在HACH PROGRAM下，选择程序编号803，屏幕显示：**803 Chromium, HCT 156，** 按Start。

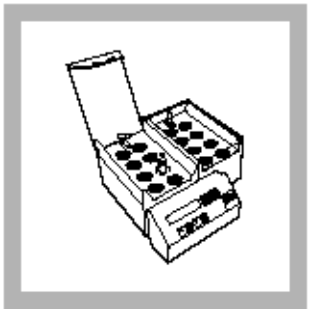
2.吸4mL样品到反应管。



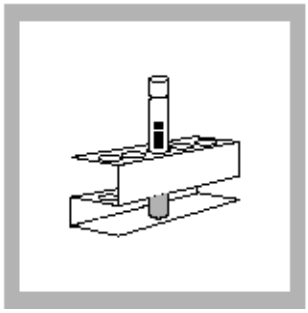
3. 盖上UniCap A（HCT 156 A）盖。（蓝盖）



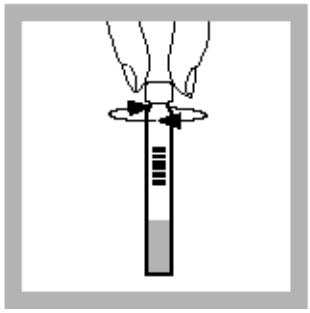
4.盖好反应管，倒转多次混合。



5. 把瓶放入加热器中100度加热一小时。

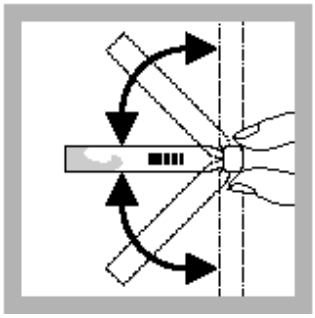


6. 加热后，从加热器中拿出，冷却到室温。

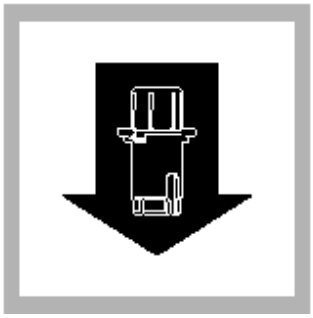


7. 盖上UniCap B（HCT 156 B）盖。（橙色盖）

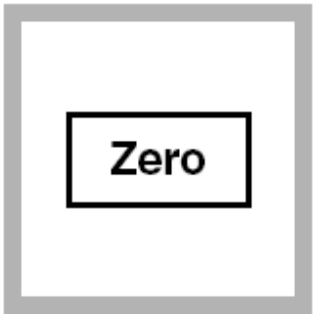
8. 按 timer icon，按 OK，十分钟反应计时。



9. 反应后，混合均匀。



10. 安装好 16-mm 样品适配器，反应时间到，空白管放入。




11. 按 ZERO，显示 0.00 mg/L Tot-Cr Underrange。

12. 擦干净比色管，放入样品适配器，按 READ，结果显示 mg/L Toc-Cr。

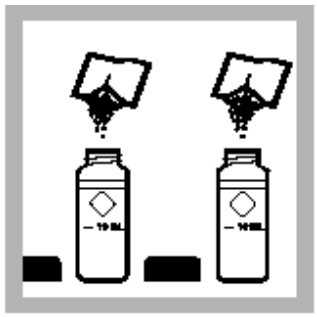
注：分析前应将样品 PH 调至 3-9；干扰见六价铬

## 钴　PAN法(0.01 to 2.00 mg/L)　（方法号：8078）

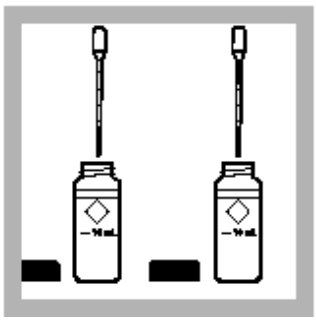
1. 在 HACH PROGRAM.下，选择钴法程序编号110，按START。

2. 往带玻璃塞的样品管中装入样品至10mL刻度线（预制试样）。
注：如果样品低于10 °C (50 °F),分析前加热到室温。

3. 往另一个带玻璃塞的样品管中装入去离子水至10mL刻度线（空白试样）。



4. 加入一包Phthalate-Phosphate试剂粉包到每个比色瓶中，盖上盖子。立即摇晃使溶解。
注：如果样品含有$Fe^{3+}$，在进行步骤5之前必须使所以的粉末完全溶解。

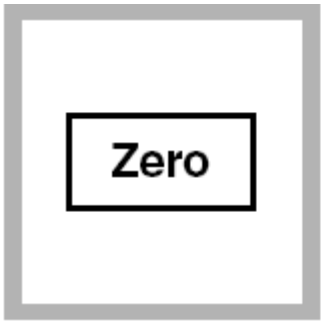


**5.** 加入0.5 mL的0.3%的PAN 指示剂溶液到每个比色瓶中。盖好，倒转多次混合。
注：使用塑料点滴器。

**6.** 按***timer icon***，按OK，开始3分钟反应计时。
注：颜色生成期间，样品溶液的颜色将会从绿色到深红，取决于样品中的化学组成。去离子水空白试样应为黄色。

7. 当计时器鸣叫时，加入一包EDTA试剂粉包到每个管中，盖上盖子。摇晃使溶解。

8. 将空白试样放入样品管槽。




9. 按ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L Co。

10.将预制试样放入样品管槽。

11．按READ，屏幕将显示钴的含量，单位为mg/L。

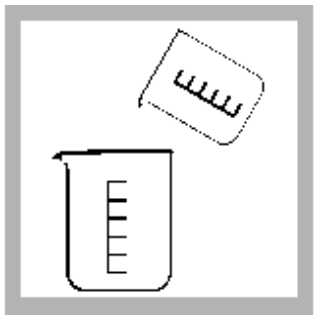
注：测量镍可用同样的样品制备程序，使用测量镍的程序，编号 340。测量镍的程序中必须有试剂空白。
有 EDTA 存在，需要消解。

干扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 铝 | 32 mg/ |
| 钙 | 1000 mg/L as $CaCO_3$ |
| 镉 | 20 mg/L |
| 氯离子 | 8000 mg/L |
| 三价铬 | 20 mg/L |
| 六价铬 | 40 mg/L |
| 铜 | 15 mg/L |
| 氟 | 20 mg/L |
| 二价铁 | 直接干扰，不能存在 |
| 三价铁 | 10 mg/L |
| 钾 | 500 mg/L |
| 镁 | 400 mg/L |
| 锰 | 25 mg/L |
| 钼 | 60 mg/L |
| 钠 | 5000 mg/L |
| 铅 | 20 mg/L |
| 锌 | 30 mg/L |
| 极端 PH 和缓冲液 | 需要前处理 |

**真色度和表观色度　Pt-Co标准法(0~ 500 单位)　（方法号：8025）**

1. 在 HACH PROGRAM下，选择455nm下色度程序编号120或465nm下色度程序编号125，按START。



2. 在400 mL大口杯中收集200-mL样品。看需要，用1.0N的HCl或1.0N的NaOH调节pH到7.6。

3. 装配过滤装置（0.45微米的膜过滤器，过滤架，过滤瓶和吸气瓶）。NCASI指定用0.8微米过滤器。

4. 用大约50mL的去离子水冲洗过滤器，弃去冲洗液。

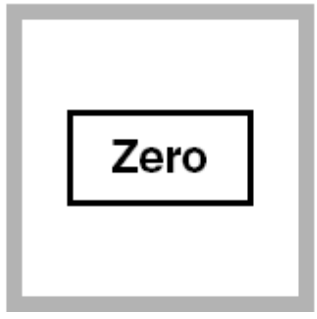
5. 再倒出大约50mL去离子水过滤。

6. 往样品管（空白试样）中装入10mL过滤过的去离子水，弃去多余的液体。

7. 倒出约 50 mL样品过滤。

8. 往另一个样品管中装入10mL过滤过的样品（预制试样）。

9. 将空白放入样品管槽。




10. 按 ZERO，屏幕显示：0 units Pt-Co。

11.将预制试样放入样品管槽。

12.按 READ，屏幕将显示 Pt-Co 的单位数。

注：*NCASI 程序需要调节pH。*
*当调节 pH 时，如总体积增加大于 1%，转用强酸或强碱。*
测量表观色度，不用过滤，省略步骤3、4、5和步骤7。
测量表观色度使用未过滤的去离子水作空白。

# DR/2400

# 铜离子的测量

**方法号：8506**　　**测量原理：双金鸡纳酸法**

**采用 粉枕 或者 安培瓶 方式测量**　　**测量范围：0.04-5.00 mg/L Cu**

**应用范围：测量河流水、污水、海水中的铜离子**　　***USEPA 认可的废水中铜离子的测量方法**

## Tips and Techniques

- 如果要测量总铜，则需要对水样进行销解。
- 本方法所采用的化学试剂对酸度非常敏感，如果水样是用酸保存的，则测量之前，需要使用 8N 的氢氧化钾将水样的 pH 值调节至 4-6。
- 为了得到准确的测量结果，在使用每一批新购置的试剂时，需要测量试剂的空白值，就是按照下面的步骤进行测量，只不过是用去离子水代替样品。将每批试剂的空白值从水样的测量结果中减去，才是水样中含有的亚硝酸盐的准确含量。详细的说明请柬仪器的操作手册。
- 如果水样中存在铜离子，加入试剂后，水样的颜色会变成紫色的。
- 溶解不完全的试剂粉末不会影响测量的准确度。

## Powder Pillows　　Method 8506

1．开机进入 DR2400 操作界面，点击“**Hach Program**”，选择“**135 Copper, Bicin**”，按“**Start**”

2．在圆形的样品瓶中加入 10ml 的待测水样

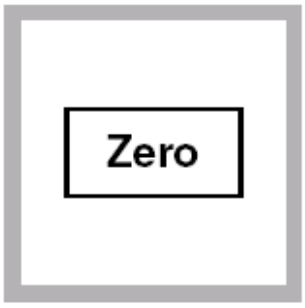
3．在样品池中加入一份 CuVer1 铜试剂粉末，摇晃至试剂完全溶解

4．点击定时器图标，点击“**OK**”，反应 2 分钟



安恒公司　http://www.watertest.com.cn　Tel:010-88018877(北京)　021-63176770(上海)

5. 当定时器发出蜂鸣声后，在第二个圆形样品池中加入 10mL 水样，置入比色器中读数




6．点击“**Zero**”，屏幕显示“**0.00 mg/L Cu**”

7. 在定时器发出蜂鸣声 30 分钟内，将检测样置入适配器中，读数

8．按“**Read**”键，仪器显示水样中的铜离子的测量结果

**干扰物质：**

如果希望能够测量出游离状态的铜离子，而不包括与其它化合物 (如 EDTA) 呈络合状态的铜，则不能使用 **CuVer 1** 试剂，而要在第三步使用只测量游离状态的铜离子的试剂，在水样中同时加入硫化氢试剂粉枕，而后重新读数。该结果就是包括游离状态的铜和络合状态的铜的总铜含量。与 **CuVer 1** 不同的是，**CuVer 2** 试剂包和安培瓶装的试剂可以直接测量水样中络合状态的铜的含量。

| 干扰物质 | 干扰物允许水平及对策 |
|---|---|
| 酸 | 如果水样的酸性过高(pH>2)，则会产生沉淀。可以滴加 8N 的氢氧化钾溶液，同时摇晃样品瓶以使沉淀物质溶解，而后可以继续操作步骤 2。 |
| 铝，$Al^{3+}$ | 如果有铝的干扰，则操作步骤同上面提到的一样，只不过需要在第三步时使用 **CuVer 2** 试剂 (Hach #21882-99) 代替 **CuVer 1** 试剂，得到的测量结果是总溶解铜，同时要使用 25mL 的样品池。 |
| 氰化物，$CN^-$ | 水样中的氰化物会阻止正常颜色的产生。在加入 **CuVer 1** 试剂之前，在 10mL 水样中加入 0.2mL 的甲醛 (Hach #2059-32) 溶液，反应时间延长为 4 分钟。所得的测量结果要除以 1.02 以消除体积变化的影响。 |
| 硬度， | 如果有硬度的干扰，则操作步骤同上面提到的一样，只不过需要在第三步时使用 **CuVer 2** 试剂 (Hach #21882-99) 代替 **CuVer 1** 试剂，得到的测量结果是总溶解铜，同时要使用 25mL 的样品池。 |
| 铁离子，$Fe^{3+}$ | 如果有铁的干扰，则操作步骤同上面提到的一样，只不过需要在第三步时使用 **CuVer 2** 试剂 (Hach #21882-99) 代替 **CuVer 1** 试剂，得到的测量结果是总溶解铜，同时要使用 25mL 的样品池。 |
| 银离子，$Ag^+$ | 如果水样中一直有浊度，并且逐渐变黑，可以初步判断有银的干扰。在 75mL 水样中加入 10 滴饱和的氯化钾溶液 (Hach #765-42)，使用细的滤纸过滤，而后使用过滤后的水样进行测量。 |

**水样的采集、保存和存放：**

采集水样于干净的用酸清洗过的塑料或玻璃瓶中，加入 (每升水样大约 2mL) 浓硝酸 (Hach #2540-49) 将水样的 pH 值调节到小于 2，在室温下可以保存 6 个月。在进行测量之前，再用 8N 的氢氧化钾 (Hach #282-32) 将水样的 pH 值调节到 4-6，注意不要低于 6，否则铜离子会产生沉淀。最终的测量结果需要根据体积的变化进行校正。

## 方法的有效性：

采用 1.000 mg/L 的铜标准溶液进行测试，结果如下：

**精确度：**

| 程序号 | 可信度为 95%的测量结果 |
|---|---|
| 135 | 0.96-1.04 mg/L Cu |
| 140 | 0.96-1.04 mg/L Cu |

**灵敏度：**

| 程序号 | 曲线的部分 | 吸光度的变化 ΔAbs | 浓度的变化 |
|---|---|---|---|
| 135 | 全量程 | 0.010 | 0.04 mg/L Cu |
| 140 | 全量程 | 0.010 | 0.04 mg/L Cu |

## 方法小结：

水样中的铜离子与 CuVer 1 或者 CuVer 2 中含有的双金鸡纳酸反应生成一种紫色的络合物，颜色的程度与铜离子的含量成正比。测量在 560nm 处进行。

| 名称 | 一次测量的用量 | 每个包装的量 | 货号 |
|---|---|---|---|
| CuVer1 铜粉末试剂 | 1 袋 | 100 袋/包 | 21058-69 |
| CuVer 2 AccuVac 安培瓶装铜试剂 | 1 支 | 25 支/盒 | 25040-25 |
| **需要的附件** | | | |
| 50ml 烧杯 | 一个 | 一个 | 500-41 |
| 10mL 样品池，带盖 | 2 个 | 6 个/包 | 24276-06 |
| **需要的标准溶液** | | | |
| 100mg/L Cu 标准液 | | 100mL | 128-42 |
| 安培瓶装标准溶液，12.5mg/L | | 16 支/盒 | 21126-10 |

**铜　叶啉法 LR(2 ~210.0 µg/L)　（方法号：8143）**

1. 在 HACH PROGRAM下，选择程序编号145，按START。

2. 往两个圆形比色瓶中倒入10mL样品。

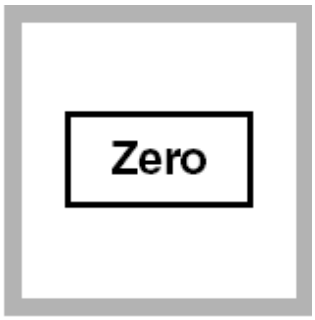
3. 加入一包Copper Masking试剂粉包到其中一个比色瓶中（空白试样）。混合使溶解。
注：另一个比色管为待测样品。

4. 加入一包Porphyrin 1试剂粉包到每个比色管中。混合使溶解。

5. 加入一包Porphyrin 2试剂粉包到每个比色管中。混合使溶解。
注：黄色会立即变成蓝色。如存在铜，样品会重新变回黄色。

6.按 TIMER ICON，按OK，开始3分钟计时。

7.当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色管槽。




8.按 ZERO，屏幕显示：0.0 µg/L Cu。

9．将待测样品放入比色管槽。

10．按READ，屏幕将显示铜的含量，单位为μg/L 。

注：如果所分析的样品含高水平的金属，在管壁上会出现少量的金属沉淀物或黄色的聚集物。用以下所述的清洗方法将其除去。
注：用洗涤剂清洗所有的玻璃仪器。用自来水冲洗，再用1：1的硝酸溶液冲洗，用不含铜的去离子水第三次冲洗。

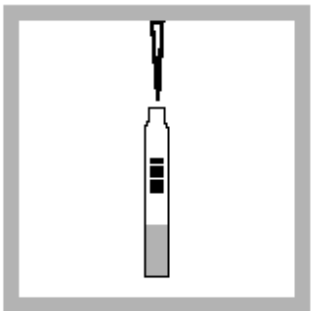
**干扰**
以下物质超过所列范围干扰。

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| Al3+ | 60 mg/L |
| Ca2+ | 1500 mg/L |
| Cd2+ | 20 mg/L |
| 螯合剂 | 所有水平上干扰除非进行digesdahl 或强烈消化。 |
| Cl- | 90，000 mg/L |
| Co2+ | 100 mg/L |
| Cr6+ | 110 mg/L |
| F- | 30，000 mg/L |
| Fe2+ | 6 mg/L |
| Fe3+ | 10 mg/L |
| K+ | 60，000 mg/L |
| Mg2+ | 10，000 mg/L |
| Hg2+ | 3mg/L |
| Mn2+ | 140 mg/L |
| Mo6+ | 11 mg/L |
| Na+ | 90，000 mg/L |
| Pb3+ | 3 mg/L |
| Zn2+ | 9mg/L |
| 高缓冲样品或极端样品pH值 | 可能超过试剂的缓冲能力而需要样品预处理，参阅1.3.1的“pH干扰”。 |

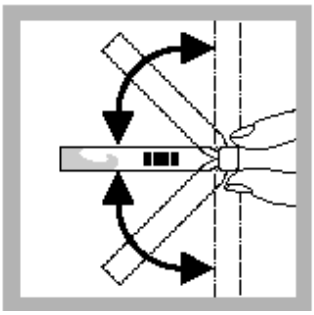

安恒公司 http://www.watertest.com.cn Tel:010-88018877(北京) 021-63176770(上海)

## 铜 Bathocuproine Method　UniCell™ Vials (0.10 to 6.00 mg/L)

1. 按Hach Programs, 选择程序**146 Copper, HCT 163，**按START。

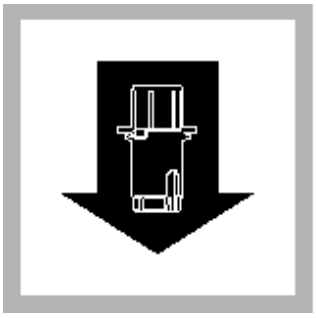


2. 吸4ml样品到比色瓶中。

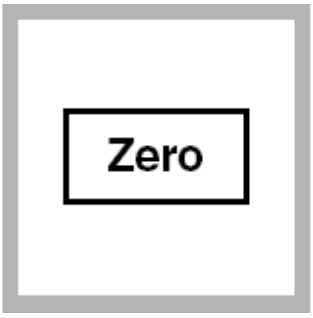


3. 盖上盖子，混合均匀至完全溶解。

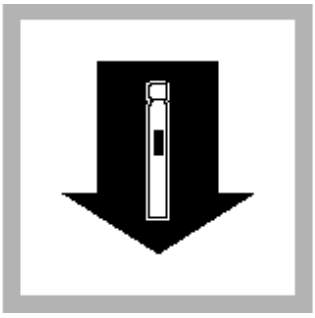
4. 按Timer icon, 按OK，开始三分钟反应。



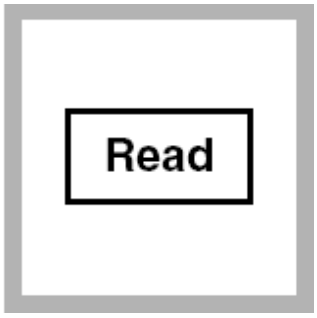
5. 安装16-mm适配器，当反应时间到，放入空白瓶。




6. 按ZERO，显示0.00 mg/L Free Cu underrange.



7. 擦干净样品瓶，放入适配器中。




8. 按READ，结果显示Cu mg/L。

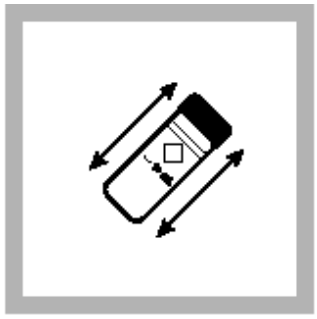
注：不溶解铜和复合铜必须用金属处理包（HCT200）消解，该程序可测总铜，范围是0.12-7.20 mg/L。
注：分析前要调PH至3-9，温度保证15-25度。

**氰化物　吡啶-吡唑啉铜法 (0.001 to 0.240 mg/L $CN^-$)　（方法号：8027）**

1. 在 HACH PROGRAM下，选择氰化物法程序编号160，按START。

2. 用量筒量取10mL样品到比色管中。

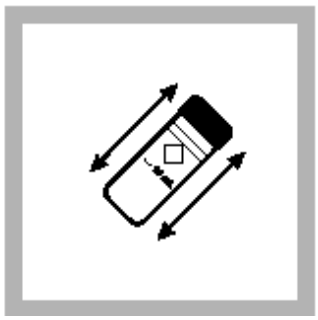
3. 加入一包CyaniVer 3 氰化物试剂粉包。盖上比色管。



4. 摇晃比色瓶30秒。

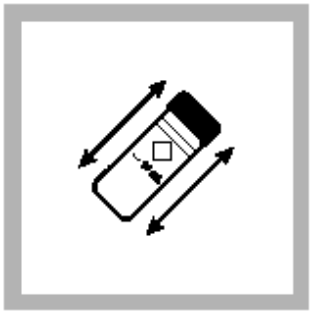
5. 再等待30秒，让比色管静置。

6. 加入一包CyaniVer 4氰化物试剂粉包，盖上比色管。



7. 摇晃比色管10秒。立即进行步骤9。
注：加入CyaniVer 4氰化物试剂粉包后30秒内不加入CyaniVer 5氰化物试剂粉包会导致结果偏低。

8. 加入一包CyaniVer 5 氰化物试剂粉包，盖上管。



9. 强烈摇晃管。注：如存在氰化物，将呈粉红色。

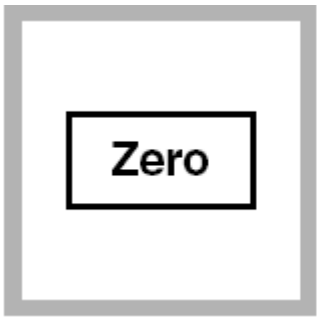
10. 按 TIMER ICON，按OK，开始30分钟计时。样品会从粉红色变成蓝色。

11. 当计时器鸣叫时，往另一个比色管（空白试样）中装入10mL样品。

12. 将空白试样放入比色管槽。



安恒公司　http://www.watertest.com.cn　Tel:010-88018877(北京)　021-63176770(上海)




13. 按 ZERO，屏幕显示：0.000 mg/L $CN^-$。

14. 将待测样品放入比色管槽。

15. 屏幕将显示氰化物的含量，单位为mg/L。

注：样品低于 23 °C需要长些的反应时间，超过 25 °C的样品会有偏低的结果。
注：2-8步必须严格按要求的时间去做。

**干扰**

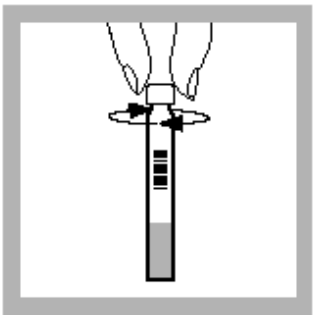
**表 干扰物质和建议的处理方法**

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 氯 | 样品内大量的氯会在加入CyaniVer 5试剂后产生乳白色沉淀。如果已知有氯或其他氧化剂存在，测试前预处理样品，使用本表格中对氧化剂的处理方法。 |
| 金属 | 不超过1mg/L的镍或钴不干扰。在步骤4 加入CyaniVer 3氰化物试剂粉包前往样品中加入一包HexaVer螯合试剂粉包并在混合除去20 mg/L以内的铜和5 mg/L以内的铁的干扰。在步骤14准备去离子水试剂空白和试剂对仪器调零。 |
| 氧化剂 | a)用2.5N的盐酸标准溶液调节 25mL 碱性样品到 pH 7–9，数出加入多少滴酸。<br>b) 在样品中加入两滴碘化钾溶液和两滴淀粉指示剂溶液。混合。如果存在氧化剂，样品会变蓝。<br>c) 滴加亚砷酸钠溶液直到样品变为无色。每加一滴都充分摇晃溶液。数出滴下多少滴溶液。<br>d) 取另一份25mL样品，并加入与步骤a中所加入相同滴数的盐酸标准溶液。<br>e) 从步骤c中所滴加的亚砷酸钠的总滴数中减去一滴，加入样品中并充分混合。继续氰化物程序的步骤4。 |
| 还原剂 | a)用2.5N的盐酸标准溶液调节 25mL 碱性样品到 pH 7–9，数出加入多少滴酸。<br>b) 在样品中加入四滴碘化钾溶液和四滴淀粉指示剂溶液。混合。样品应为无色。<br>c) 滴加溴水溶液直到样品出现蓝色。每加一滴都充分摇晃溶液。数出滴下多少滴溶液。<br>d) 取另一份25mL样品，并加入与步骤a中所加入相同滴数的盐酸标准溶液。<br>e)加入与步骤c中所滴加总滴数一样的亚砷酸钠到样品中并充分混合。<br>f) 继续氰化物程序的步骤4。 |
| 浑浊 | 浑浊度高会导致读数偏高。在步骤3和12前过滤高浑浊的样品，使用“可选择的装置和仪器”所列的仪器。所得的结果就为可溶的氰化物。 |

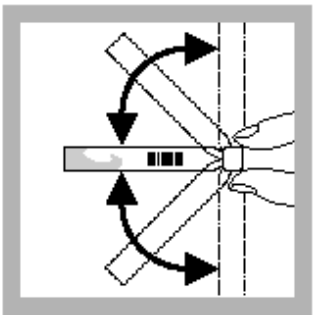
## 氰 Cyanogen Chloride*  UniCell™ Vials (0.01 to 0.50 mg/L CN–)

1.在HACH PROGRAM下，选择程序编号813，屏幕显示：**813 Chromium, HCT 129，** 按Start。

2.吸2mL样品到反应管。



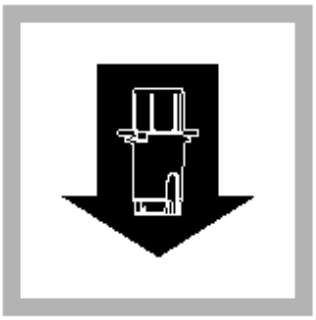
3. 盖上UniCap A（HCT 129 A）盖。（灰白色盖）



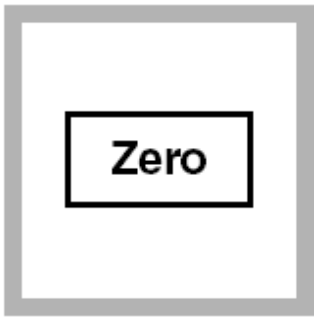
4.盖好反应管，倒转多次混合至完全溶解。

5.吸2ml嘧啶-盐酸B(HCT129 B)入比色管，盖盖，混合。

6. 按Timer icon，按OK，开始八分钟反应。反应中继续摇晃管混合。

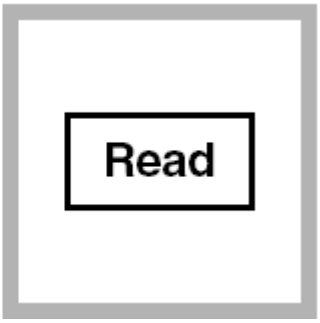


7. 安装16-mm适配器。反应时间到，把白色盖的空白管放入适配器。




8. 按ZERO，显示0.00 $CN^-$ underrange 。

9. 把样品管放入适配器。




10. 按READ，显示氰的浓度mg/L。

注：样品必须用玻璃和塑料瓶快迅采集。
分析前用硫酸把样品调至PH 0-7
保证分析温度在15-25度之间。



安恒公司 http://www.watertest.com.cn Tel:010-88018877(北京) 021-63176770(上海)

氰尿酸　浊度法 （5-50mg/L） **（方法号：8139）**

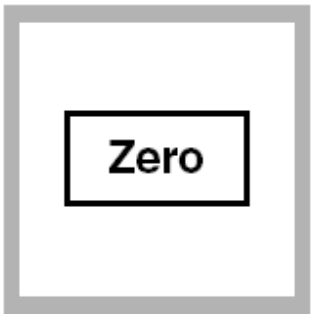
1. 在Hach Programs下，选择**170 Cyanuric Acid**，按START。

2. 在圆形比色瓶中加入25ml样品。

3. 加入Cyanuric Acid 2试剂，混合。（待测样品）

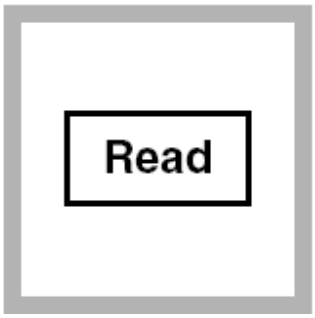
4. 按Timer icon, 按OK，开始三分钟反应。

5. 用另一个比色瓶，装入25ml样品，放入适配器中，作空白样。




6. 按ZERO，显示 **0mg/L Cyan Acid**

7. 在反应时间到后7分钟内把待测样品放入机内。




8. 按READ， 得到氰尿酸浓度 mg/L。

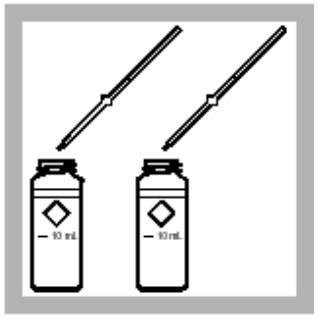
注：分析前应除去高混浊物，反应时如有氰尿酸存在，会产生白色混浊物。

## 氟 SPADNS Method 0.02-2.0mg/L $F^-$ （方法号：8029）

1. 在 HACH PROGRAM 下选择：190 Fluoride ，按 START。

2. 将比色瓶注入 10.0ml 的样品。(待测样品)

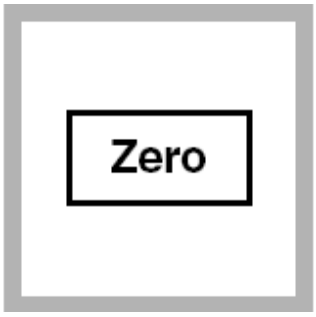
3.加入 10.0ml 去离子水到第二个比色瓶中。（空白样）



4.在每个比色瓶中加入 2.0ml SPADNS 试剂，摇均匀。

6、按 TIMER ICON，按 OK，开始计时 1 分钟，让试剂反应。

7、将试样瓶放入适配器中。




8、按ZERO归零，屏幕会出现0.00 mg/L $F^-$。

9、将试样置入适配器，即可测得 mg/L $F^-$浓度。

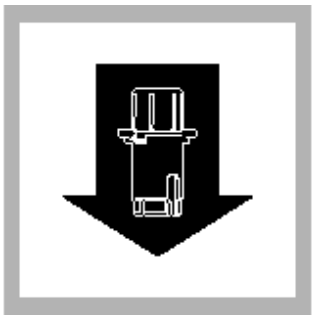
### 干扰

该测试对少量干扰敏感。玻璃仪器必须很干净（每次使用前用酸清洗）。推荐在测试时使用相同的玻璃仪器以确保结果准确。

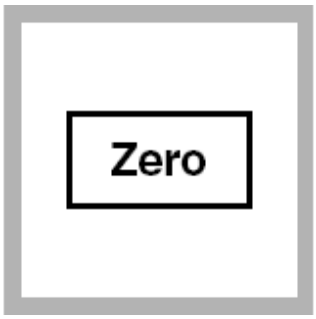
| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 碱度(CaCO3) | 5000 mg/L水平，引起-0.1 mg/L $F^-$错误。 |
| 铝 | 0.1 mg/L水平，引起-0.1 mg/L $F^-$错误。要检测铝的干扰，试剂加入后每一分钟读一次读数，然后15分钟后再读一次。浓度读数的不断升高表明有铝干扰。等待2小时后读最后读数，这可除去3.0 mg/L以内的铝的干扰。 |
| 氯化物 | 7000 mg/L水平，引起+0.1 mg/L $F^-$错误 |
| 氯 | SPADNS试剂含有足够的亚砷酸盐以除去5mg/L以内的氯干扰。对较高的氯水平，加入一滴亚砷酸钠溶液到25mL样品中的每2 mg/L氯。 |
| 铁，三价铁 | 10 mg/L水平，引起-0.1 mg/L $F^-$错误 |
| 磷酸盐，正磷酸盐 | 16 mg/L水平，引起+0.1 mg/L $F^-$错误。 |
| Sodium Hexametaphosphate | 1.0 mg/L水平，引起+0.1 mg/L $F^-$错误。 |
| 硫酸盐 | 200 mg/L水平，引起+0.1 mg/L $F^-$错误。 |

## 氟 SPADNS UniCell™ Vials (0.10 to 1.50 mg/L F–)

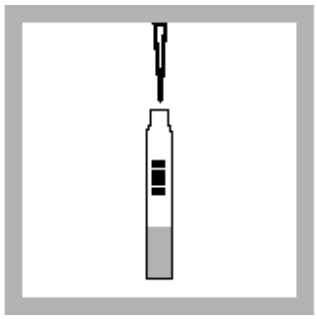
1.在Hach Programs下，选择810 Fluoride, HCT 132, START。



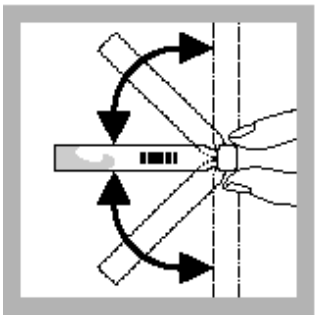
2.安装16mm适配器。擦净比色管，放入。




3. 按 ZERO，显示 0.00 F- underrange。



4. 打开管盖，加5ml样品。



5. 盖上盖子，摇晃混合。

6. 按 Timer icon，按 OK,开始 1 分钟反应。

7. 放入反应管。

8. 按 READ，显示 F-浓度 mg/L。

注：分析前要用盐酸把样品调至 PH1-11。

# DR/2400 甲醛的测量方法

**方法编号：8110**　　**测量方法：MBTH (3-甲基, 2-苯基腙) 法**

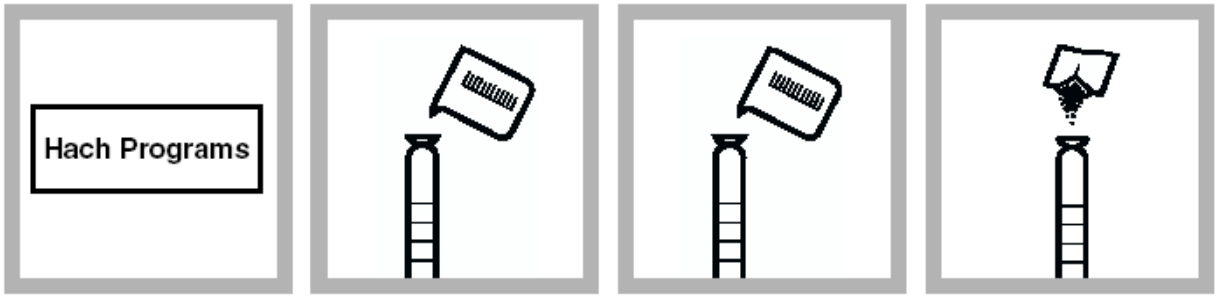
**采用粉枕方式测量**　　**测量范围：3-500 ug/L**

**应用范围：水**

## Tips and Techniques

- 应迅速分析样品，请勿长期保存；
- 用铬酸清洗溶液（Hach #1233-49）清洗玻璃器皿，以清除微量污染物；
- 在每次将样品池放入仪器适配器前，需擦干样品池外壁，先用湿毛巾后用干毛巾将指纹及其他印记擦净；
- 从碱性高锰酸盐溶液（每 500 ml 水溶解 4g 氢氧化钠（Hach #187-34），2g 高锰酸钾（Hach #769-05））中蒸馏提取无甲醛水，舍弃前 50-100ml 蒸馏液，该无甲醛的水用于空白；

## Powder Pillows　　Method 8110




1．按“**Hach Programs**”选择程序“**200 Formaldehyde**”，按“**Start**”

2. 从 50ml 量筒中精确测量 25ml 样品作为检测样

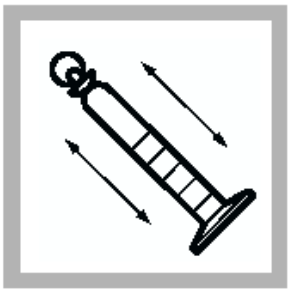
3．从第二个 50ml 量筒中精确测量 25ml 无甲醛水作为空白样

4．在空白样中加入一剂 **MBTH** 粉枕试剂，将量筒塞上塞子



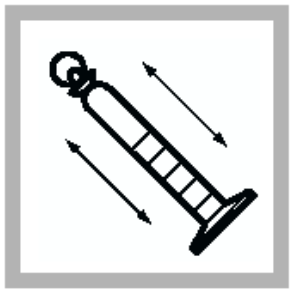
安恒公司　http://www.watertest.com.cn　Tel:010-88018877(北京)　021-63176770(上海)

5．迅速点击定时器图标，反应 17 分钟，在定时器启动的同时立即开始步骤 6，必须在指定的反应时间内完成步骤 6－11

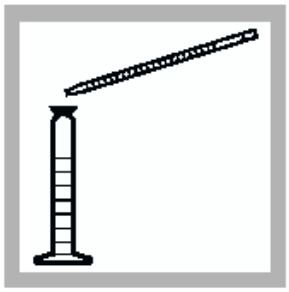


6. 反应周期开始后，立刻来回剧烈摇晃量筒（空白样）20 秒钟，不必等定时器发出蜂鸣

7．当定时器显示 **15：00** 后，在检测样量筒中加入一剂 MBTH 粉枕试剂



8. 塞上量筒的塞子，剧烈摇晃 20 秒钟

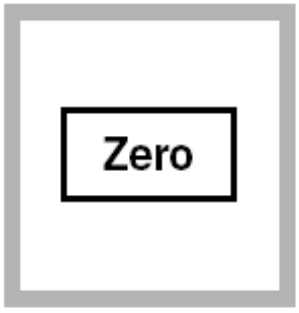


9. 当定时器显示 **12：00**，在空白样量筒中加入 2.5ml 低量程甲醛显影液，塞上塞子，倒置混合

10．当定时器显示 **10：00**，在检测样量筒中加入 2.5ml 低量程甲醛显影液，塞上塞子，倒置混合

11．在定时器刚显示 **2：00**19 前，将空白样缓缓倒入样品池，防止在池壁上上产生气泡，如有气泡，则需摇晃以消除

12．迅速擦干空白样品瓶外壁，将其置入适配器




13．当定时器显示 2：00，点击“**Zero**”，屏幕显示“**0.00 ug/L $CH_2O$**”

14．将检测样倒入样品池，擦干样品池，将其置入适配器

15．当定时器发出蜂鸣，按“**Read**”，读数

---

**干扰物质：**

| 干扰物质 | 干扰物允许水平及对策 |
|---|---|
| 醋酸盐 | 大于 1000 mg/L |
| 水合醛 | 只要存在就有干扰 |
| 氨氮 | 大于 10 mg/L |
| 苯胺 | 大于 10 mg/L |
| 重碳酸盐 | 大于 1000 mg/L |
| 钙 | 大于 3500 mg/L |
| 碳酸盐 | 大于 500 mg/L |
| 氯化物 | 大于 5000 mg/L |
| 铜 | 大于 1.6 mg/L |
| 环己胺 | 大于 250 mg/L |
| 乙胺醇 | 大于 33 mg/L |
| 乙二胺 | 大于 1.5 mg/L |
| 葡萄糖 | 大于 1000 mg/L |
| 氨基乙酸 | 大于 1000 mg/L |
| 铁（$Fe^{3+}$） | 大于 12 mg/L |
| 铅 | 大于 100 mg/L |
| 锰 | 大于 500 mg/L |
| 汞 | 大于 70 mg/L |
| 吗啉 | 大于 0.36 mg/L |
| 硝酸盐 | 大于 1000 mg/L |
| 亚硝酸盐 | 大于 8 mg/L |
| 苯酸 | 大于 1050 mg/L |
| 磷酸盐 | 大于 200 mg/L |

| | |
|---|---|
| 硅 | 大于 40 mg/L |
| 硫酸盐 | 大于 10000 mg/L |
| 尿素 | 大于 1000 mg/L |
| 锌 | 大于 1000 mg/L |

**方法的有效性：**

采用 300 ug/L 的甲醛标准溶液进行测试，结果如下：

精密度：

| 程序号 | 可信度为 95%的测量结果 |
|---|---|
| 89 | 285－315 ug/L $CH_2O$ |

灵敏度：

| 曲线的范围 | 吸光度的变化 △ Abs | 浓度的变化 |
|---|---|---|
| 全量程 | 0.010 | 0.09 mg/L $CL_2$ |

**方法小结：**

甲醛与 MBTH (3-甲基，2-苯基腙) 及显影液反应，产生蓝色，并且色度与浓度成正比，测量在 630nm 处进行。

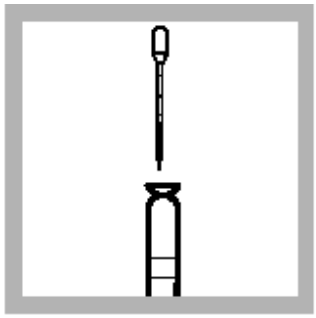
**试剂：**

| **名称** | **一次测量的用量** | **每个包装的量** | **货号** |
|---|---|---|---|
| 甲醛试剂包（100 次测量），包括： | | | 22577-00 |
| 低量程甲醛测量用发色剂 | 5mL | 500mL | 22572-49 |
| MBTH 粉枕包 | 2 份 | 100 份/袋 | 22571-69 |
| 仪器： | | | |
| 剪刀，以打开粉枕包 | 1 | 一个 | 968-00 |
| 50ml 量筒 | 2 | 一个 | 1896-41 |
| 5mL 血清吸管 | 1 | 一个 | 532-37 |
| 吸管漏斗 | 1 | 一个 | 14651-00 |
| 10 mL 样品池 | 2 | 6 个/包 | 24276-06 |
| 标准液： | | | |
| 4000 mg/L，10ml 安瓿瓶装甲醛标液 | 1 支 | 16 支/盒 | 22573-10 |

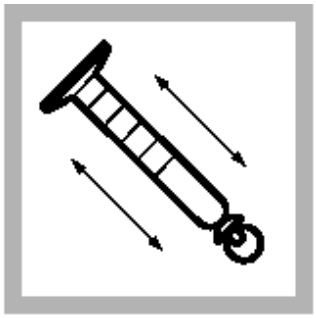
**硬度　钙和镁; CLG，比色法（0.07 to 4.00 mg/L Ca 和 Mg 以 $CaCO_3$计）　（方法号：8030）**

1. 在 HACH PROGRAM下，选择硬度程序 225 Hardness, Mg。

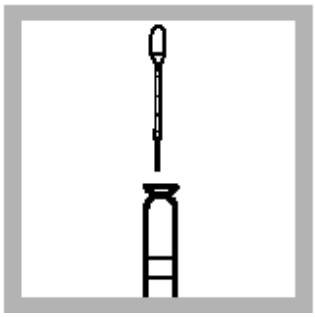
2.将 100 mL样品倒入100mL的混合量筒中。



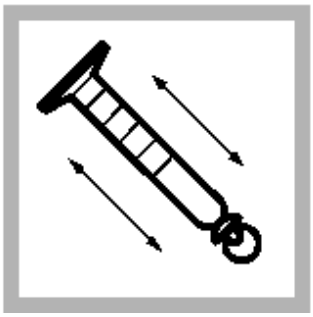
3.用1.0mL的测量点滴器加入1.0 mL钙镁指示剂溶液



4.盖上盖子，倒转多次混合。



5. 用 1.0mL 的测量点滴器加入 1.0 mL 碱溶液。



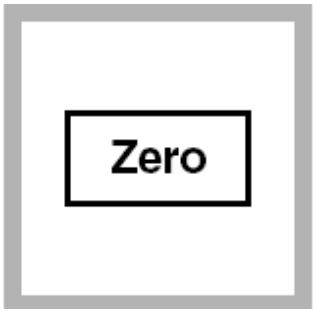
6. 盖上盖子，倒转多次混合。

7. 分别在三个比色管中倒入 25 mL 溶液。

8. 加入一滴1 M的EDTA溶液到比色管中（空白试样），混合。

9. 加入一滴1 M的EGTA溶液到比色管中（待测样品），混合。

10. 将空白放入比色管槽。




**11.** 按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L $CaCO_3$。

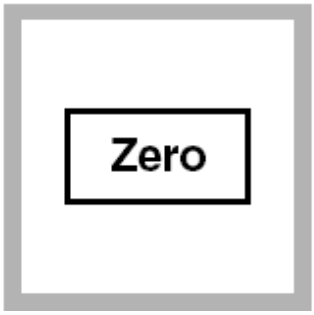
12. 将待测样品放入比色管槽，按READ，屏幕将显示镁（以碳酸钙的形式）的含量，单位为mg/L。该显示值即为样品中以 $CaCO_3$ 形式表示的镁含量。



安恒公司　http://www.watertest.com.cn　Tel:010-88018877(北京)　021-63176770(上海)

13.不取走比色管，记下结果。

14.按EXIT，然后选择钙硬度程序编号220 **Hardness, Ca**，按START。




15.按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L $CaCO_3$。

16. 将第三个比色管放入比色管槽。屏幕将显示钙（以碳酸钙的形式）的含量，单位为mg/L。钙结果为样品中以$CaCO_3$形式表达的钙的含量。*注：硬度（mg/L）相当于以$CaCO_3$计的Ca（mg/L）加上以$CaCO_3$计的Mg（mg/L）。*

干扰

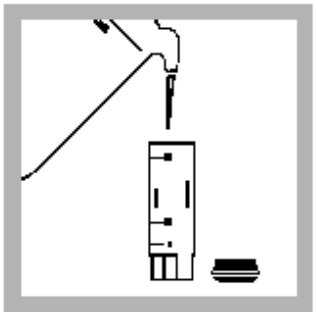
**表1 干扰物质和建议的处理方法**

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 铬(3+) | 大于0.25 mg/L |
| 铜(2+) | 大于0.75 mg/L |
| EDTA,螯合的 | 大于0.2 mg/L 的 CaCO3 |
| EDTA 或 EGTA | 残留在上次测试的比色管中的痕量物质将使结果出错。使用前彻底清洗比色管。 |
| 铁(2+) | 大于1.4 mg/L |
| 铁(3+) | 大于2.0 mg/L |
| 锰(2+) | 大于0.20 mg/L |
| 锌(2+) | 大于0.050 mg/L |
| 钙>1.0 mg/L；镁>0.25 mg/L | 为了得到最准确的钙测试结果，如果钙超过1.0，镁超过0.25 mg/L 的 CaCO3，用稀释过的样品重新测试。在这些浓度下没有必要重新测试。 |

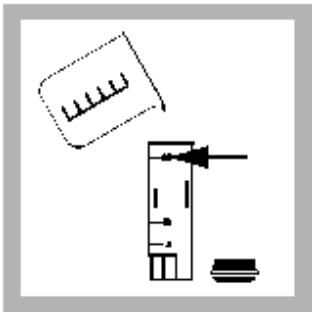
**总硬度 钙和镁 Chlorophosphonazo Colorimetric Method ULR, (1 to 1,000 µg/L Ca & Mg as $CaCO_3$) （方法号：8374）**

1. 在 HACH PROGRAM下，选择极低范围硬度程序编227 Hardness, Tot. ULR，按START。

2. 安装好适配器。

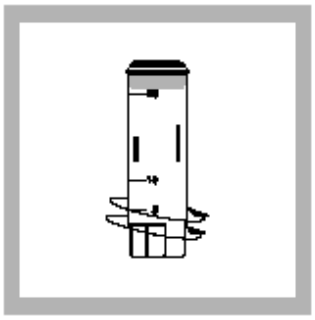


3. 用待测的水冲洗一个塑料比色管和盖子三次，不要让盖子的下部碰到管的表面以防污染。



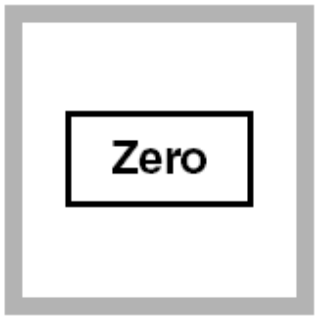
4. 往双波长比色瓶中装入样品至25mL刻度线。

5. 加入一包Chlorophosphonazo溶液粉包到比色管。注；粉包里留下少量粉剂，不会影响结果。

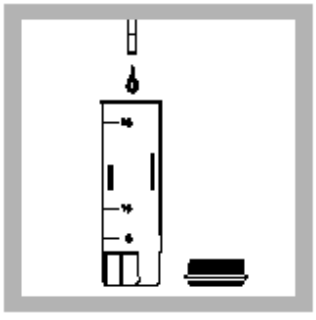


6. 盖上管盖，混合。

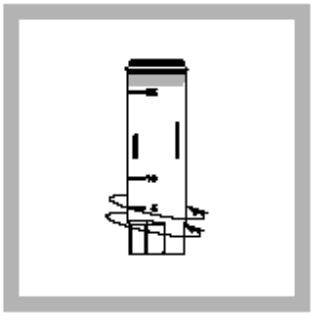
7. 安装双波长适配器，将空白比色管放入比色管槽。




8. 按 *ZERO*，屏幕显示：0 µg/L $CaCO_3$。

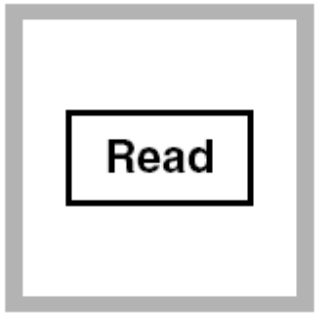


9. 从仪器中取出比色管。加入一滴极低范围硬度用的CDTA试剂。注：在1-2分钟内完成步骤10-11。



10.盖上管盖，混合。

8. 放入比色瓶，使用25mm波长。



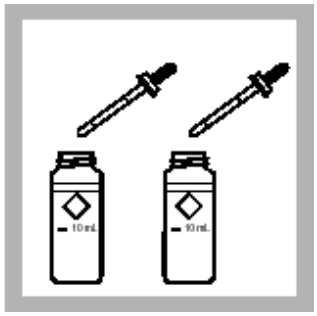

12. 按READ，屏幕将显示$CaCO_3$ 的含量，单位是µg/L。

**联氨　p-二甲氨基苯甲醛法(4 to 600.0 µg/L)　（方法号：8141）**

1. 在 HACH PROGRAM下，选择联氨程序 231 Hydrazine，按 START。
注：需马上分析样品。

2. 用量筒量取10 mL 去离子水到比色管中（空白试样）。

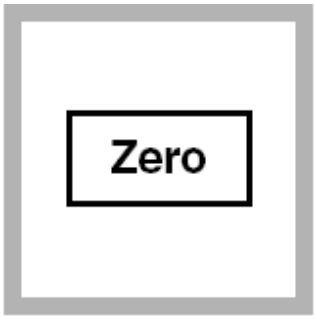
3. 用量筒量取10 mL 样品到另一个比色管中（待测样品）。
注：样品温度应为21 ±4 °C (70 ±7 °F)。



4.在比色管中各加入0.5 mL HydraVer 2 联氨试剂，混合。
注：如果存在联氨将显示黄色。
注：HydraVer 2联氨试剂会使空白试样显示微弱的黄色。

5. 立即按 TIMER ICON，按OK，开始12分钟的反应计时。在此期间，完成步骤6-8。

6. 将空白试样放入比色管槽。




7. 按 ZERO，屏幕显示：0.0 µg/L $N_2H_4$。

8. 将待测样品放入比色管槽，计时器鸣叫后，立即按READ，读出屏幕上显示的联氨的含量，单位µg/L 。

干扰

表1 干扰物质和建议的处理方法

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 氨 | 10 mg/L 以内的氨不干扰， 20 mg/L时可引起正干扰达到20%。 |
| 深色或浑浊样品 | 将一部分样品中的联氨用1：1的去离子水和普通漂白剂的混合物氧化制成空白溶液。加入一滴该混合剂到量筒中的25mL样品中并混合。在步骤3中使用该溶液代替去离子水来作为试剂空白。 |
| 吗啉 | 10 mg/L以内不干扰。 |

**碘 DPD 法 (0.07 to 7.00 mg/L) （方法号：8031）**

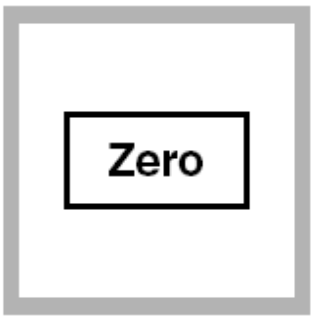
1. 在 HACH PROGRAM下，选择碘的程序编号240 Iodine ,按START。.
注；必须立即分析样品

2. 往比色管中装入10 mL样品。

3. 加入一包 DPD总氯粉包到比色管中（待测样品），混合。
注：如果存在碘将呈粉红色。

4. 按TIMER ICON，按OK，开始3分钟反应计时。

5. 往另一各比色管中装入10mL样品（空白试样），将它放入比色管槽。




6. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L $I_2$。

7. 计时器鸣叫后3分钟内，将待测样品放入比色管槽。

8. 按READ，屏幕将显示碘的含量，单位为mg/L 。
注：如果样品在加入试剂后突然变黄色，或屏幕显示OVER!，应稀释新的样品，重复测试。由于稀释会引起碘的损失，应用适当的稀释因子。



安恒公司 http://www.watertest.com.cn Tel:010-88018877(北京) 021-63176770(上海)

干扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
| --- | --- |
| 酸度 | 大于150 mg/L 的$CaCO_3$。可能导致生色不充分或颜色很快褪去。用1N的氢氧化钠中和到pH6-7。测定加入到每个单独样品中所用氢氧化钠用量，并在测试的样品中加入相同的量。校正体积的增加（参阅1.2.2部分之“体积增加的校正”）。 |
| 碱度 | 大于250 mg/L 的$CaCO_3$。可能导致生色不充分或颜色很快褪去。用1N的硫酸中和到pH6-7。测定加入到每个单独样品中所用硫酸的用量，并在测试的样品中加入相同的量。校正体积的增加（参阅1.2.2部分之“体积增加的校正”）。 |
| 溴 | 所有水平上均干扰。 |
| 氯和氯胺 | 所有水平上正干扰。 |
| 二氧化氯 | 所有水平上均干扰。 |
| 有机氯胺 | 可能干扰。 |
| 硬度 | 低于1000mg/L的$CaCO_3$不影响。 |
| 锰，氧化锰(Mn4+，Mn7+)或铬，氧化铬(Cr6+) | 1、调节样品pH到6-7。<br>2、加入3滴碘化钾溶液(30 g/L)到25mL样品中。<br>3、混合并等待一分钟。<br>4、加入3滴亚砷酸钠(5 g/L)并混合。<br>5、如程序中所述分析10mL处理过的样品。<br>6、从原始的分析结果中减去该测试的结果，得到正确的碘浓度。 |
| 臭氧 | 所有水平上均干扰。 |
| 过氧化物 | 可能干扰。 |
| 极端样品pH | 调节pH到6-7。 |
| 高缓冲样品 | 调节pH到6-7。 |

**铁 FerroZine 法(0.009 to 1.400 mg/L) （方法号：8147）**

1. 在 HACH PROGRAM下，选择铁的程序260 Iron, FerroZine ，按START。
注：尽可能快地分析样品，以防止空气将亚铁氧化为铁。

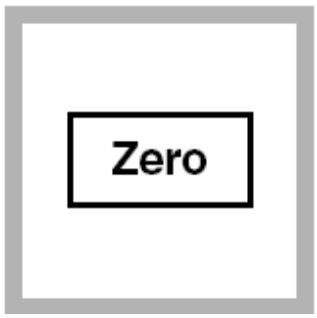
2. 往一个干净的比色管中装入25mL样品。
注：用1：1的盐酸溶液清洗玻璃仪器，然后用去离子水清洗。这样做可除去会引起结果偏高的铁沉淀物。

3. 加入一包FerroZine铁试剂粉包到比色管中（待测样品），混合。

4.按TIMER ICON.，按OK，开始5分钟计时。
注：如果存在铁，将呈紫罗兰色。

5. 往另一个比色管中装入25mL样品（空白试样）。

6. 当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色管槽。




7. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L Fe。

8. 将待测样品放入比色管槽，按READ，屏幕将显示铁的含量，单位为mg/L 。



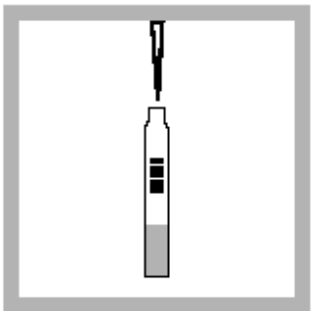
安恒公司 http://www.watertest.com.cn Tel:010-88018877(北京) 021-63176770(上海)

干扰

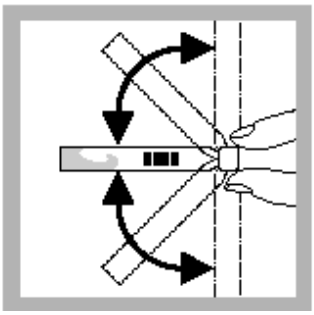
| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
| --- | --- |
| 强的螯合掩蔽剂(EDTA) | 所有水平上均干扰。对这些样品采用FerroVer 或TPTZ方法。低含量铁用TPTZ法。 |
| 钴 | 可能引起读数稍偏高。 |
| 铜 | 可能引起读数稍偏高。 |
| 氢氧化物 | 在步骤4加入FerroZine铁试剂到样品中，水浴煮沸一分钟。冷却到24 °C (75 °F)后继续步骤5。用去离子水补足样品体积为25mL。或采用第2部分“样品预处理”中的消化方法。 |
| 磁铁矿（四氧化三铁）或铁酸盐 | a) 往25-mL量筒中装入25 mL样品。<br>b) 将该样品转移到 125-mL的锥形瓶中。<br>c) 加入一包FerroZine铁试剂溶液粉包，混合。<br>d) 将锥形瓶放入加热板上加热至沸。<br>e) 继续煮沸 20到30分钟。<br>注：不要煮干。<br>注：如存在铁将呈现紫色。<br>a) 将已煮沸的样品倒入25-mL量筒中。用少量去离子水冲洗一下锥形瓶，将冲洗液也倒入量筒。<br>b) 用去离子水使样品体积达到25mL刻度线。<br>c) 将溶液倒入比色管，混合。<br>d) 继续步骤5-9或采用第2部分“样品预处理”中的消化方法。 |
| 铁锈 | 在步骤4加入FerroZine铁试剂到样品中，水浴煮沸一分钟。冷却到24 °C (75 °F)后继续步骤5。用去离子水补足样品体积为25mL。或采用第2部分“样品预处理”中的消化方法。 |

## 铁 1,10-Phenanthroline MethodUniCell™ Vials (0.10 to 5.00 mg/L)

1.按Hach Programs, 选择程序276 **Iron, HCT 159**，按START。

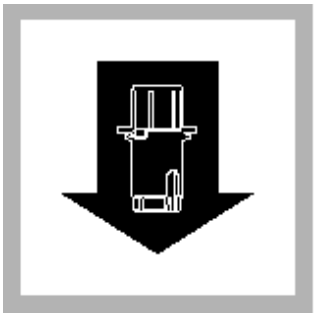


2. 吸4ml样品到比色瓶中。

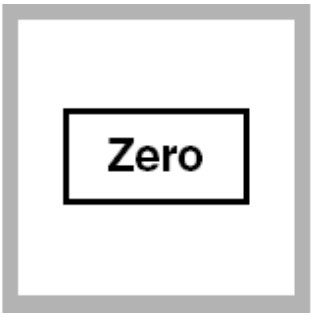


3. 盖上盖子，混合均匀至完全溶解。

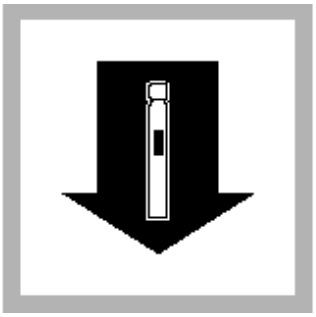
4. 按Timer icon, 按OK，开始十五分钟反应。



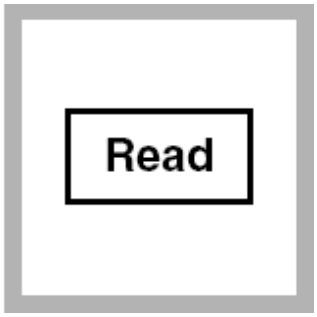
5. 安装16-mm适配器，当反应时间到，放入空白瓶。




6. 按ZERO，显示0.00 mg/L Free Fe underrange.



7. 擦干净样品瓶，放入适配器中。




8. 按READ，结果显示Free Fe mg/L。

注：不溶解铁和聚合铁需要前处理包消解（HCT200），可测总铁，范围是0.12-6.00mg/L。

## 亚铁　1,10-菲绕啉法（0.02 to 3.000 mg/L）　（方法号：8146）

1. 在 HACH PROGRAM下，选择亚铁的程序255 Iron, Ferrous，按START。
注：尽可能快地分析样品，以防止空气将亚铁氧化为铁。

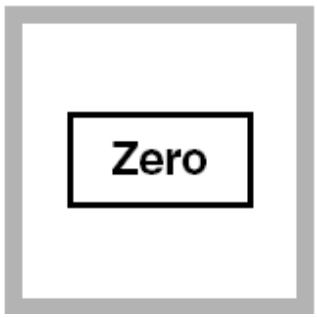
2. 往一个干净的比色管中装入25mL样品。

3. 加入一包亚铁试剂粉包到比色管中（待测样品），混合。

4.按TIMER ICON.，按OK，开始3分钟计时。
注：如果存在铁，将呈橙色。

5. 往另一个比色管中装入25mL样品（空白试样）。

6. 当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色管槽。




7. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L Fe。

8. 将待测样品放入比色管槽，按READ，屏幕将显示亚铁的含量，单位为mg/L 。

## 总铁　FerroVer 法 (0.02 to 3.000 mg/L) （方法号：8008）

1. 在 HACH PROGRAM下，选择铁的程序265 Iron, FerroVer，按START。

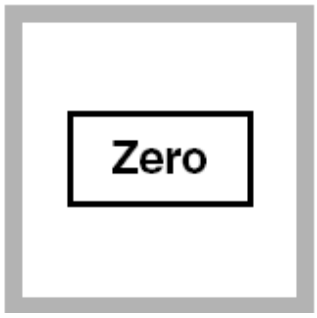
2. 往一个干净的比色管中装入10mL样品。

3. 加入一包FerroVer铁试剂粉包到比色管中（待测样品），混合。

4.按TIMER ICON.，按OK，开始3分钟计时。
注：如果存在铁锈，要反应5分钟。有铁存在，呈现橙色。

5. 往另一个比色管中装入10mL样品（空白试样）。

6. 当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色管槽。




7. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L Fe。

8. 将待测样品放入比色管槽，按READ，屏幕将显示铁的含量，单位为mg/L 。

### 干扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 镁/钙，$Ca^{2+}$ | 少于10,000 mg/L没有干扰。 |
| 氯化物， | 少于185,000 mg/L没有干扰。 |
| 铜 | 不干扰。FerroVer试剂中含有掩蔽剂。 |
| 高水平铁 | 抑制颜色生成。稀释样品重新测试校正结果。 |
| 氧化铁 | 需要中、强或Digesdahl消化。消化后，用氢氧化钠调节pH3-5，然后分析。 |
| 钼酸盐、钼 | 少于50 mg/L的钼没有干扰。 |
| 高水平硫化物，$S^{2-}$ | 1. 在通风橱等通风良好的地方进行。在250mL锥形瓶中加入5 mL HCl到100 mL 样品中。煮沸20分钟。2. 冷却，用氢氧化钠调节 pH 到 3–5 。用去离子水调节溶液体积为100 mL。3. 分析。 |
| 浑浊 | 1. 加入 一勺0.1 g 量的RoVer Rust Remover 到步骤3的空白试样中，混合。2. 用该空白试样对仪器调零。3.如样品仍然浑浊，加入3勺 0.2 g量的 RoVer 到75-mL样品中，静置5分钟。4. 用玻璃漏斗过滤或离心。.5. 在步骤3和6中使用过滤过的样品。 |
| 极端样品pH/高缓冲样品 | 调节pH到3-5。 |



安恒公司　http://www.watertest.com.cn　Tel:010-88018877(北京)　021-63176770(上海)

## 总铁 TPTZ法 (0.012 to 1.800 mg/L) （方法号：8112）

1. 在 HACH PROGRAM下，选择总铁的程序270 Iron, PTTZ，按START。

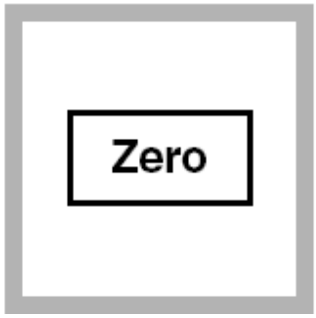
2. 往一个干净的比色管中装入10mL样品。（待测样品）
再往另一瓶中加入10ml去离子水。（空白样品）

3. 加入一包TPTZ铁试剂粉包到比色管中（待测样品），混合摇晃30秒，打开盖。

4.按TIMER ICON.，按OK，开始3分钟计时。期间做第5步。
注：有铁存在，呈现蓝色。

5.加入一包TPTZ铁试剂粉包到比色管中（空白样品），混合摇晃

6. 当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色管槽。




7. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L Fe。

8. 将待测样品放入比色管槽，按READ，屏幕将显示铁的含量，单位为mg/L 。

注：要调PH到3-4，不要超过5，否则引起铁沉淀。

## 干扰

用0.5 mg/L的铁溶液进行干扰测试。当有干扰存在时，颜色生成受到抑制或出现沉淀。测试表明以下物质在所列范围内不干扰。

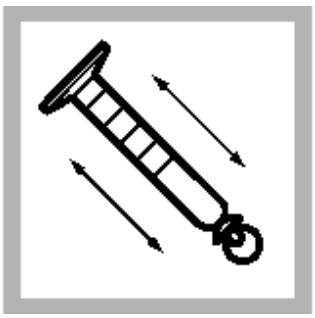
| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 镉 | 大于4.0 mg/L。 |
| 铬(3+) | 大于0.25 mg/L。 |
| 铬(6+) | 大于1.2 mg/L。 |
| 钴 | 大于0.05 mg/L。 |
| 颜色或浑浊 | 在粉包程序中，如果样品不加入TPTZ铁试剂粉包呈现的颜色或出现的浑浊比步骤7中的空白试样（去离子水加TPTZ铁试剂）更重的话，用该样品作为空白试样。 |
| 铜 | 大于0.6 mg/L。 |
| 氰化物 | 大于2.8 mg/L。 |
| 锰 | 大于50.0 mg/L。 |
| 汞 | 大于0.4 mg/L。 |
| 钼 | 大于4.0 mg/L。 |
| 镍 | 大于1.0 mg/L。 |
| 亚硝酸盐离子 | 大于0.8 mg/L。 |
| pH | 加入试剂后pH少于3或大于4的样品，会影响颜色的形成，引起已形成的颜色很快腿去或出现浑浊。在加入试剂前，在量筒中逐滴用不含铁的酸或碱，如1.0N的硫酸标准溶液或1.0N的氢氧化钠标准溶液将样品的pH调节为3到8之间，使用pH计或pH试纸。如果加入酸或碱的体积影响大，需要作体积校正。 |

## 总铁 FerroMo法 (0.01 to 1.800 mg/L) （方法号：8365）

1. 在HACH PROGRAM下，选择铁的FerroMo法程序编号275 Iron, FerroMo，按START。

2. 往50-mL量筒中装入50mL水，待测。

3. 加入一包FerroMo铁试剂1粉包到量筒中.



4. 盖好盖子，倒转多次使试剂溶解。此为待测样品。

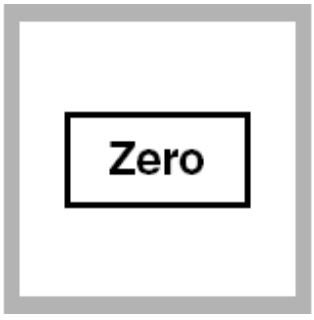
5. 往一个干净的配套的比色管装入待测样品至25mL刻度线。保留余下的25mL待测样品用于步骤8。

6. 加入一包FerroMo铁试剂2粉包到比色管，摇晃使试剂溶解。此为进一步的样品。
注：少量剩余试剂不影响结果。

7. 按TIMER ICON，按OK，开始3分钟计时。

8. 往另一个比色管中装入余下的25mL步骤5中的待测样品（空白试样）。

9. 当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色管槽。




10. 按ZERO，屏幕显示：0.000 mg/L Fe。

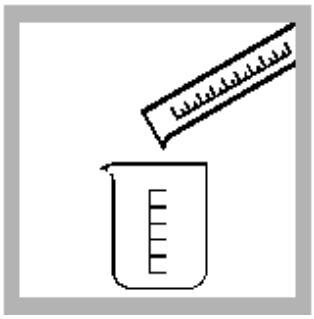
11.将进一步的样品放入比色管槽。

9. 按READ，屏幕将显示铁的含量，单位为mg/L。

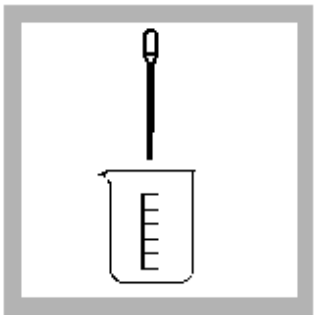
注：含有高水平钼酸盐(∈100 mg/L 的$Mo^{6+}$ or $MoO_4$)的样品，空白调零后立即对样品读数。
注：加入试剂后pH少于3或大于4的样品，会影响颜色的形成，在加入试剂前，在量筒中逐滴1.0N的硫酸标准溶液或1.0N的氢氧化钠标准溶液将样品的pH调节为3到5之间

## 铅　LeadTrak* Fast Column Extraction Method (5 to 150 µg/L)　（方法号：8317）

1. 在 HACH PROGRAM下，选择总铁的程序283 Lead, LeadTrak ，按 START。

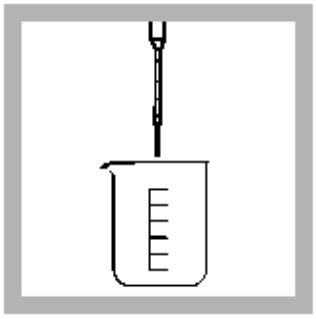


2. 往一个100mL的塑料量筒中装入100mL水，待测。将样品倒入250mL塑料大口杯。

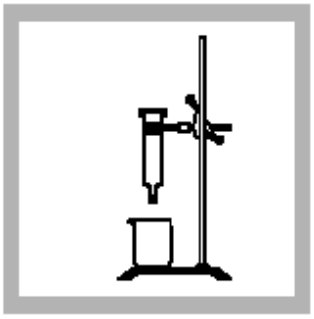


3. 用塑料的1-mL点滴器加入1.0 mL pPb-1 Acid Preservative 溶液到样品中，混合。

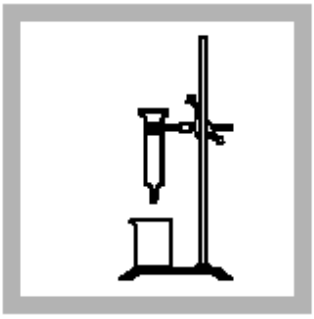
4.按TIMER ICON.，按OK，开始2分钟计时。



5. 当计时器鸣叫时，用另一个 1 mL 塑料点滴器加入 2.0 mL pPb-2 固定溶液，混合。



6. 将一个新的快速柱式萃取器放在环架上夹好。在萃取器下放置一个 150-mL 的塑料大口杯。
注：快速柱式萃取器包括在*LeadTrak 测试包中*。每个测试须用新的快速柱式萃取器。

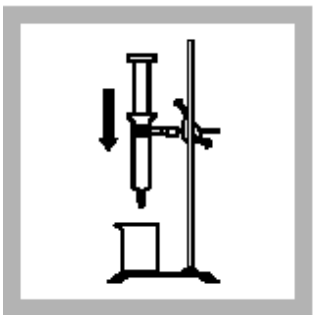


7. 用活塞把浸满清水的绵花固定在萃取器口，如绵花离开管口，用干净的玻棒使其重新固定。

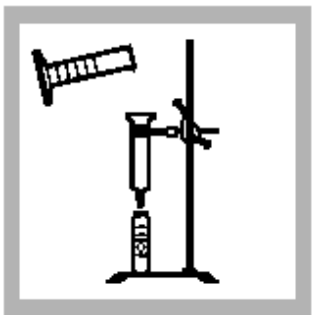
8. 将预制试样缓慢滴加入快速柱式萃取器中，等样品流过萃取器。



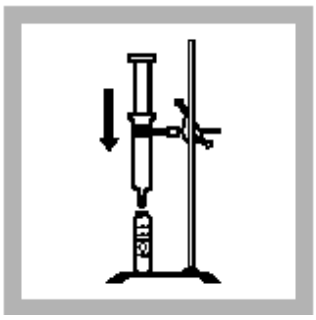
安恒公司　http://www.watertest.com.cn　Tel:010-88018877(北京)　021-63176770(上海)



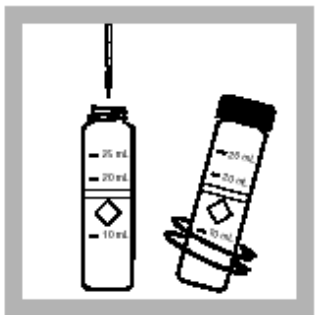
9.液体流完后，用活塞紧紧压缩萃取器中的吸收垫，弃去大口杯中的溶液，从萃取器中慢慢取出活塞。
当取出活塞时，吸收垫应保持在萃取器的底部。如吸收垫跟活塞一起被抽回来，再用活塞压缩一次。



10. 将 25-mL的样品管放在萃取器下，用25-mL塑料量筒加入25mL pPb-3 Eluant洗提液到萃取器中。



11. 当洗提液开始从萃取器中滴出时，插入活塞，缓慢加压，使剩余的洗提液流过萃取器。紧紧压缩吸收垫。样品管中的溶液体积应为25mL。

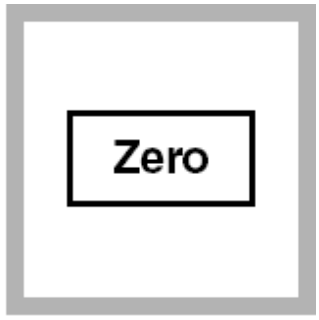


**12.** 用1-mL塑料点滴器，加入1.0 mL pPb-4 中和溶液到样品管中，充分混合，立即进行步骤13。

13. 加入一包 pPb-5 指示剂粉包到样品中，充分混合。注：溶液颜色将变棕色。

14. 按 *TIMER ICON*，按OK，开始2分钟计时。

15.当计时器鸣叫时，竟样品管放入样品管槽。




16.按 *ZERO*，屏幕将显示：0 µg/L Pb。

17. 取出样品管，加入6滴pPb-6 脱色溶液到样品管中，充分混合。

18.将样品重新放回样品管槽。

19. 按READ，屏幕将显示铅的含量，单位为µg/L。

## 干扰

用约25 μg/L 的已知浓度的铅溶液和可能的干扰离子进行干扰测试。当离子对铅浓度的影响超过±10%就被认为有干扰。如样品的浓度超过这些浓度值，需要稀释一倍并重新分析。将所得的结果扩大2倍就是原始样品中的铅含量。

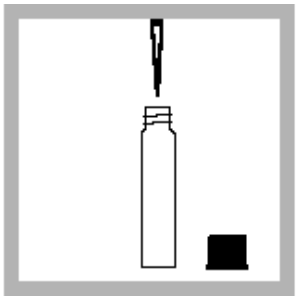
包装试剂时必须防止污染。用黑胶塞子，黑色点滴球和带墨水刻度的点滴器回污染样品，应避免使用。应用试剂套装中的塑料点滴器。处理玻璃仪器和塑料仪器防止样品污染，尤其当先前的样品含高水平的铅。

萃取器活塞可用于多次测试，必须要清洗。

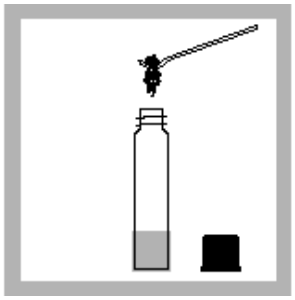
| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 铝，$Al^{3+}$ | 0.5 mg/L |
| 铵，$NH_4^+$ | 500 mg/L |
| 钡，$Ba^{2+}$ | 6 mg/L |
| 钙，$Ca^{2+}$ | 500 mg/L |
| 氯化物，Cl– | 1000 mg/L |
| 铜，Cu2+ | 2 mg/L |
| 氟化物，F– | 10 mg/L |
| 铁，Fe2+ | 2 mg/L |
| 镁，Mg2+ | 500 mg/L |
| 锰，Mn2+ | 0.5 mg/L |
| 硝酸盐，NO3- | 1000 mg/L |
| 硫酸盐，$SO_4^{2-}$ | 1000 mg/L |
| 锌，Zn2+ | 1 mg/L |

## 铅 PAR Method UniCell™ Vials (0.20 to 2.00 mg/L)

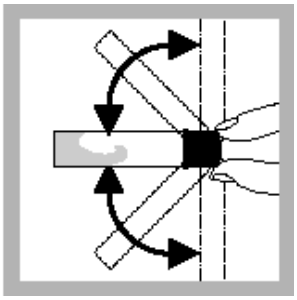
1.在HACH PROGRAM下，选择程序编号286，屏幕显示：**286 Lead, HCT 152，** 按Start。



2.吸10mL样品到反应瓶。（红色盖）

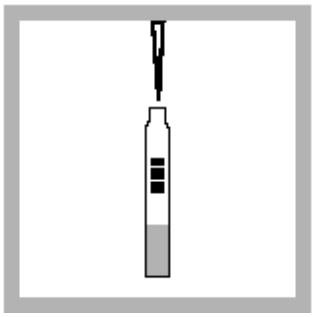


3. 加入一满药匙的Masking A试剂（HCT 152 A）到管内

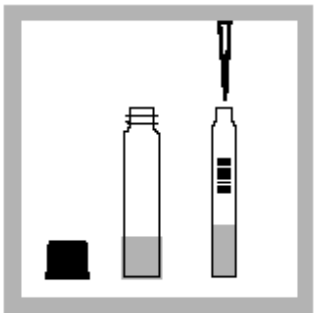


4.盖好反应管，倒转多次混合混合。

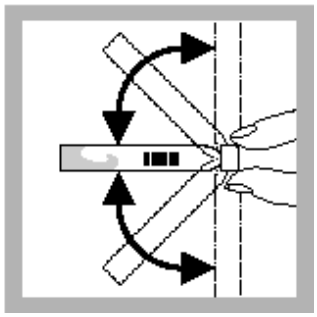
5. 按Timer icon, 按OK，开始2分钟反应。



6.吸1.5ml缓冲液B(HCT152 B)入比色管。（亮红色盖）

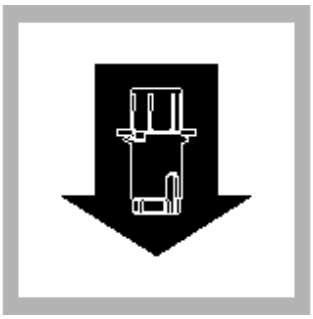


7. 吸4.0ml反应管内溶液到比色管内。

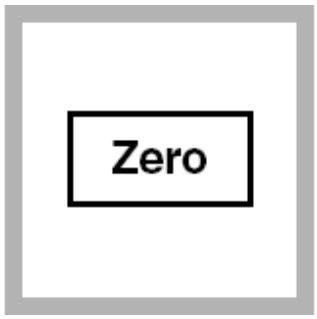


8. 盖好反应管，倒转多次混合。

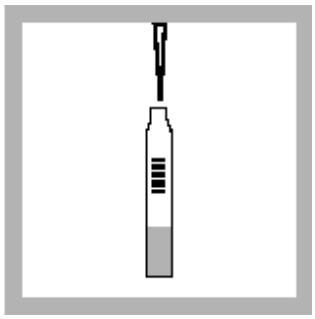
9. 按Timer icon, 按OK，开始2分钟反应。



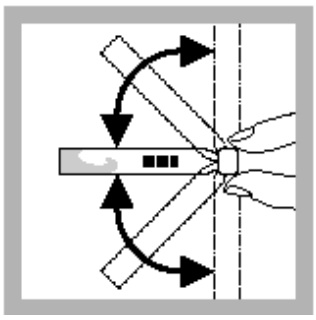
10.安装16-mm适配器，反应时间到，放入比色管。




11. 按ZERO，显示0.00 mg/L Free Pb underrange 。



12. 吸 0.3ml Masking 溶液C (HCT152 C)入比色管。



5. 盖好反应管，倒转多次混合混合。

6. 按Timer icon, 按OK，开始1分钟反应。

7. 反应时间到，把比色管放入机内。

8. 按READ，显示Pb的浓度，单位mg/L。

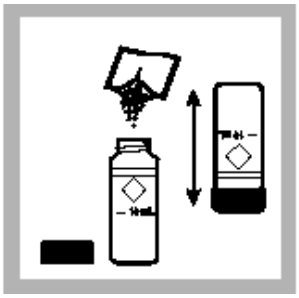
## 干扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 锡离子 | 0.5 mg/L |
| 铵，氟化物，锶离子 | 50 mg/L |
| 二价锰，二价汞 | 5 mg/L |
| 钙，镁，硝酸盐，氯化物，磷酸盐，碳酸盐 | 500 mg/L |
| 银，镉，六价铬，锌，铜，钴，镍 | 25 mg/L |
| 铁，铝，三价铬 | 10mg/L |

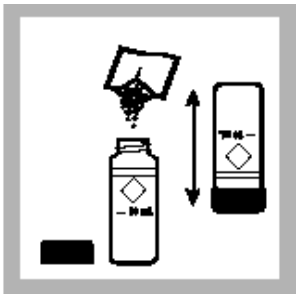
## 锰　高碘酸氧化法 HR, (0.2 to 20.0 mg/L) （方法号：8034）

1.在HACH PROGRAM下，选择程序编号295，屏幕显示：**295 Manganese HR.**，按Start。

2.倒10mL样品到比色瓶。



3. 加入缓冲液试剂 到比色瓶内，摇晃混合。

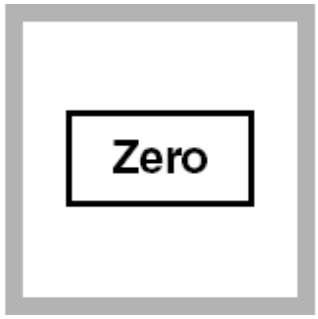


4.加入过碘酸钠到比色瓶中，盖上盖，倒转多次混合。注：若有锰，有紫色产生。

5. 按Timer icon, 按OK，开始2分钟反应。

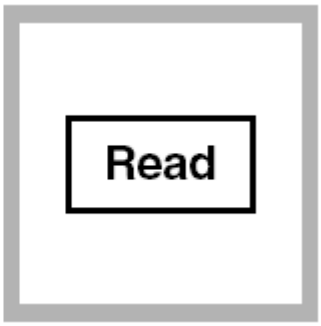
6.倒10mL样品到另一比色瓶中。

7. 反应时间到，把空白样放入机内。




8. 按ZERO，显示0.00 mg/L Mn。

9. 在反应完8分钟内，把样品比色瓶放入机内。




10. 按READ，显示Mn的浓度，单位mg/L

### 干扰

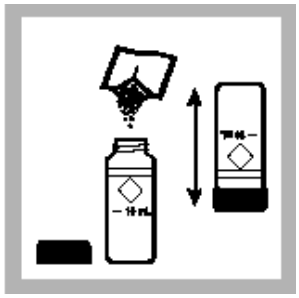
| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 钙 | 700 mg/L |
| 氯化物 | 70,000 mg/L |
| 铁 | 5 mg/L |
| 镁 | 100,000 mg/L |
| pH | 高缓冲样品或极端样品pH可能超过试剂的缓冲能力而需要预处理， |

## 锰 PAN 法 LR, (0.007 to 0.700 mg/L) （方法号：8149）

1.在HACH PROGRAM下，选择程序编号290，屏幕显示：**290 Manganese LR.**， 按Start。

2.倒10mL去离子水到一个比色瓶。(空白样品)

3. 倒10mL样品到另一个比色瓶。(待测样品)



4.加入抗败血酸到两个比色瓶中，盖上盖，倒转多次混合。

5. 分别加入 15滴碱性氰化物试剂溶液到每个样品管中，混合。
注：加入碱性氰化物试剂溶液后有些样品会出现浑浊，该浑浊将会在步骤8后消失。

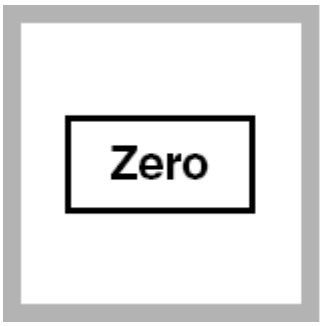
6. 分别加入21滴PAN 指示剂溶液，0.1%,到每个样品管中，混合。
注：如果存在锰，样品将呈现橙色。

7. 按Timer icon, 按OK，开始2分钟反应。

8. 当计时器鸣叫时，将空白试样放入样品管槽中。



安恒公司 http://www.watertest.com.cn Tel:010-88018877(北京) 021-63176770(上海)




9. 按*ZERO*，屏幕将显示： 0.000 mg/L Mn。

10. 将预制试样放入样品管槽

11.按READ，显示Mn的浓度，单位mg/L

干扰

以下物质在所列的浓度范围内不干扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 铝 | 20mg/L。 |
| 镉 | 10mg/L。 |
| 钙 | 1000mg/L的$CaCO_3$。 |
| 钴 | 20mg/L。 |
| 铜 | 50mg/L。 |
| 铁 | 25mg/L。 |
| 铅 | 0.5mg/L。 |
| 镁 | 300mg/L的$CaCO_3$。 |
| 镍 | 40mg/L。 |
| 锌 | 15mg/L。 |

## 汞 0.1~2.5ug/L 冷蒸气浓缩法　（方法号：10065）

1.把一升样品放入2000ml 长颈瓶，加入磁搅拌器，放置在磁动加热器上。

2.加入 50ml 浓硫酸。

3.加入 25ml 浓硝酸。

4.加入4.0g或5.0g过硫酸钾，搅拌至溶解。

5. 加入 7.5g 或10.0g过高锰酸钾，搅拌至溶解。

6.盖上玻璃盖，在试剂溶解后，加热至90度。(不要沸腾)

7.搅拌并90度加热两小时。注：溶液应保持深紫色，否则应加高锰酸钾。

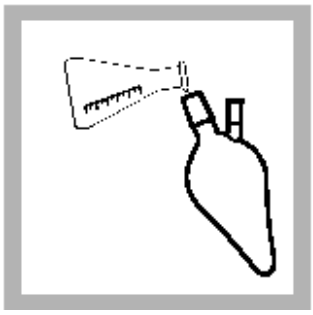
8.冷却至室温。注：会有棕黑色二价锰沉淀，如溶液不是深紫色，应加大高锰酸钾，继续消解。

9.把冷却的样品放在搅拌器上，开动搅拌器。

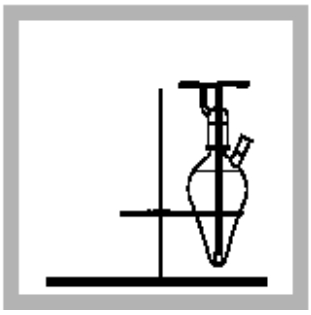
10.分次加入 0.5g氢氯羟胺直至紫色消失，每次加药等30 秒观察紫色有否消失。

11.移开搅拌子。

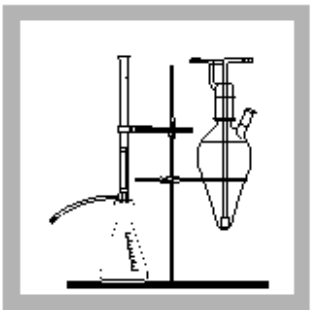
12.样品准备好，进入冷蒸气分离和浓缩程序。



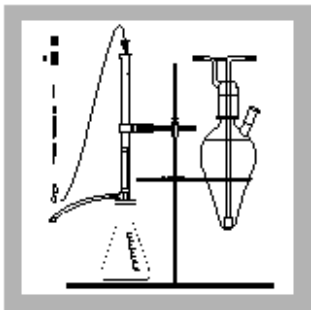
13.把消化后样品倒入冷蒸气洗瓶。
注：样品应含有0.1 to 2.5 µg Hg.



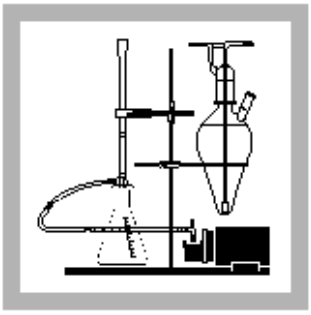
14.把洗瓶放上支架上，盖上盖子，等待连接汞吸收管。



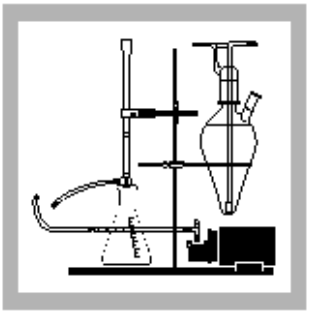
15.将100-mL锥形烧瓶与吸收管相连。



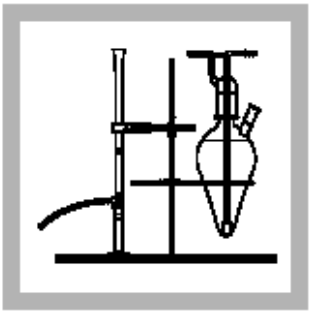
16.吸量8ml HgEx Reagent B到吸收管。



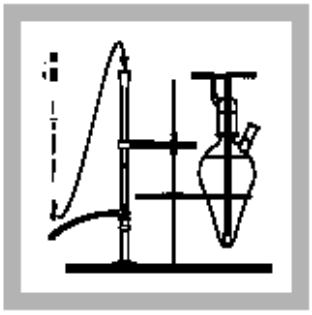
17.开动真空泵，使吸收管真空，加入大部分HgEx Reagent B于锥形烧瓶。



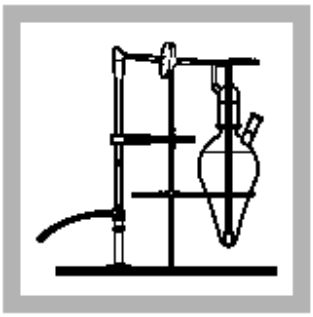
18.当HgEx Reagent B滴入吸收管时，快迅停止抽真空（大约十秒后），不要让太多空气进入吸收管。



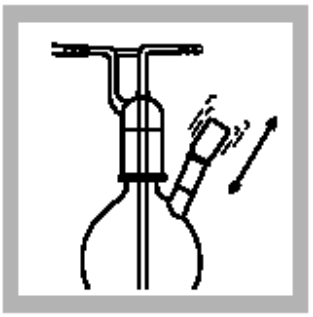
19.移开锥形烧瓶，接上10ml接收器。



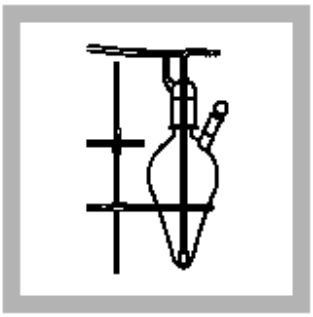
20.吸2mlHgEx Reagent C入吸收管。



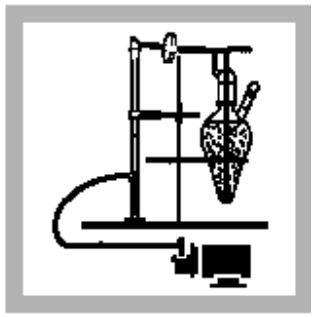
21.用一个玻璃弯头连接吸收管和洗气瓶。



22.摇动HgEx Reagent A试剂瓶，从瓶颈口加入洗气瓶。
注：HgEx Reagent A试剂瓶内没沉淀，不需摇动。



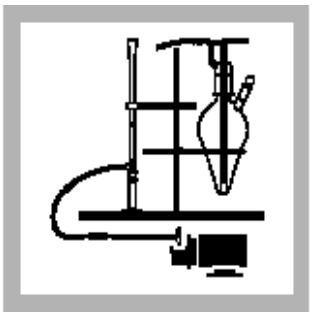
23.塞上加药口。



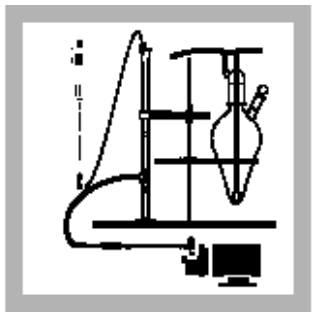
24.快迅停止抽真空，真空会使HgEx Reagent C试剂从吸收管进入10ml接收器。洗气瓶中会产生气泡。立刻进入下一步操作。

25. 在 HACH PROGRAM 下输入程序编 312，Cold Vapor Mercury 按 START。

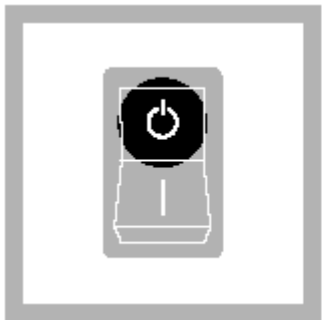
26. 按Timer icon，按OK，开始5分钟反应时间，保持气泡产生。(1-5升/分钟)



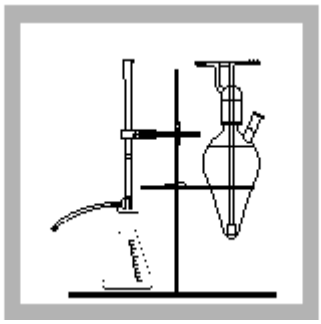
27.按下 5 分钟反应时间，保持气泡产生。(1-5 升/分钟)反应时间到后，断开玻璃弯头，保持开着真空泵。



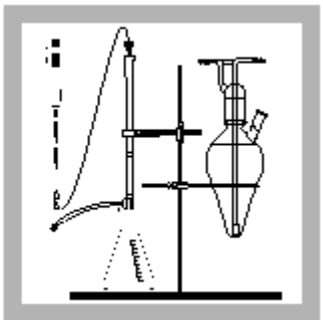
28.加入 8ml HgEX B 试剂到汞吸收柱，将吸附的汞析出，继续抽真空使 HgEX B 试剂析出到接收瓶中。。



29. 当接收瓶到达 10ml，停止抽真空。



30. 将接收瓶移走，改换另一个 100ml 锥形瓶到吸收管下。



31. 加入 3ml 的 HgEX B 试剂到汞吸收管内，利用重力流的方式保持吸收管的湿润。

33.将所收集的溶液加入 HgEX 3 铝箔包试剂，并摇匀。

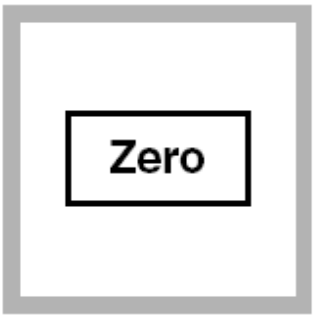
34.加入 HgEX 4 铝箔试剂，并摇匀。

35.加入 8 滴 HgEX 5 试剂，并摇匀。

36. 按下 TIMER ICON，按 OK，进行反应 2 分钟。

37.将分析水样倒入比色瓶中。

38.当计时完成，将比色瓶放于比色槽。




39.按下ZERO，萤幕显示0.1ug/L Hg。

40.在该水样中加入HgEX6 铝箔包试剂，充分摇晃溶解。

注：不要用漏斗，会影响结果。

41.将上一步得水样置于比色槽中

42. 按READ，将会显示结果 µg/L mercury，这是原水样的浓度。

干扰

按下面的矩阵,使用标准制备单一的测试溶液。只含有相同浓度的汞的第二测试溶液作为对照。两种溶液经过消化，然后一起分析。下面所列浓度矩阵下的测试溶液不干扰。

Ag+ 7 mg/L Ag+
Al+3 10 mg/L Al+3
Au+3 500 µg/L Au+3
Cd+2 10 mg/ L Cd+2
Co+2 10 mg/L Co+2
Cr+6 10 mg/L Cr+6
Cu+2 10 mg/L Cu+2
F- 1.0 mg/L FFe+
2 100 mg/L Fe+2
Hg+2 1 µg/L Hg+2
Mo+6 10 mg/L Mo+6
Ni+2 10 mg/L Ni+2
NO3--N 50 mg/L NO3--N
Pb2+ 10 mg/L Pb2+
SiO2 100 mg/L SiO2
Zn+2 10 mg/L Zn+2

含有如下浓度物质的溶液不干扰：1000 mg/L $Na^{+}$, 1000 mg/L $K^{+}$, 1000 mg/L $Mg^{2+}$, and 400 mg/L $Ca^{2+}$.

## 钼，钼酸盐 0.3 ～ 40.0 mg/L 琉醋酸法 HR （方法号：8036）

1.在HACH PROGRAM下输入程序编320，**320 Molybdenum HR**.,按START。

2.加10ml样品到比色瓶。

3. 加入一包MolyVer 1试剂粉包，混合。

4. 加入一包MolyVer 2试剂粉包，混合。

5. 加入一包MolyVer 3试剂粉包，混合，此为待测试样。
注：钼的存在会引起呈现黄色。

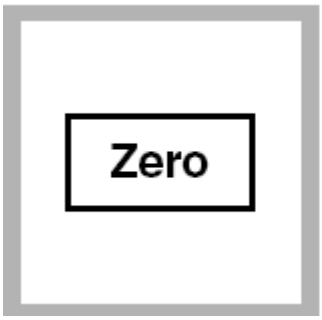
6. 按下TIMER ICON，按OK，进行反应5分钟。

7. 当计时器鸣叫时，往另一个比色瓶中装入10 mL 原始样品（空白试样）。

8. 将空白试样放入比色瓶槽。



安恒公司 http://www.watertest.com.cn Tel:010-88018877(北京) 021-63176770(上海)




9. 按 ZERO，屏幕将显示：0.0 mg/L $Mo^{6+}$。

10. 将待测试样放入比色瓶槽。

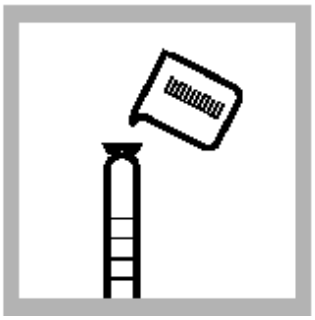
11. 按READ，屏幕将显示钼（$Mo^{6+}$）的含量，单位为mg/L。

扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 铝 | 大于 50 mg/L |
| 铬 | 大于 1000mg/L |
| 铜 | 样品含有10 mg/L或以上的铜会引起渐增的正干扰。5分钟反应时间结束后尽快读数。 |
| 铁 | 大于 50 mg/L |
| 镍 | 大于 50 mg/L |
| 亚硝酸盐 | 从大于 2000 mg/L的$NO_2^-$开始干扰，可通过加入Sulfamic酸粉包到样品中消除。 |
| 高缓冲样品或极端样品pH | 可能超过试剂的缓冲能力而需要样品预处理。 |

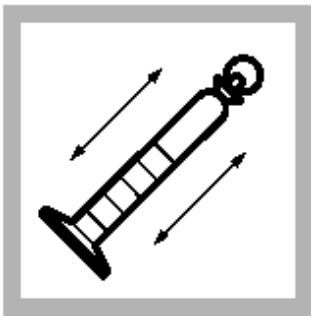
## 钼，钼酸盐0.02 ～ 3.00 mg/L 三元复合法LR （方法号：8169）

1. 在HACH PROGRAM下输入程序编315，**Molybdenum LR**.,按START。



2. 往25-mL混合量筒中装入 20 mL 样品，待测。

3. 加入一包钼1试剂粉包到量筒中。



4. 盖上盖子，然后摇晃量筒使试剂溶解。此为待测试样。

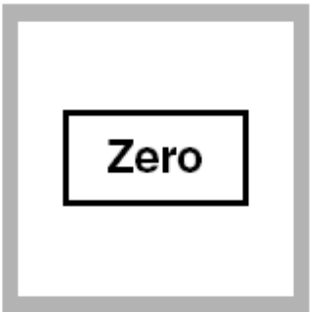
5. 将10 mL 待测试样倒入一个配套的比色瓶中。

6. 加入0.5 mL钼2试剂到比色瓶中，混合。此为进一步的样品。
注：钼会引起溶液呈现绿色。

7. 按下TIMER ICON，按OK，进行反应2分钟。

8. 当计时器鸣叫时，往另一个比色瓶中装入量筒中余下的10 mL 待测试样，此为空白试样。

9. 将空白试样放入比色瓶槽。




10. 按 ZERO.，屏幕将显示：0.000mg/L $Mo^{6+}$。

11. 将待测样品放入比色瓶槽

12. 按READ，屏幕将显示钼的含量，单位为mg / L。



安恒公司 http://www.watertest.com.cn Tel:010-88018877(北京) 021-63176770(上海)

## 干扰

用钼的标准溶液 (2 mg/L $Mo^{6+}$)和可能的干扰离子进行干扰测试。在特定的离子浓度下，当离子对钼标准浓度的影响超过±5%就被认为有干扰。下表是该干扰测试的细节。

表1 引起负干扰的干扰物质

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 明矾 | 大于7 mg/L |
| 铝 | 大于2 mg/L |
| AMP (膦酸盐) | 大于15 mg/L |
| 重碳酸盐 | 大于5,650 mg/L |
| 硫酸氢盐 | 大于3,300 mg/L |
| 硼酸盐 | 大于5,250 mg/L |
| 氯化物 | 大于1,400 mg/L |
| 铬 | 大于4.5 mg/L |
| 铜 | 大于98 mg/L |
| Diethanoldithiocarbamate | 大于6500 mg/L |
| EDTA | 大于1,500 mg/L |
| 乙烯乙二醇 | 大于2%(体积) |
| 铁 | 大于200 mg/L |
| 木质素Sulfonate | 大于105 mg/L |
| 亚硝酸盐 | 大于350* mg/L |
| 正磷酸盐 | 大于4,500 mg/L |
| Phosphonohydroxy-,乙酸 | 大于32 mg/L |
| 膦酸盐 HEDP | 存在30 mg/L以内的phosphonate HEDP会增加钼的表观浓度读数约10%(正干扰),将步骤11所得的结果乘以0.9,得到实际的Mo6+浓度. |
| 亚硫酸盐 | 大于6,500 mg/L |

* 2分钟计时结束后立即读出钼的浓度。

表2 引起正干扰的干扰物

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 苯并三唑 | 大于210 mg/L |
| 碳酸盐 | 大于1,325 mg/L |
| 吗啉HEDP | 大于6 mg/L |
| 膦酸盐 | 30 mg/L以内正干扰约10%。浓度大于30 mg/L，引起钼的浓度读数降低（负干扰）。 |
| 硅 | 大于600 mg/L |

以下物质在所列的水平下不干扰

高缓冲样品或极端样品pH　　可能超过试剂的缓冲能力而需要样品预处理。

逐滴加入适当的酸或碱,如1.0N的硫酸标准溶液或1.0N的氢氧化钠标准溶液将样品的pH调节为3到5之间，使用pH计或pH试纸。如果加入酸或碱的体积影响大，需要作体积校正，将总体积划分为（样品+酸+碱），用因子校正测试结果。

分析过一些样品后，比色瓶会出现浅蓝色的沉积，用1：1的盐酸溶液除去。

| 物质 | 测试的最高浓度 |
|---|---|
| 重亚硫酸盐 | 9,600 mg/L |
| 钙 | 720 mg/L |
| 氯 | 7.5 mg/L |

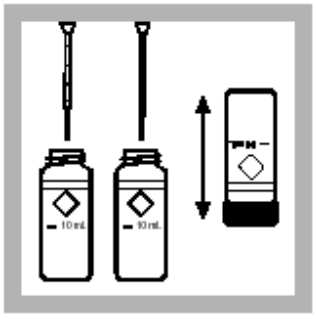
## 镍　1-(2 Pyridylazo)-2-Naphthol (PAN) 法 (0.007 to 1.000 mg/L) （方法号：8150）

1. 在 HACH PROGRAM.下，选择镍的程序，340 Nickel, PAN, 按 START。

2. 往一个带玻璃塞子的比色管中装入样品至10mL刻度。（待测样品）。

3. 往另一个带玻璃塞子的比色管中装入去离子水至10mL刻度。（空白试样）。

4. 往每个管中分别加入一包Phthalate-Phosphate试剂粉包，盖好盖子，立即摇晃使粉末溶解。
注：如样品含有铁(Fe3+), 必须待所有粉末完全溶解后才继续步骤6。



5. 往每个管中分别加入1.0 mL 0.3% PAN 指示剂溶液，倒转几次，混合。

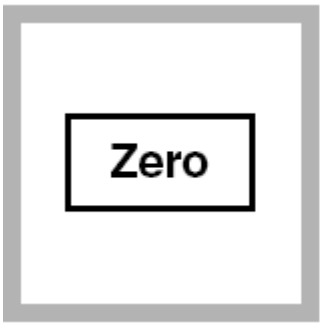
6. 按TIMER ICON，按OK，开始15分钟计时。
注：在颜色生成时，样品溶液的颜色会在橙黄色到深红色变化，取决于样品的化学组成。去离子水空白应为黄色。

7.当计时器鸣叫时，往每个管中分别加入一包EDTA试剂粉包，盖好盖子，摇晃使粉末溶解。

8. 将空白试样放入比色管槽。



安恒公司　http://www.watertest.com.cn　Tel:010-88018877(北京)　021-63176770(上海)




9.按ZERO，屏幕显示： 0.000 mg/L Ni
注：仪器将在 560 nm 和 620 nm波长下调零。

10. 将待测样品放入比色管槽，关上遮光盖。

11. 按 READ，仪器将读取560 nm和620 nm下样品的浓度值。读取完毕，屏幕将显示镍的含量，单位为mg/L。

**干扰**

以下物质超过表中所列的浓度时会干扰

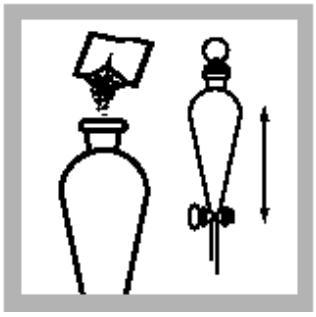
表1 干扰物质和建议的处理方法

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| Al3+ | 32 mg/L |
| Ca2+ | 1000 mg/L(CaCO3) |
| Cd2+ | 20 mg/L |
| Cl- | 8000 mg/L |
| 螯合剂 | 所有水平上均干扰。用Digesdahl或强烈消化消除干扰（参阅第2部分） |
| Cr3+ | 20 mg/L |
| Cr6+ | 40 mg/L |
| Cu2+ | 15 mg/L |
| F- | 20 mg/L |
| Fe3+ | 10 mg/L |
| Fe2+ | 直接干扰，不能存在。 |
| K+ | 500 mg/L |
| Mg2+ | 400 mg/L |
| Mn2+ | 25 mg/L |
| Mo6+ | 60 mg/L |
| Na+ | 5000 mg/L |
| Pb2+ | 20 mg/L |
| Zn2+ | 30 mg/L |
| 高缓冲样品或极端样品pH | 可能超过试剂的缓冲能力而需要样品预处理。 |

## 镍 Heptoxime法 (0.02 to 1.80 mg/L Ni) （方法号：8037）

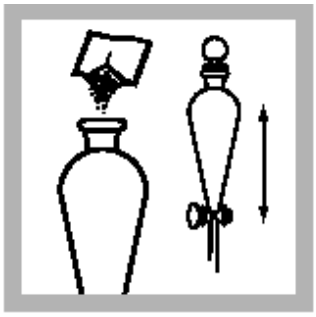
1. 在 HACH PROGRAM.下，选择镍的程序，335 Nickel, Heptoxime, 按START。

2. 用500ml的量筒量取300mL样品，倒入500mL分液漏斗中。



3. 加入一包镍1试剂粉包到漏斗中，盖好盖子，摇晃混合。

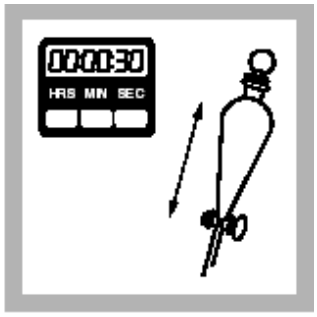
4. 按TIMER ICON，按OK，开始5分钟计时。



5. 当计时器鸣叫时，加入一包镍2试剂粉包到漏斗中，盖好盖子，摇晃混合。

6. 按TIMER ICON，按OK，开始5分钟计时。

7. 当计时器鸣叫时，加入10 mL 氯仿，盖上盖子，轻轻摇晃，倒转。使尖部超上并不能对着旁人，打开活塞通气。




8. 关上活塞，摇晃30秒。



安恒公司 http://www.watertest.com.cn Tel:010-88018877(北京) 021-63176770(上海)

9. 按TIMER ICON，按OK，开始5分钟计时。

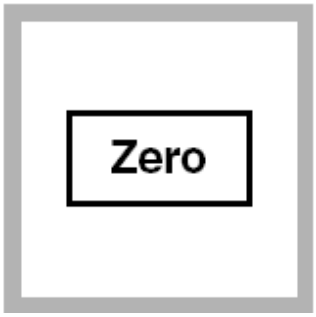
10. 当计时器鸣叫时，等待溶液分层。在漏斗的出液管中塞入豌豆大小的棉花，分出氯仿层（下层）到一个比色管中（待测样品），盖好盖子。

11. 用10mL氯仿再重复步骤7到10两次。注：5分钟反应时间并不很严格，摇晃氯仿，等待溶液分层后继续下一步。

12. 旋转比色管混合萃取物。萃取液的最终体积应大约25mL，是由于氯仿在水中微溶。

13. 往另一个比色管中装入25mL氯仿（空白试样）

14. 将空白试样放入比色管槽。




15. 按*ZERO*.，屏幕显示：0.00 mg/L Ni。

16. 将待测样品放入比色管槽，按READ，屏幕将显示镍的含量，单位为mg/L。

**干扰**

钴，铜和铁的干扰可以通过在步骤4中加入额外的镍1试剂粉包来克服。这些干扰的容忍量列于下表中：

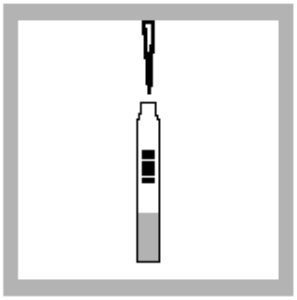
对于悬浮或沉淀的样品的测定，需要酸预消化，并用有机物除去干扰。除去干扰或测定总镍进行第2部分的USEPA消化。

表1　容忍量vs. 镍1试剂粉包数量

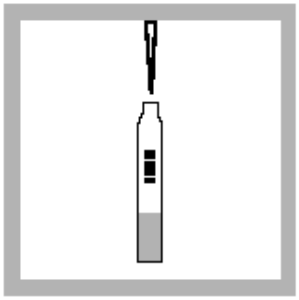
| 镍1试剂粉包 | 容忍量(mg/L) | | |
|---|---|---|---|
| | 钴 | 铜 | 铁 |
| **1** | 1 | 10 | 20 |
| **2** | 7 | 16 | 65 |
| **3** | 13 | 22 | 110 |
| **4** | 18 | 28 | 155 |
| **5** | 25 | 35 | 200 |

## 镍 Dimethylglyoxime Method UniCell™ Vials (0.10 to 6.00 mg/L)

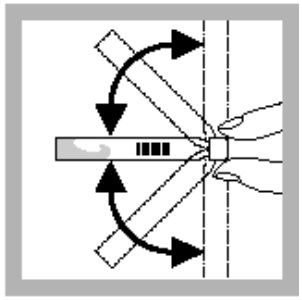
1.在HACH PROGRAM下，选择程序编号：**328 Nickel, HCT 167，**按Start。



2.吸4mL样品到反应管。

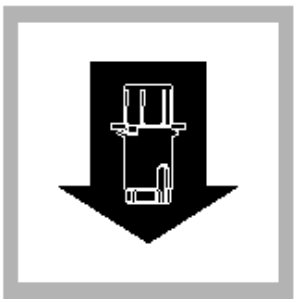


3. 吸4.0 ml Dimethylglyoxime溶液A到（HCT 167A）到反应管。

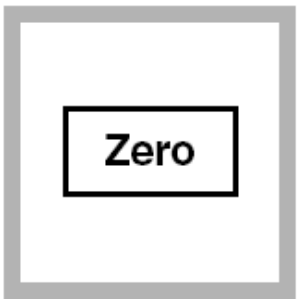


10.盖好反应管，倒转多次混合。

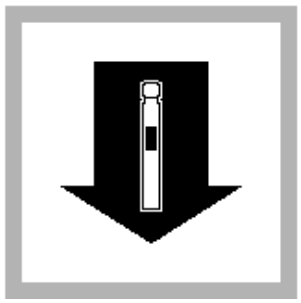
5. 按 timer icon, 按 OK，3 分钟反应计时。



6. 安装好16-mm样品适配器，擦干净反应管，放入。反应时间到，把白色盖空白管放入。




7. 按ZERO，显示0.00 mg/L Free Ni Underrange。



8. 擦干净比色管，放入样品适配器，按READ，结果显示mg/L Free Ni。

DR/2400

# 硝酸根离子的测量

**方法号：8039 (8171)**　　**测量原理：镉还原法**

**采用 粉枕 或者 安培瓶 方式测量**　　**测量范围（HR）：0.3-30.0 mg/L $NO_3$-N**

**应用范围：测量河流水、污水、海水中的硝酸根离子**　　**测量范围（MR）：0.1-10.0 mg/L $NO_3$-N**

## Tips and Techniques

- 为了得到准确的测量结果，在使用每一批新购置的试剂时，需要测量试剂的空白值，就是按照下面的步骤进行测量，只不过是用去离子水代替样品。将每批试剂的空白值从水样的测量结果中减去，才是水样中含有的亚硝酸盐的准确含量。详细的说明请柬仪器的操作手册；
- NitraVer 5 试剂溶解后还会有一些没有氧化的金属沉淀，这不会影响测量结果的准确性；
- 本方法对操作的技术要求非常高，对样品池的摇动时间及方式都会影响颜色的发生；最好先使用 10.0mg/L 的标准溶液进行测量，并且随时调整摇动的时间及方式，以得到准确的测量结果；
- 再将样品池放入比色计之前，要将比色池的外壁擦拭干净，包括不能有指纹；
- 样品池使用完毕后，要立即冲洗干净，特别是针对可能残留的金属镉颗粒物，必须根据相关的条例和法律处理含有镉的水样。

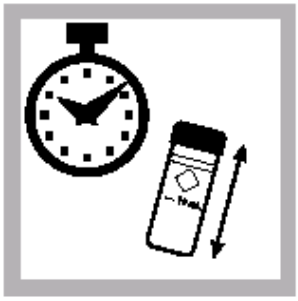
## Powder Pillows　　Method 8039

1．开机进入 DR2400 操作界面，点击“Hach Program”，选择“355，N Nitrate, HR”，按“Start”

**注：Nitrate, MR 选用 353 程序**

2．在圆形的样品瓶中加入 10mL 的待测水样

3．在样品池中加入一份 NitraVer 5 硝酸盐试剂粉末，盖好样品池

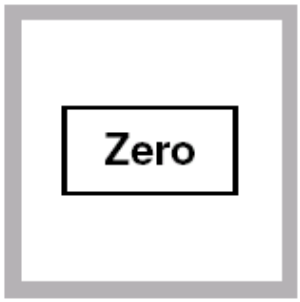


4．点击定时器图标，点击“**OK**”，在一分钟内有力地摇动比色池，直到蜂鸣器响起

5．当定时器发出蜂鸣声后，按定时器图标，按“**OK**”启动一个 5 分钟的反映步骤。如果水样中含有硝酸盐，则水样呈琥珀色

6．当蜂鸣器鸣响后，在第二个圆形比色池中加入 10mL 水样 (作为空白样)

7．将空白样置入适配器中，




8．点击“**Zero**”，屏幕显示“**0.00 mg/L $NO_3$-N**”

9．在定时器发出蜂鸣声 1 分钟内，将检测样置入适配器中，读数

10．按“**Read**”键，仪器显示水样中的硝酸根离子的测量结果

## 干扰物质：

| 干扰物质 | 干扰物允许水平及对策 |
|---|---|
| 氯离子 | 如果水样中的氯离子浓度超过 100 mg/L，则会导致测量结果偏低。虽然如此，本方法仍然可以用于测量高含量氯化物水样 (比如海水) 中的硝酸盐，只不过所用的标准溶液也要有相同的氯离子浓度。 |
| 铁离子 | 只要存在就会产生干扰。 |
| 亚硝酸盐 | 只要存在就会产生干扰，可以采取以下方法补偿亚硝酸离子的干扰：<br>a) 在步骤 3 之前，逐滴地向水样中加入 30g/L 的溴水 (Hach #2211-20) 直至水样的颜色变黄；<br>b) 加入一滴 30g/L 的酚溶液 (Hach #2112-20) 以消除产生的黄颜色；<br>继续作步骤 3，测量结果包括硝酸盐和亚硝酸盐。 |
| pH | 如果水样的酸度过高，超过了本方法所采用的试剂所能调节的程度，那么就必须对水样进行前处理。 |
| 强氧化剂和强还原剂 | 只要存在就会产生干扰 |

**水样的采集、保存和存放：**

水样采集后尽快进行测量才有可能得到尽可能可靠的数据，如果不能在采集水样后马上进行分析，可以将水样存放于干净的塑料或玻璃瓶中，在 4℃条件下储存不超过 24 小时。如果需要长期放置水样，可以在每升水样中加入 2mL 浓硫酸 (Hach #974-49)，在 4℃条件下储存。在进行测量之前，先将水样的温度恢复到室温，再用 5.0N 的氢氧化钠 (Hach #2450-53) 将水样的 pH 值调节到 7。注意不要使用含汞的化合物做防腐剂。最终的测量结果需要根据体积的变化进行校正。

## 方法的有效性：

采用 10 mg/L 的硝酸根离子标准溶液进行测试，结果如下：

### 精确度：

| 程序号 | 可信度为 95%的测量结果 |
|---|---|
| 355 | 8.0-12.0 mg/L $NO_3$-N |
| 361 | 9.2-10.8 mg/L $NO_3$-N |

### 灵敏度：

| 曲线的部分 | 吸光度的变化 ΔAbs | 浓度的变化 (程序 355) | 浓度的变化 (程序 361) |
|---|---|---|---|
| 0 ppm | 0.010 | 0.3 mg/L $NO_3$-N | 0.5 mg/L $NO_3$-N |
| 10 ppm | 0.010 | 0.6 mg/L $NO_3$-N | 0.7 mg/L $NO_3$-N |
| 30 ppm | 0.010 | 1.0 mg/L $NO_3$-N | 0.8 mg/L $NO_3$-N |

## 方法小结：

水样中的硝酸根离子被金属镉还原为亚硝酸根离子，在酸性条件下，亚硝酸根离子与对氨基苯磺酸反映生成中间体重盐，该中间体与龙胆酸结合生成一种胡玻色的溶液。测量在 500nm 处进行。

| 名称 | 一次测量的用量 | 每个包装的量 | 货号 |
|---|---|---|---|
| NitraVer 5 硝酸根离子试剂粉末 | 1 袋 | 100 袋/包 | 21061-69 |
| NitraVer 5 AccuVac 安培瓶装硝酸根离子试剂 | 1 支 | 25 支/盒 | 25110-25 |
| **需要的附件** | | | |
| 10mL 样品池，带盖 | 2 个 | 6 个/包 | 24276-06 |
| **需要的标准溶液** | | | |
| 10.0mg/L $NO_3$-N 标准液 | | 500mL | 307-49 |
| 安培瓶装标准溶液，500 mg/L $NO_3$-N | 2 mL | 20 支/盒 | 14260-56 |

# 硝酸盐氮的测量

**方法号：8192** **测量原理：镉还原法**

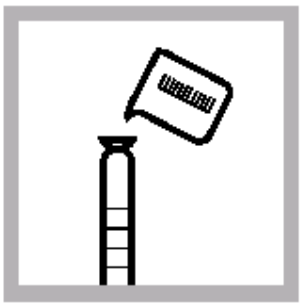
**采用 粉枕 或者 安培瓶 方式测量** **测量范围（LR）：0.01-0.50 mg/L $NO_3$-N**

**应用范围：测量河流水、污水、海水中的硝酸盐氮**

## Tips and Techniques

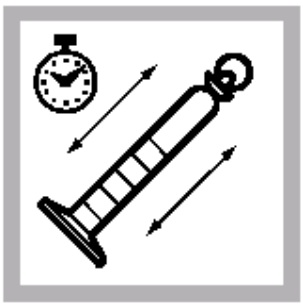
- 为了得到准确的测量结果，在使用每一批新购置的试剂时，需要测量试剂的空白值，就是按照下面的步骤进行测量，只不过是用去离子水代替样品。将每批试剂的空白值从水样的测量结果中减去，才是水样中含有的亚硝酸盐的准确含量。详细的说明请柬仪器的操作手册；
- NitraVer 5 试剂溶解后还会有一些没有氧化的金属沉淀，这不会影响测量结果的准确性；
- 本方法对操作的技术要求非常高，对样品池的摇动时间及方式都会影响颜色的发生；最好先使用 10.0mg/L 的标准溶液进行测量，并且随时调整摇动的时间及方式，以得到准确的测量结果；
- 再将样品池放入比色计之前，要将比色池的外壁擦拭干净，包括不能有指纹；
- 样品池使用完毕后，要立即冲洗干净，特别是针对可能残留的金属镉颗粒物，必须根据相关的条例和法律处理含有镉的水样。

1．开机进入 DR2400 操作界面，点击“Hach Program”，选择“351，N Nitrate, LR”，按“Start”

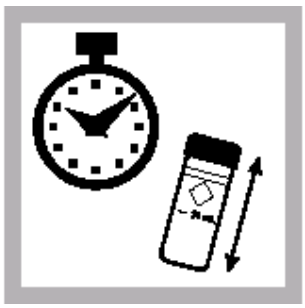


2．在 25ml 量筒中加入 15mL 的待测水样

3．加入一份 NitraVer 6 硝酸盐试剂粉末，盖好样品池

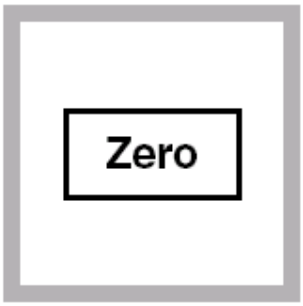
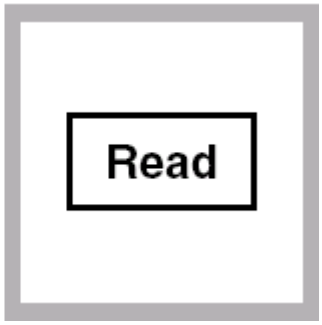


4．点击定时器图标，点击“**OK**”，用力地摇动比色池，直到蜂鸣器响起





安恒公司 http://www.watertest.com.cn Tel:010-88018877(北京) 021-63176770(上海)

| | | | |
|---|---|---|---|
| 5．当定时器发出蜂鸣声后，按定时器图标，按“**OK**”启动一个 2 分钟的反映步骤。 | 6．当蜂鸣器鸣响后，在圆形比色池中加入 10mL 水样，不要倒入沉淀物。 | 7．在样品池中加入一份 NitraVer 3 硝酸盐试剂粉末，预备样品。 | 8．点击定时器图标，点击“**OK**”，用力地摇动比色池 30 秒。如有硝酸盐存在显示粉化色。 |
| | | |  |
| 5．当定时器发出蜂鸣声后，按定时器图标，按“**OK**”启动一个 15 分钟的反应步骤。 | 6．当蜂鸣器鸣响后，在圆形比色池中加入 10mL 水样，（空白样）。 | 7．盖好样品池将空白样置入适配器中。 | 8．点击“**Zero**”，屏幕显示“**0.00 mg/L $NO_3$-N**” |
| |  | | |
| 9．将检测样置入适配器中。 | 10．按“**Read**”键，仪器显示水样中的硝酸根离子的测量结果 | | |

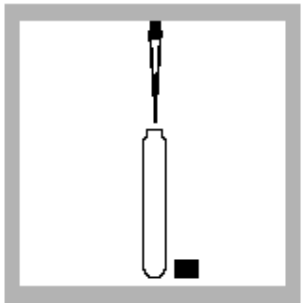
**干扰物质：**

| 干扰物质 | 干扰物允许水平及对策 |
|---|---|
| 氯离子 | 如果水样中的氯离子浓度超过 100 mg/L，则会导致测量结果偏低。虽然如此，本方法仍然可以用于测量高含量氯化物水样 (比如海水) 中的硝酸盐，只不过所用的标准溶液也要有相同的氯离子浓度。 |
| 铁离子 | 只要存在就会产生干扰。 |
| 亚硝酸盐 | 只要存在就会产生干扰，可以采取以下方法补偿亚硝酸离子的干扰：<br>c) 在步骤 3 之前，逐滴地向水样中加入 30g/L 的溴水 (Hach #2211-20) 直至水样的颜色变黄；<br>d) 加入一滴 30g/L 的酚溶液 (Hach #2112-20) 以消除产生的黄颜色；<br>继续作步骤 3，测量结果包括硝酸盐和亚硝酸盐。 |
| pH | 如果水样的酸度过高，超过了本方法所采用的试剂所能调节的程度，那么就必须对水样进行前处理。 |
| 强氧化剂和强还原剂 | 只要存在就会产生干扰 |

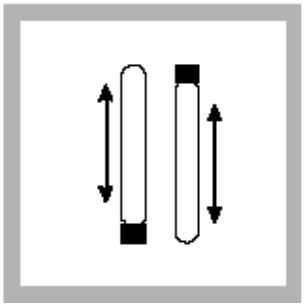
## 硝酸盐-氮 铬变酸法Test 'N Tube™ Vials HR, (0.2 to 30.0 mg/L $NO_3$—N)

**（方法号：10020）**

1. 在HACH PROGRAM下，选择程序编号：**344 N, Nitrate HR TNT,** 按Start。

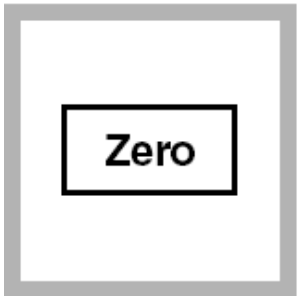


2. 打开一瓶硝酸盐预处理溶液TNT，往里面加入1.00 mL样品（此为样品空白）。

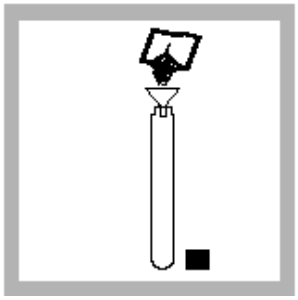


3. 盖上管盖，倒转10次混合。

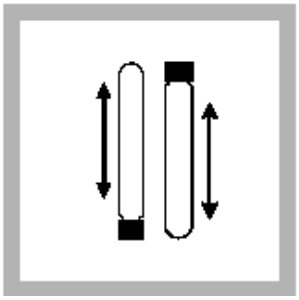
11. 安装16-mm适配器，把空白样放入。




5. 按 *ZERO*，屏幕将显示：0.0 mg/L $NO_3$—N。

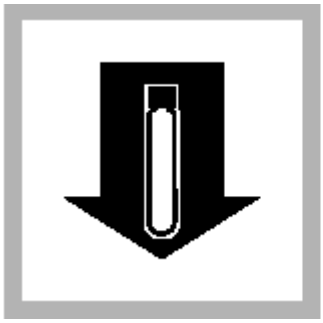


6.取出瓶子，拿走盖子。用漏斗加入一包NitraVer X试剂B到瓶子中。（待测试样）。



7. 盖上盖子并倒转10次混合。

8. 按timer icon, 按OK，3分钟反应计时。注：如存在硝酸盐-氮，将呈现黄色。



9.五分钟内，把样品放入适配器内。

10.按READ，显示mg/L $NO_3$—N。

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 钡 | 浓度大于1 mg/L产生负干扰。 |
| 氯化物 | 低于1000 mg/L不干扰。 |
| 硬度 | 不干扰。 |
| 亚硝酸盐 | 浓度大于12 mg/L产生负干扰。去除100mg/L以内的亚硝酸盐干扰可加入400mg尿素到10mL样品中。混合溶解。继续常规的硝酸盐测试。 |

# DR/2400

# 亚硝酸盐测定方法

**方法号：8507** **测量原理：重氮化法**

**采用 粉枕 或者 安培瓶 方式测量** **测量范围：0.002-0.300 mg/L $NO_2$-N**

**应用范围：测量河流水、污水、海水中的亚硝氮** ***USEPA 认可的废水亚硝氮测量方法**

## Tips and Techniques

- 为了得到准确的测量结果，在使用每一批新购置的试剂时，需要测量试剂的空白值，就是按照下面的步骤进行测量，只不过是用去离子水代替样品。将每批试剂的空白值从水样的测量结果中减去，才是水样中含有的亚硝酸盐的准确含量。详细的说明请柬仪器的操作手册。
- 在测量时，务必将试管的外壁擦拭干净后，再将其放入光度计中进行测量。

## Powder Pillows Method 8507

1. 开机进入 DR2400 操作界面，点击“**Hach Program**”，选择“**371N, Nitrite LR**”，按“**Start**”

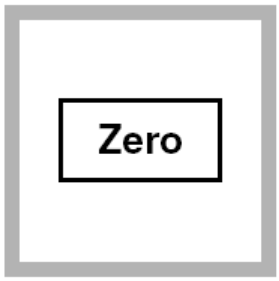
2. 在 10ml 圆形样品瓶中加入样品

3. 在样品池中加入一份 NitriVer3 亚硝酸试剂，盖紧摇晃至完全溶解，如有亚硝酸盐存在，则溶液应该显品红色

4. 点击定时器图标，按“**OK**”，反应需要 20 分钟才可以完成

5. 当定时器发出蜂鸣声，在第二个样品池中加入 10ml 样品作为空白样

6. 擦干样品池外壁，将其置入适配器




7. 点击“**Zero**”，显示“**0.00 mg/L $NO_2^-$N**”

8. 擦干装有待测水样的样品池，置入适配器，按“**Read**”键读数

**干扰物质：**

| 干扰物质名称 | 干扰物质最大允许含量及消除干扰的办法 |
|---|---|
| 锑离子 | 会产生沉淀 |
| 金离子 | 会产生沉淀 |
| 铋离子 | 会产生沉淀 |
| 氯铂酸盐离子 | 会产生沉淀 |
| 铜离子 | 会导致测量结果偏低 |
| 亚铁离子 | 会导致测量结果偏低 |
| 铁离子 | 会产生沉淀 |
| 铅离子 | 会产生沉淀 |
| 汞离子 | 会产生沉淀 |
| 偏钒酸盐离子 | 会产生沉淀 |
| 硝酸根离子 | 水样中如果存在很高含量的硝酸根(>100 mg/L)，其中的一部分会被还原为亚硝酸根，这种变化可能是自然发生的，也可能会在测量过程中发生，这样，水样中就一定会存在一定量的亚硝酸根。 |
| 银离子 | 会产生沉淀 |
| 强氧化、还原性物质 | 只要存在就会产生干扰 |

**水样的采集、保存和存放：**

采集水样于干净的塑料或玻璃瓶中。在 48 小时内处理，在 4 摄氏度或以下保存水样。在进行测试前将水样温度调节到室温。

**方法的有效性：**

采用 0.150 mg/L 的亚硝酸盐标准溶液进行测试，结果如下：

- 精密度：

| 测量程序号 | 可信度为 95%的测量结果 |
|---|---|
| 371 | 0.146-0.154 mg/L $NO_2$-N |
| 375 | 0.140-0.160 mg/L $NO_2$-N |

- 灵敏度

| 测量程序号 | 曲线的部分 | 吸光度的变化 Δ Abs | 浓度的变化 |
|---|---|---|---|
| 371 | 全量程 | 0.010 | 0.002 mg/L $NO_2$-N |
| 375 | 全量程 | 0.010 | 0.002 mg/L $NO_2$-N |

方法小结：

水样中的亚硝酸盐与对氨基苯磺酸反应中间重氮化盐。然后重氮化盐与铬酸形成粉红色化合物，粉红色化合物的数量与亚硝酸盐的数量成正比。

| 名称 | 包装数量 | 货号 |
| --- | --- | --- |
| **需要的试剂：** | | |
| NitriVer3 亚硝酸盐粉末试剂<br>NitriVer 3 Nitrite Reagent Powder Pillow | 100 份/袋 | 21071-69 |
| | | |
| **需要的操作工具** | | |
| 烧杯，50mL<br>Beaker, 50 mL | 一个 | 500-41 |
| 样品池，10mL<br>Sample cells, 10ml, w/cap | 6 个/包 | 24276-06 |
| | | |
| **标准溶液** | | |
| 亚硝酸钠，ACS | 454 克 | 2452-01 |

## 亚硝酸盐 亚硫酸盐HR, (2 to 250 mg/L $NO_2$–) *mg/L $NO_2$* （方法号：8153）

1. 在HACH PROGRAM下，选择程序：373 **Nitrite HR,**按Start。

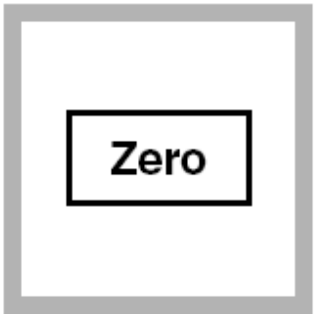
2. 倒10mL样品到比色瓶。

3. 加入一包NitriVer 2亚硝酸盐试剂粉包，盖上盖子，摇晃使溶解（待测试样）。

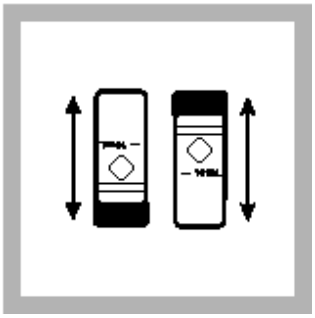
4. 按Timer icon, 按OK，开始10分钟反应。此时必须使样品平放并不再受到搅动，否则将使结果偏低。

5. 往另一个比色瓶中装入10 mL样品（空白试样）

6. 将比色瓶放入比色管槽。

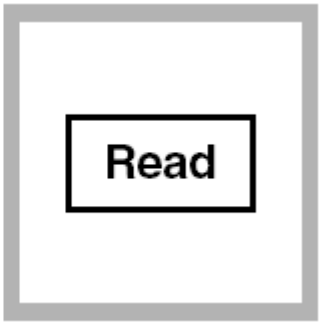



7. 按*ZERO*，屏幕将显示：0 mg/L NO2–。



8. 轻轻地倒转待测试样两次，取走盖子。
注：避免混合过度，否则将使结果偏低。

9. 在反应完8分钟内，把样品比色瓶放入机内。




10. 按READ，显示$NO_2^-$的浓度，单位mg/L

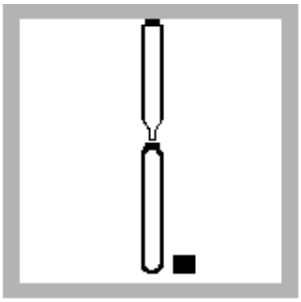
干扰
该测试不测量硝酸盐，也不适用于乙二醇为溶剂的样品。稀释乙二醇为溶解的样品，按低含量亚硝酸盐程序进行。



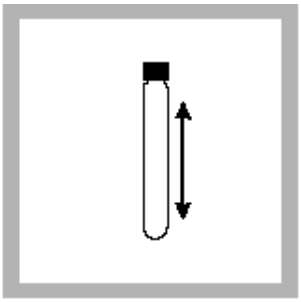
安恒公司 http://www.watertest.com.cn Tel:010-88018877(北京) 021-63176770(上海)

## 亚硝酸盐 重氮化法，TNT LR(0.003 to 0.5000 mg/L $NO_2$—N) （方法号：10019）

1. 在HACH PROGRAM下，选择程序编号：**345 N, Nitrite LR TNT,** 按Start。

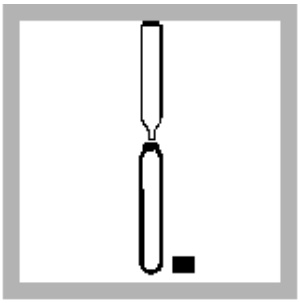


2. 打开一瓶TNT NitriVer 3，往里面加入5 mL样品。

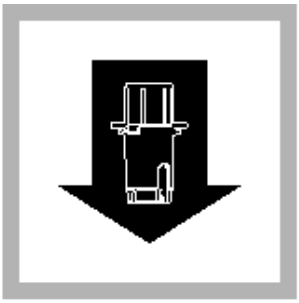


3. 盖上管盖，倒转10次混合。注：如有亚硝酸盐存在，有粉红色产生。

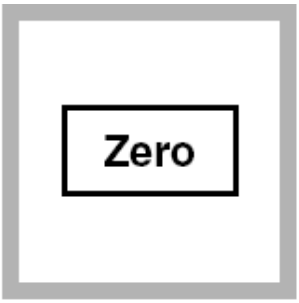
4. 按timer icon，按OK，20分钟反应计时。



5. 当计时器鸣叫时，往空白的 TNT 瓶子中装入 5 mL 样品（空白试样）



6. 安装16-mm适配器，把空白样放入。




7. 按*ZERO*，屏幕将显示：0.0 mg/L $NO_2$—N。

8. 将待测试样放入比色管槽。按READ，屏幕将显示以氮表示的亚硝酸盐的含量，单位为mg/L。

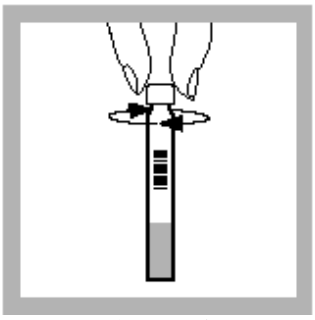
**干扰**

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| Antiminous离子 | 由于引起沉淀而干扰。 |
| 金离子 | 由于引起沉淀而干扰。 |
| 铋离子 | 由于引起沉淀而干扰。 |
| 氯铂酸盐离子 | 由于引起沉淀而干扰。 |
| 亚铜离子 | 引起读数偏低。 |
| 三价铁离子 | 由于引起沉淀而干扰。 |
| 亚铁离子 | 引起读数偏低。 |
| 铅离子 | 由于引起沉淀而干扰。 |
| 汞离子 | 由于引起沉淀而干扰。 |
| Metavanadate离子 | 由于引起沉淀而干扰。 |
| 硝酸盐 | 很高水平的硝酸盐(>100 mg/L 的硝酸盐的N)，将亚硝酸盐少量还原，也可能是测试过程中自发进行。这些水平上可发现少量亚硝酸盐。 |
| 银离子 | 由于引起沉淀而干扰。 |
| 强氧化性和还原性物质 | 所有水平上均干扰。 |

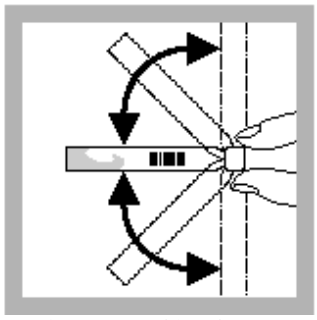
## 亚硝酸盐 Diazotization Method* UniCell™ Vials (0.020 to 0.600 mg/L $NO_2^-$–N)

1. 在HACH PROGRAM下，选择程序**807 Nitrite, HCT 116**，按Start。

2. 吸4mL样品到反应管。

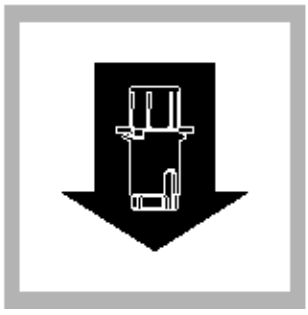


3. 立刻盖上绿色UniCap A（HCT 116 A）盖。

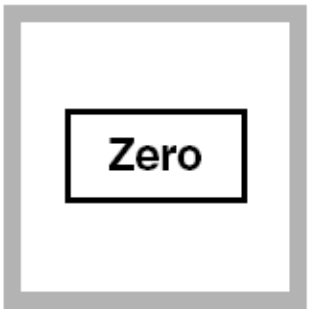


12. 盖好反应管，倒转多次混合至完全溶解。

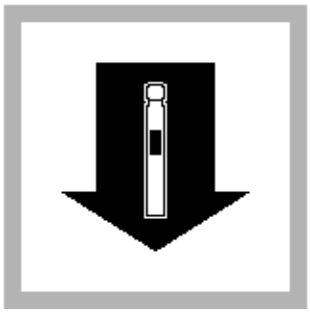
5. 按 timer icon，按 OK，十分钟反应计时。期间不断倒置反应管。



6. 安装好16-mm样品适配器，擦干净反应管，放入。反应时间到，把白色盖空白管放入。




7. 按ZERO，显示 0.00 mg/L **$NO_2^-$–N** Underrange。



8. 擦干净比色管，放入样品适配器，按READ，结果显示 mg/L **$NO_2^-$–N**。

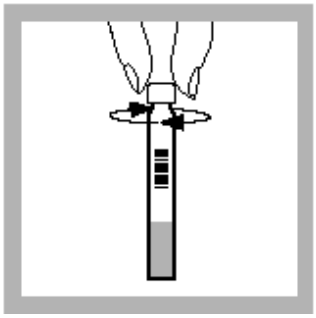


安恒公司 http://www.watertest.com.cn Tel:010-88018877(北京) 021-63176770(上海)

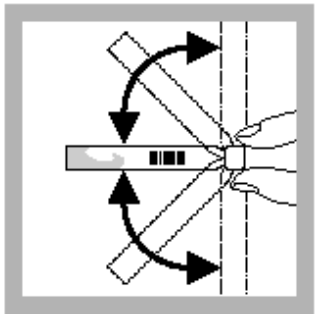
## 氨氮 Salicylate Method UniCell™ Vials (1.5 to 45.0 mg/L $NH_4^+$)

1.在HACH PROGRAM下，选择程序**801 Ammonium, HCT 102.**， 按Start。

2.吸0.2mL样品到反应管。

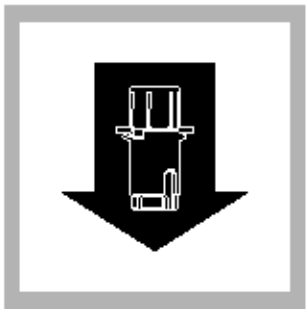


3. 立刻盖上亮绿色UniCap A（HCT 100-104 A）盖。

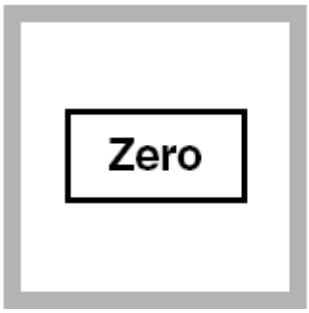


13.盖好反应管，倒转多次混合至完全溶解。

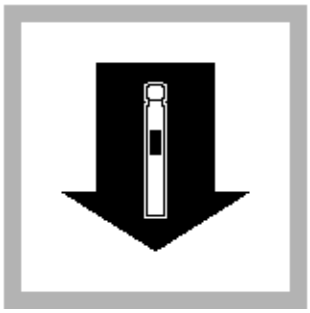
5．按 timer icon, 按 OK，十五分钟反应计时。



6. 安装好16-mm样品适配器，擦干净反应管，放入。反应时间到，把白色盖空白管放入。




7. 按ZERO，显示 0.00 mg/L **NH4+** Underrange。



8. 擦干净比色管，放入样品适配器，按READ，结果显示 mg/L$NH_4^+$。

注：样品需调 PH 到 4-9。在反应开始后 15-30 分钟内完成分析。

注：**氨氮 Salicylate Method UniCell™ Vials (0.05 to 1.50 mg/L NH4+)使用相似的分析方法，程序选择802，取样品5ml。**

# DR/2400 高量程氨氮分析方法

**方法号：10031**　　**测量原理：水杨酸法**

**采用 Test'N Tube 方式测量**　　**HR 测量范围：0.4-50.0 mg/L $NH_3$-N**

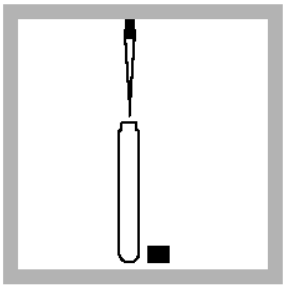
**应用范围：测量河流水、污水、海水中的氨氮**

## Tips and Techniques

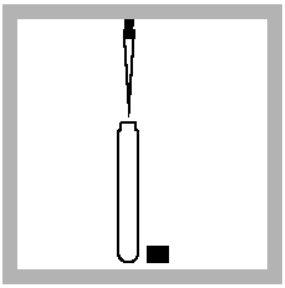
- 小体积的水样(0.1mL)的代表性会有不足，所以建议在测量前将水样尽量混合均匀，或者多测量几个平行样，或者尽量在不同的位置取样；
- 在将试管放入光度计之前，一定要将其外表擦干，同时也要将在试管表面的指纹擦掉；
- 水杨酸铵试剂中含有硝基铁氰化钠，根据美国联邦法律(RCRA)，含氰化物的溶液属于有毒有害废物，需要将其收集后处理。集中收集时，要保证该溶液的 pH>11，以防止氰化氢气体的泄漏；
- 如果水样中含有氨氮，最后的水样应该呈绿颜色；

## Test 'N Tube　　Method 10031

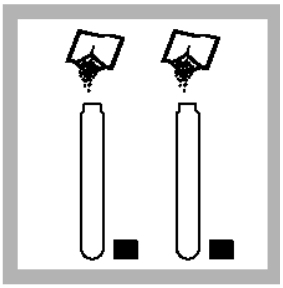
1.按"**Hach Programs**"，选择程序"**343N，Ammonia HR TNT**"，然后按下"**Start**".



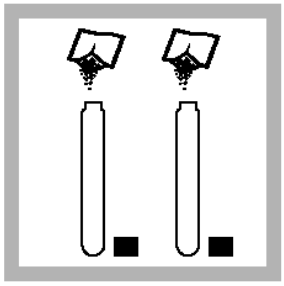
2. 加 0.1ml 的水样于一个测定高量程氨氮的 AmVer 稀释试剂 TNT 管（此为待测水样）



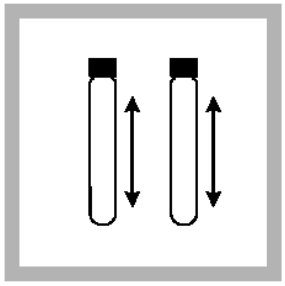
3. 加 0.1ml 的无氨水于一个测定高量程氨氮的 AmVer 稀释试剂 TNT 管（此为空白）



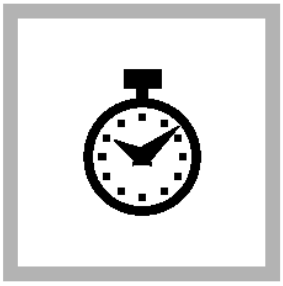
4. 在每个 TNT 管中加入一个氨水杨酸试剂粉枕，此试剂适用于 5mL 水样的测量



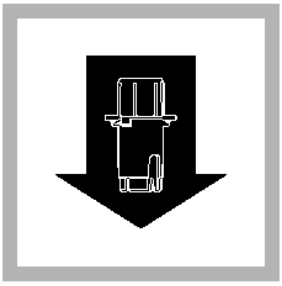
5. 在每个 TNT 管中加入一个氨氰尿酸试剂粉枕



6. 盖紧盖子并振荡使粉剂彻底溶解



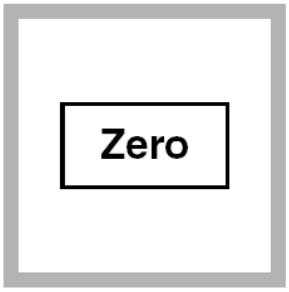
7. 按下计时器的按钮，然后按下"**OK**"，启动一个 20 分钟的反应程序



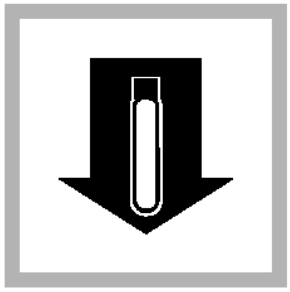
8. 擦干装有空白试剂的 TNT 管，将其放入比色计的管形适配器中；



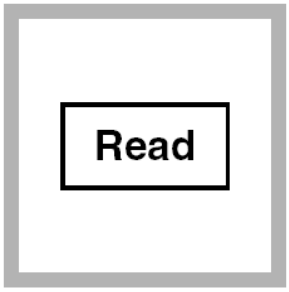
安恒公司　http://www.watertest.com.cn　Tel:010-88018877(北京)　021-63176770(上海)




9. 按下“**Zero**”，屏幕显示“**0.0mg/L $NH_3$-N**”



10. 擦干样品管后，将其放入比色计比色，氨氮的浓度将以“mg/L $NH_3$-N”的形式显示出来




11. 按下“**Read**”，屏幕显示“**XX.Xmg/L $NH_3$-N**”，则为水样的测量结果

**干扰物质：**

在某些实验室中，空气中的灰尘会对测试用的空白样品造成污染，所以最好在处理水样之前就制备好测量需要的空白溶液，如果已经开始处理待测水样的话，最好在另外的实验室中制备需要的空白溶液。

| 干扰物质名称 | 干扰物质最大允许含量及消除干扰的办法 |
|---|---|
| 酸或者碱 | 将水样的 pH 值调节至中性：对于酸性水样，加入 1N 的氢氧化钠；对于碱性水样，加入 1N 的盐酸 |
| 钙 | 最大允许含量 50,000 mg/L，以 $CaCO_3$ 计 |
| 氨基乙酸、联胺 | 会导致被测水样的颜色加深 |
| 镁 | 最大允许含量 300,000 mg/L，以 $CaCO_3$ 计 |
| 铁 | 可以按照以下步骤扣除铁的干扰：<br>1. 测量水样中总铁的含量<br>2. 在第 4 步操作之前，在空白溶液中加入同样浓度的铁 |
| 亚硝酸盐 | 最大允许含量 600 mg/L，以 $NO_2$－N 计 |
| 硝酸盐 | 最大允许含量 5,000 mg/L，以 $NO_3$－N 计 |
| 正磷 | 最大允许含量 5,000 mg/L，以 $PO_4$－P 计 |
| 硫酸盐 | 最大允许含量 5,000 mg/L，以 $SO_4$ 计 |
| 硫化物 | 硫化物会导致产生过深的颜色，可以按照以下步骤扣除硫化物的干扰：<br>1. 在 500mL 厄氏容量瓶中，加入 350mL 待测水样；<br>2. 加入一份硫化物抑制试剂(Hach #2418-99)，摇匀<br>用滤纸(Hach #692-57)过滤待测水样， |
| 浊度、颜色 | 会导致测量结果偏高。如果干扰过大，建议对水样先进行蒸馏，可以采用 HACH 公司的通用蒸馏用装置 (Hach #22653-00) |

**水样的采集、保存和存放：**

将水样采集到干净的玻璃、塑料容器中，而后立即就进行测量会得到最真实的结果。如果确定水样中含有氯化物，则需要在 1L 的水样中，每含有 0.3 mg/L $Cl_2$ 中加入一滴 0.1N 的硫代硫酸钠(Hach #323-32)；水样必须在 pH≤2 的条件下储存，或者至少要在水样中加入 2mL 的盐酸(Hach #134-49)；水样的储存温度

不能高于 4℃，最多可以保存 28 天；储存中的水样，在进行测量之前，需要将其温度与室温相同，用 5.0N 的氢氧化钠 (Hach #2450-26) 将水样的 pH 调节到 7.0 左右。

**方法的有效性：**

**测量精度**：采用 10.0 mg/L $NH_3$-N 的标准溶液得出

| Program | 95% Confidence Limits of Distribution |
|---|---|
| 343 | 8.9–11.1 mg/L $NH_3$–N |

**测量灵敏度**：

| Portion of Curve | ΔAbs | ΔConcentration |
|---|---|---|
| Entire range | 0.010 | 0.4 mg/L $NH_3$–N |

| 名称 | 包装数量 | 货号 |
|---|---|---|
| **需要的试剂：** | | |
| 高量程氨氮测试试剂，Test'N Tube，<br>Reagent Set, High Range Test'N Tube™ AmVer™ Nitrogen Ammonia | 50 次测量用 | 26069-45 |
| | | |
| **需要的操作工具** | | |
| 微型漏斗 (用于试剂的添加) Funnel, micro (for adding reagent) | 一个 | 25843-35 |
| 微量取液器，Pipet, TenSette, 0.1 to 1.0 mL | 一个 | 19700-01 |
| 微量取液器的取液头，Pipet Tips, for TenSette Pipet 19700-01 | 50 个/包 | 21856-96 |
| | | |
| **标准溶液** | | |
| 氨氮标准溶液，10 mg/L $NH_3$-N | 500mL | 153-49 |
| 氨氮标准溶液，100 mg/L $NH_3$-N | 500mL | 24065-49 |
| 氨氮标准溶液，150 mg/L $NH_3$-N，10 mL PourRite 安培瓶装 | 16 个/包 | 21284-10 |
| 氨氮标准溶液，50 mg/L $NH_3$-N，10 mL Voluette 安培瓶装 | 16 个/包 | 14791-10 |
| 去离子水 | 4 L | 272-56 |

# 低量程氨氮分析方法

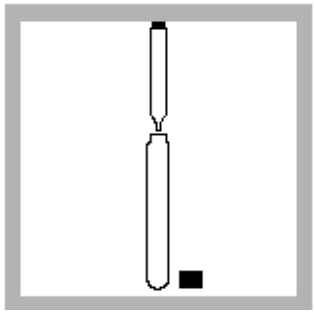
**方法号：10023** **测量原理：水杨酸法**

**采用 Test'N Tube 方式测量** **LR 测量范围：0.02-2.5 mg/L $NH_3$-N**

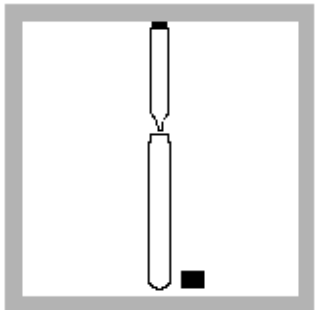
**应用范围：测量河流水、污水、海水中的氨氮**

- 在将试管放入光度计之前，一定要将其外表擦干，同时也要将在试管表面的指纹擦掉；
- 水杨酸铵试剂中含有硝基铁氰化钠，根据美国联邦法律(RCRA)，含氰化物的溶液属于有毒有害废物，需要将其收集后处理。集中收集时，要保证该溶液的 pH>11，以防止氰化氢气体的泄漏；
- 如果水样中含有氨氮，最后的水样应该呈绿颜色；

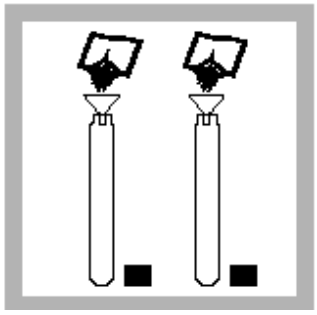
1.按“**Hach Programs**”，选择程序“**342N，Ammonia LR TNT**”，然后按下“**Start**”.



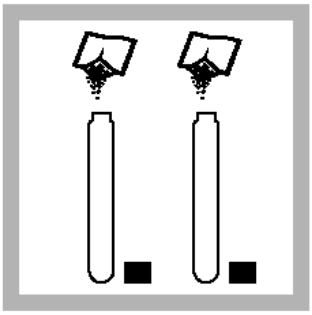
2. 加 2ml 的水样于一个测定高量程氨氮的 AmVer 稀释试剂 TNT 管（此为待测水样）



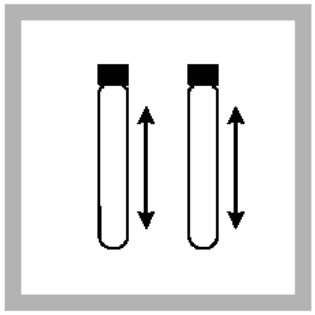
3. 加 2ml 的无氨水于一个测定高量程氨氮的 AmVer 稀释试剂 TNT 管（此为空白）



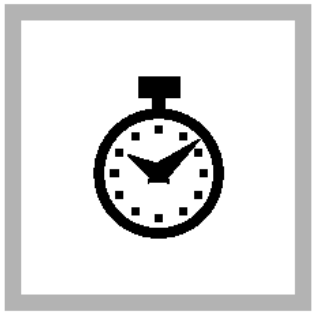
4. 在每个 TNT 管中加入一个氨水杨酸试剂粉枕。



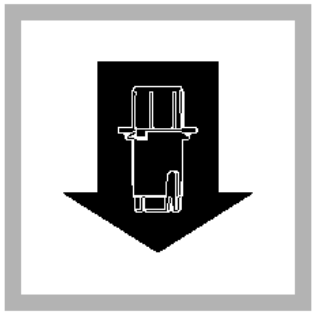
5. 在每个 TNT 管中加入一个氨氰尿酸试剂粉枕



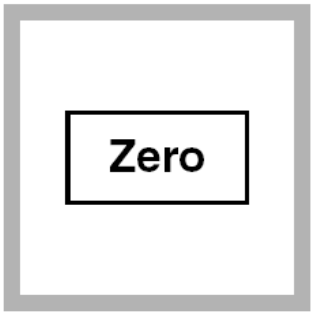
6. 盖紧盖子并振荡使粉剂彻底溶解



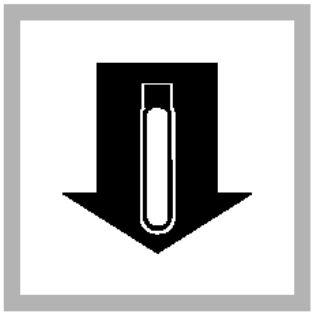
7. 按下计时器的按钮，然后按下“**OK**”，启动一个 20 分钟的反应程序



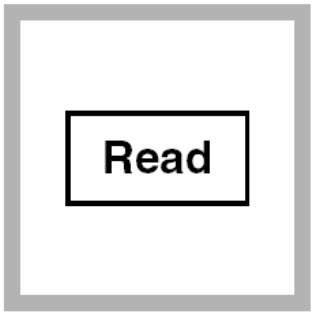
8. 擦干装有空白试剂的 TNT 管，将其放入比色计的管形适配器中；




9. 按下“**Zero**”，屏幕显示“**0.0mg/L $NH_3$-N**”



10. 擦干样品管后，将其放入比色计比色，氨氮的浓度将以“mg/L $NH_3$-N”的形式显示出来

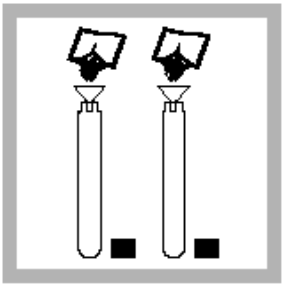



11. 按下“**Read**”，屏幕显示“**XX.Xmg/L $NH_3$-N**”，则为水样的测量结果

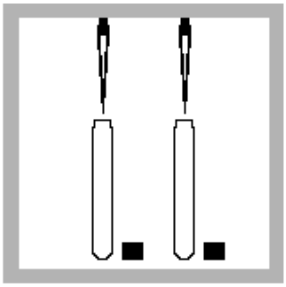
## NITROGEN，TOTAL 总氮 LR(TNT 法 0.5-25mg/L N)

**（方法号：10071）**

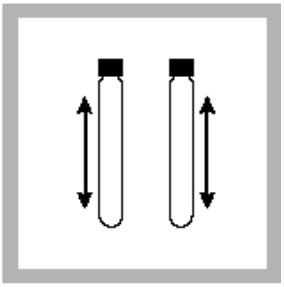
1、打开 COD 加热器，预热至 105℃左右。



2、取 2 支低浓度总氮试剂管，并用漏斗各加总氮过硫代物药剂于其内。

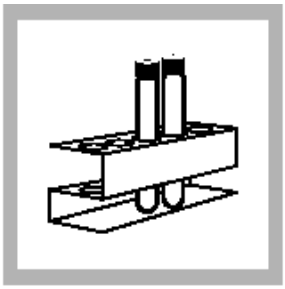


3、取 2 ml 水样加入其中一管，为待测组；另取 2 ml 无氨水（蒸馏水、纯水）加入另一管，做为空白组。放入 COD 加热器内，加热 30 分钟。



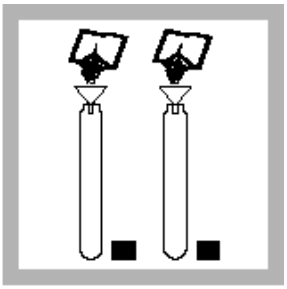
4、旋紧盖子后，充分摇晃 30 秒，加热 30 分钟后，

5、放入 COD 加热器内，加热 30 分钟。

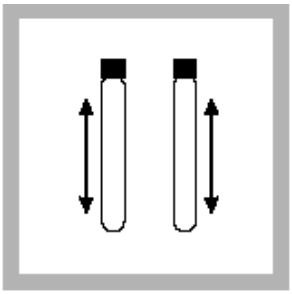


6、从加热器上取下二比色管待其冷却至室温。

7、使用HACH Program，选择350 N, Total TNT。按 START。

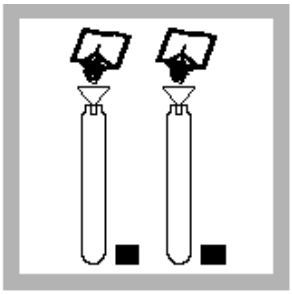


8、打开已冷却的二比色管盖子，再各加入总氮试剂 A。

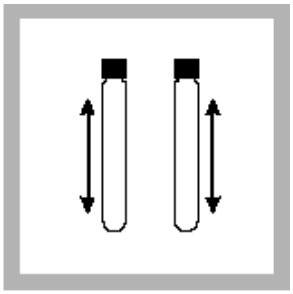


9、再旋紧盖子，摇晃 15 秒后。

10、按下Timer icon,按OK，进行3分钟计时。

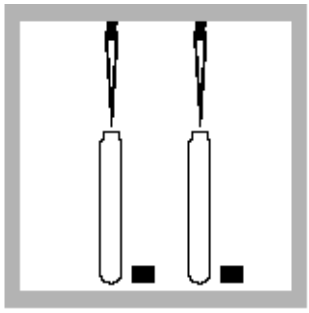


11、反应时间到，再各加入总氮试剂 B 。

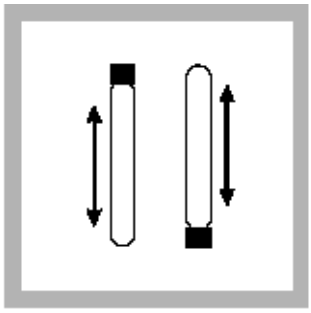


12、再旋紧盖子，摇晃 15 秒。注：此时溶液应量黄色。

13、按下 Timer icon, 按 OK，进行 3 分钟计时。



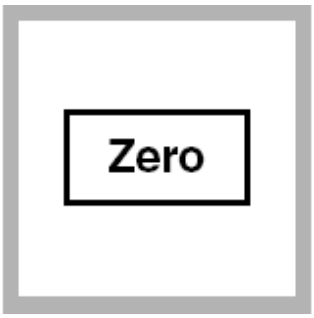
14、反应时间到，再各加入总氮试剂 C。



15、再旋紧盖子，慢慢摇晃。此时管会热。

16、按下 Timer icon, 按 OK，进行 5 分钟计时。此时颜色会加强。

14. 安装16-mm适配器。




18. 按下 Zero 功能键，屏幕将显示 0mg/L N。

19. 以待测管置换空白管。

20. 按READ，屏幕即显示水样总氮含量

**干扰**

下表中的物质经过测试，发现在所示水平范围内不干扰（mg/L)：

| 物质 | 测试最大的水平（mg/L） |
|---|---|
| 钡 | 2.6 |
| 钙 | 300 |
| 铬(3+) | 0.5 |
| 铁 | 2 |
| 铅 | 6.6 ppb |
| 镁 | 500 |
| 有机碳 | 150 |
| pH | 13 pH单位 |
| 磷 | 100 |
| 硅 | 150 |
| 银 | 0.9 |
| 锡 | 1.5 |

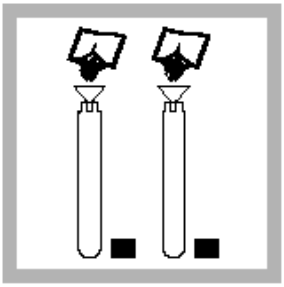
使浓度改变10%的干扰物质

| 物质 | 水平和影响 |
|---|---|
| 溴化物>60ppm | 正干扰 |
| 氯化物>1000 ppm | 正干扰 |

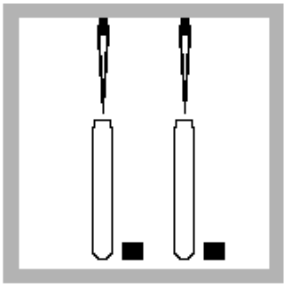
## NITROGEN，TOTAL 总氮 HR (TNT 法 10-50mg/L N)

**（方法号：10072）**

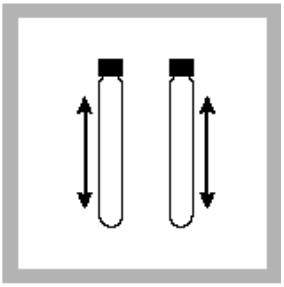
1、打开 COD 加热器，预热至 105℃左右。



2、取 2 支高浓度总氮试剂管，并用漏斗各加总氮过硫代物药剂于其内。

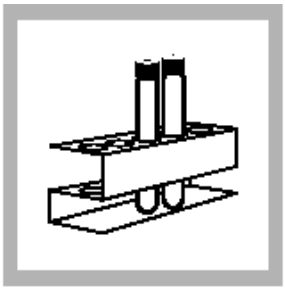


3、取 0.5 ml 水样加入其中一管，为待测组；另取 0.5 ml 无氨水（蒸馏水、纯水）加入另一管，做为空白组。放入 COD 加热器内，加热 30 分钟。



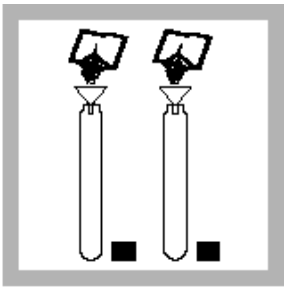
4、旋紧盖子后，充分摇晃 30 秒，加热 30 分钟后，

5、放入 COD 加热器内，加热 30 分钟。

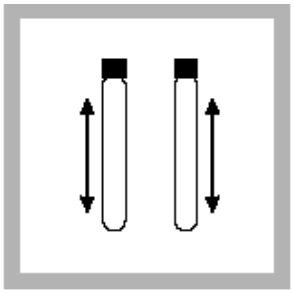


6、从加热器上取下二比色管待其冷却至室温。

7、使用HACH Program，选择395 N, Total HR TNT。按START。

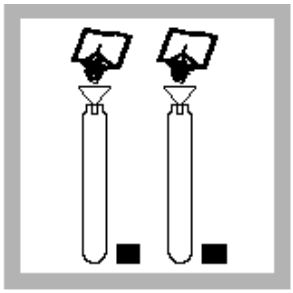


8、打开已冷却的二比色管盖子，再各加入总氮试剂 A。

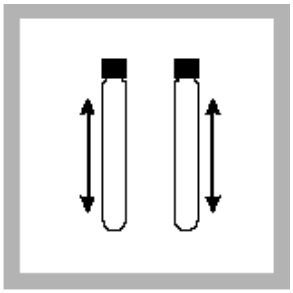


9、再旋紧盖子，摇晃 15 秒后。

10、按下Timer icon,按OK，进行3分钟计时。

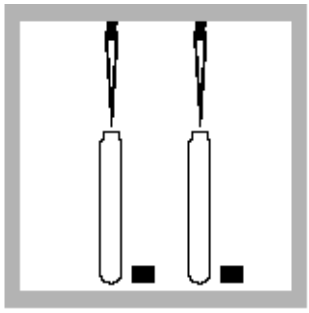


11、反应时间到，再各加入总氮试剂 B 。

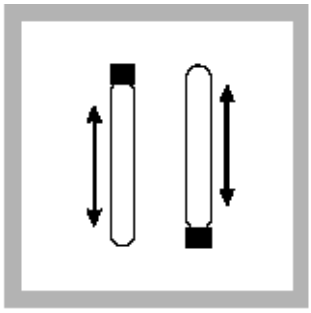


12、再旋紧盖子，摇晃 15 秒。注：此时溶液应量黄色。

13、按下 Timer icon, 按 OK，进行 3 分钟计时。



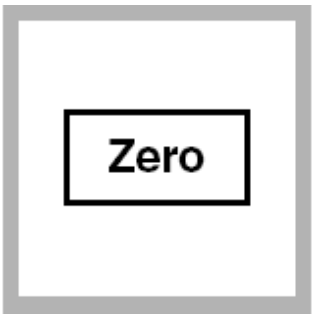
14、反应时间到，再各加入总氮试剂 C。



15、再旋紧盖子，慢慢摇晃。此时管会热。

16、按下 Timer icon, 按 OK，进行 5 分钟计时。此时颜色会加强。

15. 安装16-mm适配器。



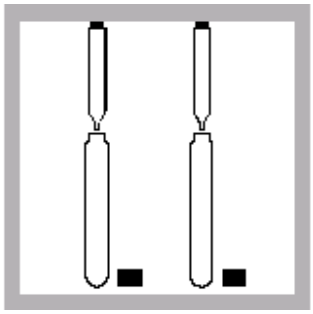

18. 按下 Zero 功能键，屏幕将显示 0mg/L N。

19. 以待测管置换空白管。

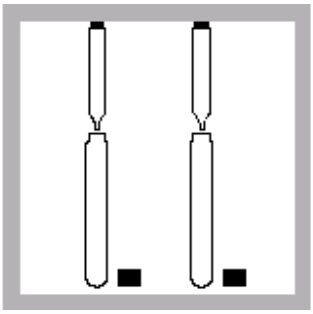
20. 按READ，屏幕即显示水样总氮含量

## 总无机氮 0.2~25.0 mg/L N 三氯化钛还原法TNT瓶，需要离心(10021)

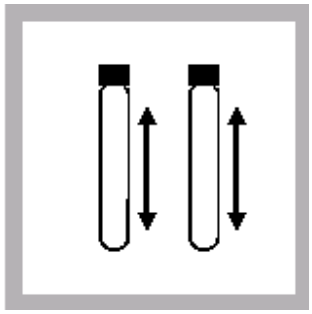
1. 在 HACH PROGRAM下，选择总无机氮TNT的程序编号346，按START。
注：分析前调节样品的pH。



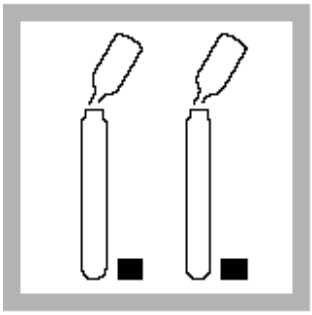
2. 分别移取1 mL总无机氮预处理碱式浓缩液到两个总无机氮预处理稀释瓶中。



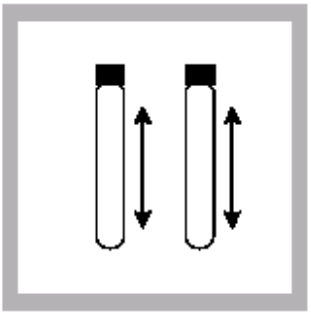
3. 移取1 mL样品到一个瓶中（样品），移取1mL去离子水到另一瓶中（空白试样）。盖好瓶盖，摇晃30秒混合。



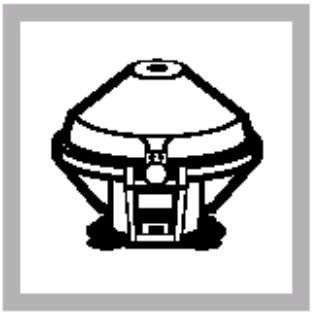
4. 盖上盖子，倒置均匀。



5. 从两个总无机氮还原剂安培瓶中分别倒出内容物到样品和空白的TIN稀释瓶中。注：为了安全，打开安培瓶时戴上手套。
注：立即会形成黑色沉淀。

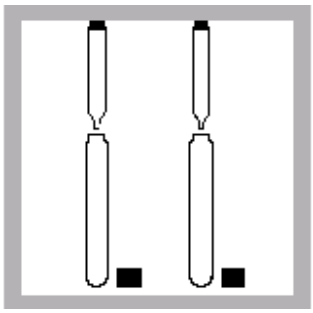


6. 盖上瓶盖，轻轻摇晃30秒使试剂混合。让瓶静置至少一分钟。
注：摇晃后沉淀应依然是黑色，过分摇晃会生成白色沉淀，结果偏低。

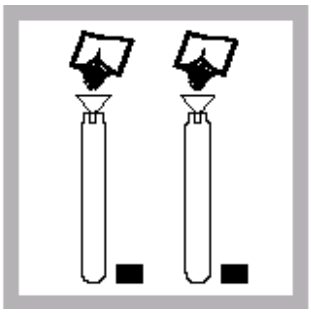


7. 把管放入离心机内。
注：不离心，固体都会沉下来，但需要 30 分钟左右。

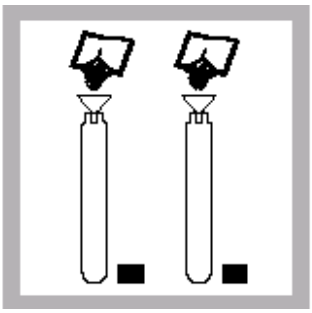
8. 让瓶离心3分钟或等固体沉到瓶底。按TIMER ICON，按OK，开始3分钟计时。



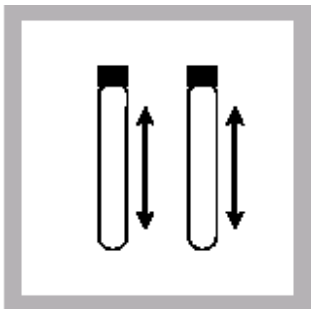
9. 取走两个用于低含量氨氮的AmVer稀释试剂测试管的瓶盖，用移液管加入2mL离心后的样品到其中一个管中，加入离心后的空白到另一个管中。作上相应的标记。.
注：小心移取，避免搅动沉淀。



10. 用漏斗分别加入一包氨水杨酸试剂粉包（用于5mL样品）到每个瓶中。



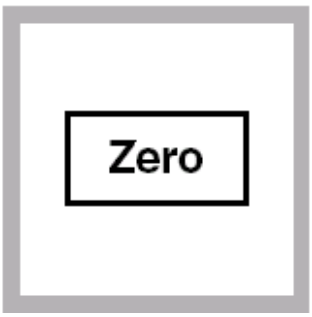
11. 用漏斗分别加入一包氨氰尿酸盐试剂粉包（用于5mL样品）到每个瓶中。



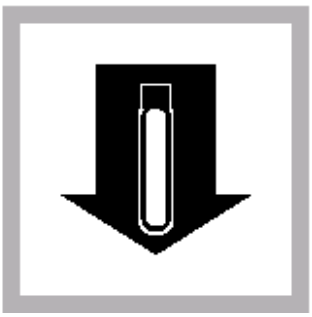
12. 把瓶盖盖严实，强烈摇晃使粉末溶解。
注：如存在无机氮，将呈现绿色。

13. 按TIMER ICON，按OK，开始20分钟计时。

14. 将测试管适配器放入比色瓶槽中，当计时器鸣叫时，用毛巾清洁瓶外侧，将空白试样放入样品瓶槽。



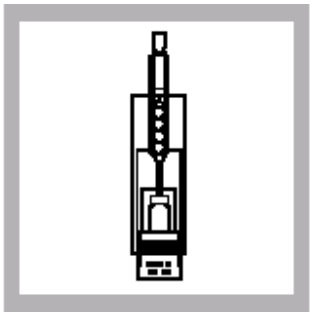

15. 按 ZERO，屏幕显示：0.0 mg/L N。



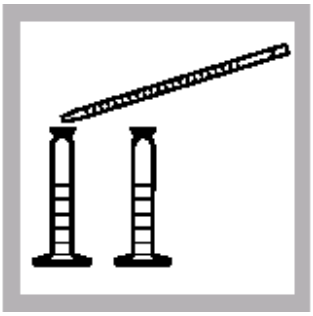
16. 将待测样品放入样品瓶槽，屏幕将显示总无机氮的含量，单位为mg/L。
注：结果可用氨(NH3)或$NO_3^-$来表示。

## 总凯氏氮 1~150.0 mg/L Nessler法(需要消化) 方法号：8075

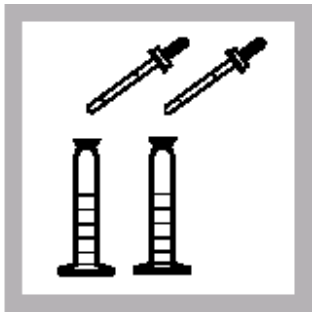
1.在 HACH PROGRAM下，选择总凯氏氮程序编号，399 Nitrogen, TKN，按START。



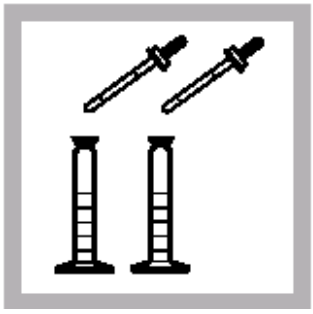
2. 消化所需量的样品，消化相同量的去离子水作为空白。



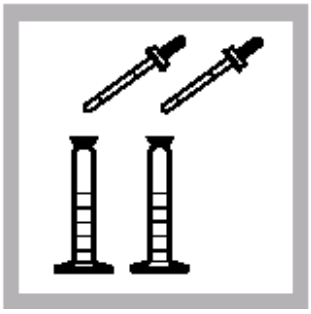
3. 选择消化样品的适当的分析体积，分别移取分析体积量的样品和空白到相应的25mL混合量筒中。



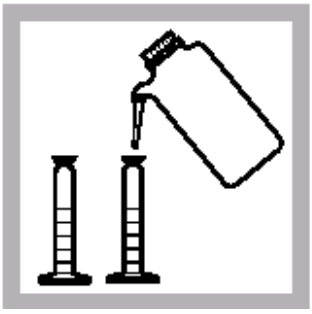
4. 分别加入一滴TKN 指示剂到每个量筒中。



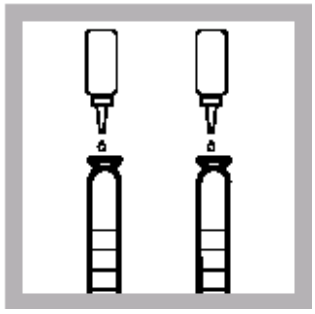
5. 如多于1ml，加入几滴8.0 N KOH 到每个量筒中直到第一次闪现蓝色，盖好盖子，每次加入试剂后充分混合。如分析体积少于1mL，不加KOH，进行步骤6。



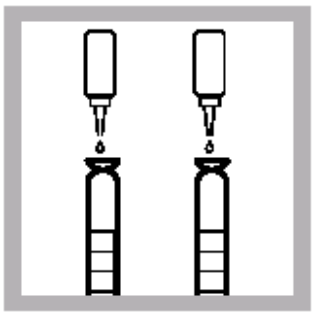
6. 分别加入1.0 N的KOH到每个量筒中，一次一滴，每次加入后混合，直到出现第一次持久的蓝色。



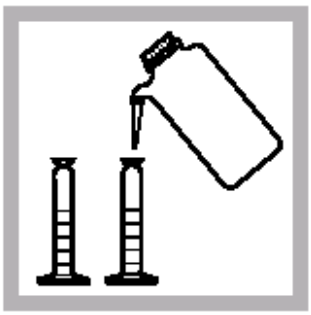
7. 往两个量筒中都装入去离子水至20mL刻度。



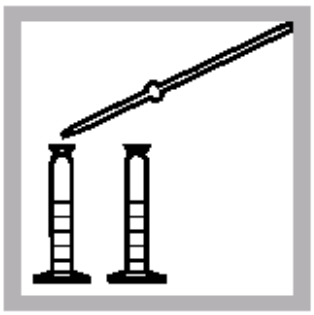
8. 分别加入3滴Mineral Stabilizer到量筒中，盖好盖子。混合。



9. 分别加入3滴 Polyvinyl Alcohol Dispersing 试剂到量筒中，盖好盖子，混合。

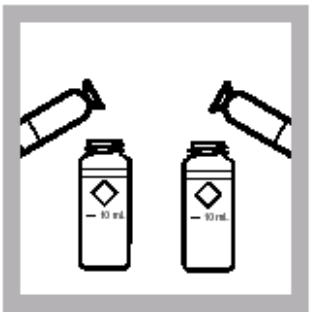


10. 往两个量筒中都装入去离子水至25mL刻度。 盖好盖子，混合。



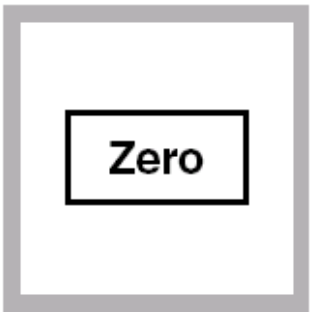
11.分别移取1.00 mLNesslers试剂到量筒中，盖好盖子，混合。溶液不应浑浊。浑浊会引起错误结果。

12. 按TIMER ICON，按OK，开始2分钟计时。



13. 计时器鸣叫时，将量筒中的内容物分别倒入相应的25mL比色瓶中。

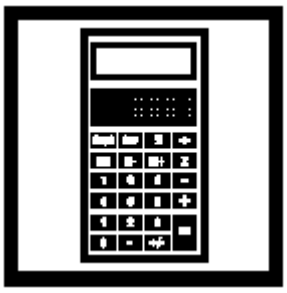
14. 将空白试样放入比色瓶槽。




15. 按ZERO，屏幕显示：0.0 mg/L TKN。

16. 将待测试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。结果显示总凯氏氮的含量，单位为mg/L。

注：当样品总量为25mL，分析体积为3mL时，读数是总凯氏氮的实际浓度；当采用其它体积时，实际浓度应用步骤17中的公式计算。



17. 计算样品的TKN：ppm TKN $= \frac{75XA}{BXC}$

A=屏幕显示的读数，mg/L。

B=消化所用的样品，g 或 mL 水

C=消化样品的分析体积，mL

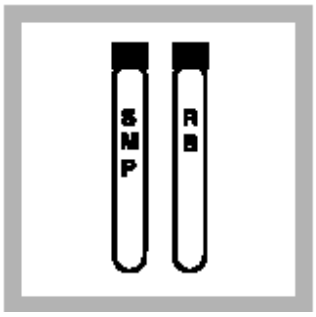
## 总有机碳　　直读法HR, (100 to 700 mg/L C)　（方法号：10128）

1. 开启COD反应器，加热到103-105 °C。将塑料罩放在反应器前面。

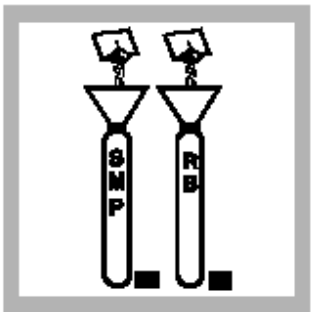
2. 用量筒加入10mL样品到50-mL的带搅拌棒的锥形瓶中。

3. 加入 0.4 mL pH 2.0.的缓冲溶液。
注：用pH试纸检验，确保样品pH为2。

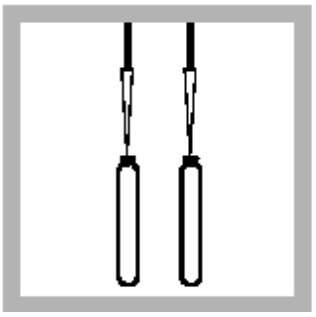
4. 将锥形瓶放在搅拌台上，用中速搅拌10分钟。




5．标记两个高含量酸消化瓶，分别为“样品”和“试剂空白”。




6．用漏斗各加入一包TOC Persulfate粉包到酸消化瓶（无色液体）。

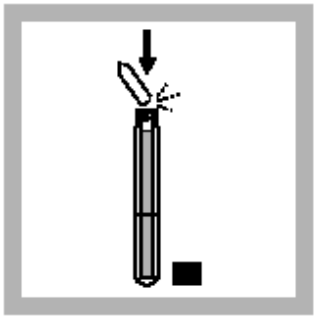


7.用TenSette 移液管分别加入0.3 mL不含有机物的水到试剂空白的瓶中，加入0.3mL待测试样到样品瓶中，混合。

8.用去离子水冲洗两个蓝色指示剂安培瓶，用软的不含麻的布拭擦。
注：拭擦后不要碰到安培瓶的边，从顶部拿取。

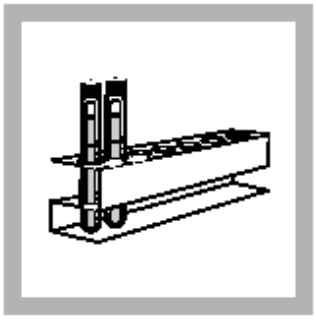


安恒公司　http://www.watertest.com.cn　Tel:010-88018877(北京)　021-63176770(上海)



9. 将未开封的安培瓶放入酸消化瓶中，当安培瓶的刻度与酸消化瓶顶部平齐时，折断安培瓶的顶部，让其落入酸消化瓶。注：将安培瓶插入后，不要反转或倾斜组合瓶，以防止指示剂与酸消化瓶中的试剂混合。

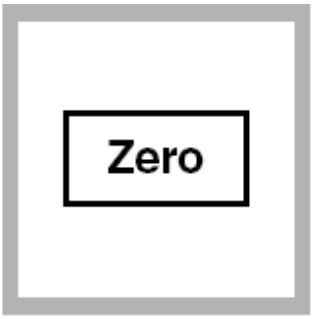
10. 把组合瓶盖严实，并将它放入COD反应器2小时，温度103-105 °C.



11. 小心将组合瓶从反应器中取出，将它放入试管架。为得到准确结果，让瓶子冷却1小时。溶液应该是深蓝色。

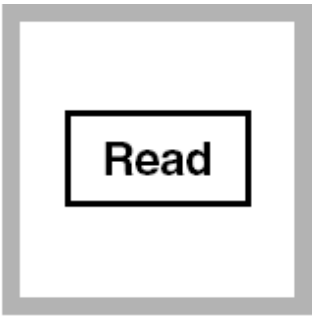
12. 在 *HACH PROGRAM*.下，选择高含量TOC法程序编号426，按START。

13. 安装16-mm适配器。用湿毛巾擦试剂空白样，将试剂空白瓶装配入适配器。




14. 按 ZERO.，屏幕显示：0 mg/L C。

15.把待试样品放入适配器内。




16.按READ，结果将显示C的含量，单位为mg/L。

**注：总有机碳　　直读法MR, (15 to 150 mg/L C)与此分析方法相似，程序选择425.**

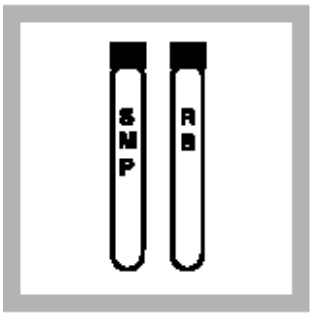
## 总有机碳 0.3 ~ 20.0 mg/L C 直读法 LR （方法号：10129）

1. 开启COD反应器，加热到103-105 ℃。将塑料罩放在反应器前面。
注：确保有安全装置。

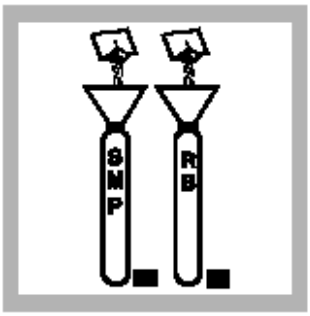
2. 用量筒加入10mL样品到50-mL的带搅拌棒的锥形瓶中。

3. 加入 0.4 mL pH 2.0.的缓冲溶液。
注：用pH试纸检验，确保样品pH为2。

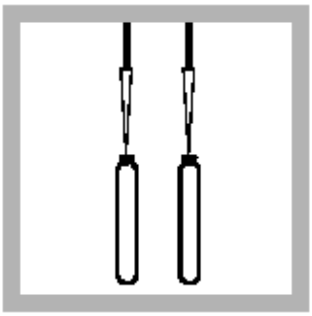
4. 将锥形瓶放在搅拌台上，用中速搅拌10分钟。




5. 标记两个低含量酸消化瓶，分别为“样品”和“试剂空白”。
注：对每系列的样品都需要试剂空白。

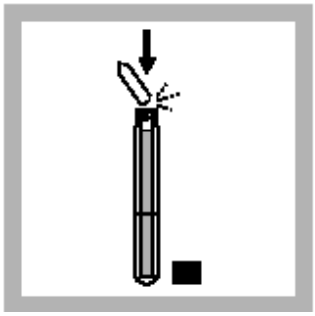



6. 用漏斗各加入一包 TOC Persulfate 粉包到酸消化瓶（无色液体）。



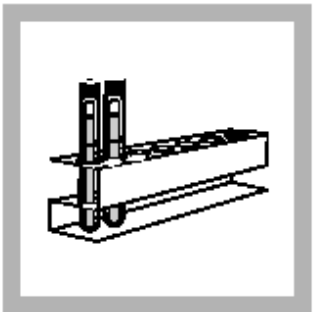
7.用TenSette 移液管分别加入3.0 mL不含有机物的水到试剂空白的瓶中，加入3.0mL待测试样到样品瓶中，混合。

8.用去离子水冲洗两个蓝色指示剂安培瓶，用软的不含麻的布拭擦。
注：拭擦后不要碰到安培瓶的边，从顶部拿取。



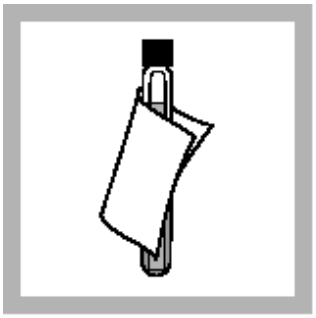
9. 将未开封的安培瓶放入酸消化瓶中，当安培瓶的刻度与酸消化瓶顶部平齐时，折断安培瓶的顶部，让其落入酸消化瓶。
注：将安培瓶插入后，不要反转或倾斜组合瓶，以防止指示剂与酸消化瓶中的试剂混合。

10. 把组合瓶盖严实，并将它放入COD反应器2小时，温度103-105 °C.

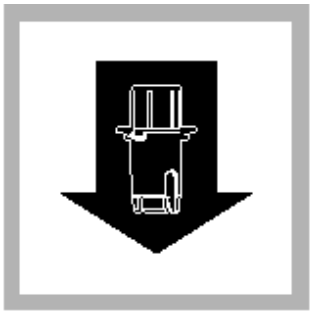


11. 小心将组合瓶从反应器中取出，将它放入试管架。为得到准确结果，让瓶子冷却1小时。注：试剂空白瓶中的液体为深蓝色。

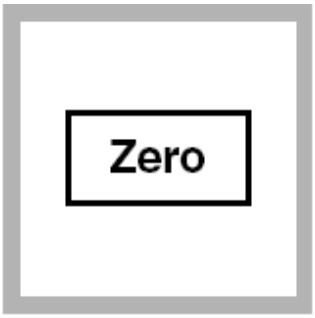
12. 在 *HACH PROGRAM*.下，选择高含量TOC法程序编号427，按START。



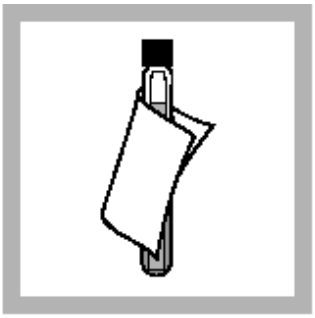
13. 用湿毛巾擦试剂空白，然后干毛巾擦，擦去指纹或其它印痕。



14. 将TNT适配器插入比色瓶模块。

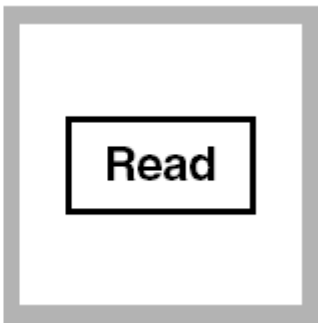



15. 按 ZERO.，屏幕显示：0.0 mg/L C。



16. 用湿毛巾擦待测试样，然后干毛巾擦，擦去指纹或其它印痕。

17.将样品瓶装配入适配器。



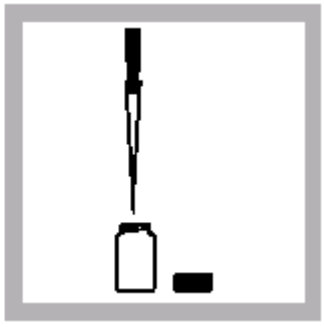

18.按READ，结果将显示C的含量，单位为mg/L。

## COD 三价锰消化法 (包括除氯装置)(20 to 1000 mg/L COD)

方法号：10067

1．在制备空白和样品期间，开启COD反应炉，加热到150°C。

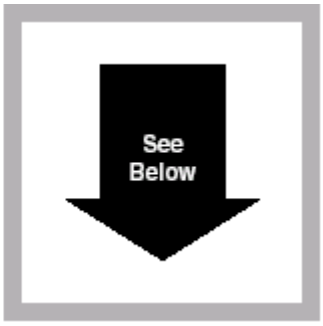
2．用搅拌机混合100mL样品30秒。
注：混合使固体分配均匀，并提高精确性和重现性。
注：如存在悬浮固体，不断混合样品。



3．用移液管或吸量管吸取9.0mL均匀的样品到一个空的玻璃混合瓶中。

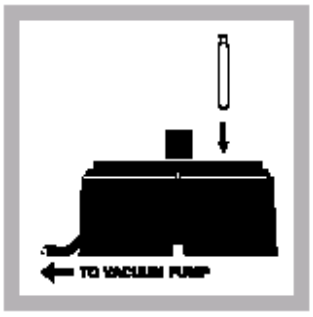
4．用自动分配器或TenSette吸量管加入1.0mL浓硫酸到混合瓶中。

5．将盖盖严实，倒转多次，溶液变热。冷却到室温再继续测试。

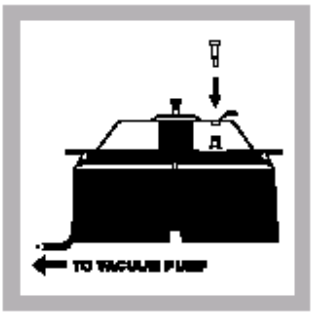



6．继续完成以下除氯步骤。

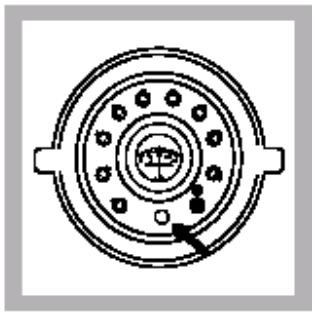
1.VPD应与真空泵相连（不是吸气型的真空泵），并能产生20-25英寸汞柱的真空度。



2. 标记每个三价锰COD瓶，取走瓶盖。将瓶放入真空预处理装置（VPD）的孔中。

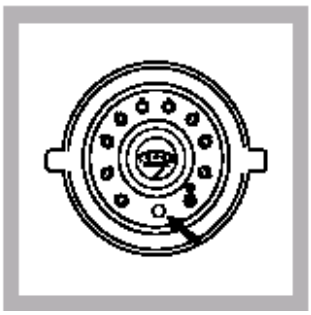


3. 放入VPD盖，在每个三价锰COD试剂瓶上直接插入一个新制的Chloride Removal Cartridge (CRC)，用盖子塞好VPD上所有的开口。



4. 打开真空泵，调节真空调整阀使内标读数为20英寸水。

5. 量取 0.60 mL酸化样品到CRC中，量取0.60mL酸化空白到另一个CRC中。液体从CRC中到每个瓶中需要30-45秒。
注：如样品在CRC中不流动，增加真空度，使液体流动后再将真空度调低到20英寸水继续操作。

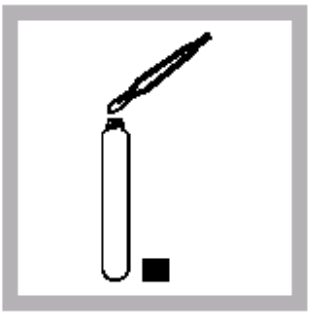


6. 完全关闭真空调整阀，达到完全真空。1分钟后，打开VPD真空调整阀释放真空。
注：最大的VPD真空度为40英寸水，而完全真空为20-25英寸汞。

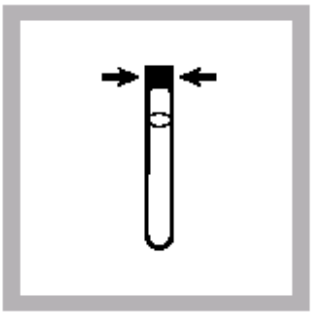
7. 关真空泵，取走VPD盖。

8. 继续测量步骤。

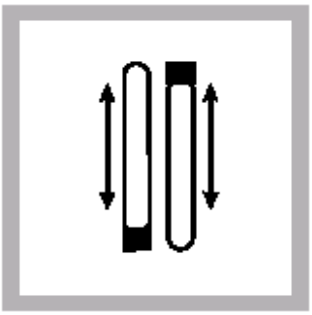
1．用镊子取走每个CRC上的滤器



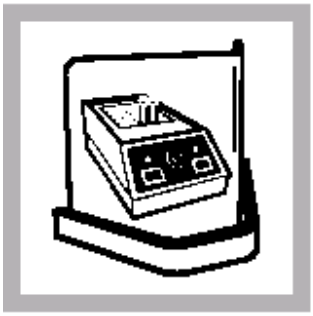
2．将每个滤器放入相应的三价锰COD瓶。



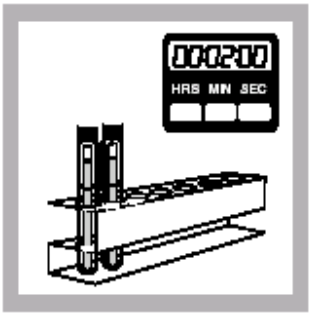
3．换上原有的盖子，旋紧。



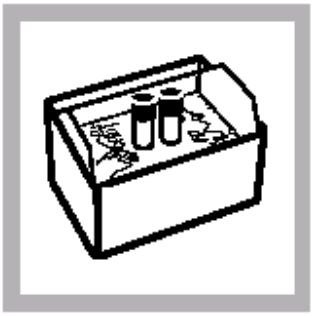
4．倒置摇均匀。



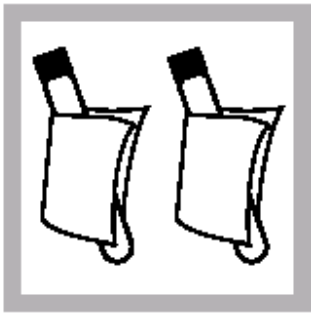
1. 将瓶放入已预热到150°C的COD反应炉中，消化一小时。




2. 将瓶放在冷却架上两分钟。注：如果溶液上层无色而下层紫色，倒转瓶几次再继续测试。这样不影响测试结果。

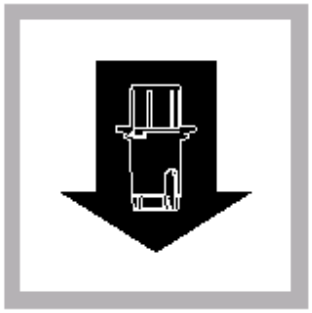


3．然后用水浴或自来水使其冷却到室温

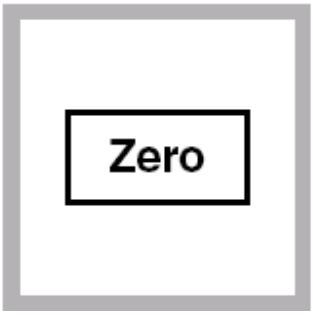


4. 从水中取走瓶，用干净的纸巾擦瓶。混合。

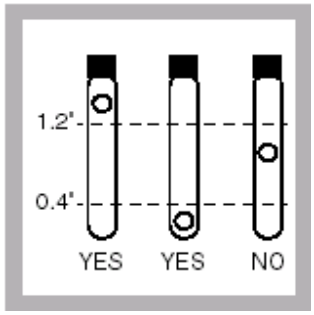
5．在 HACH PROGRAM下，选择三价锰COD法程序编号432，按START。



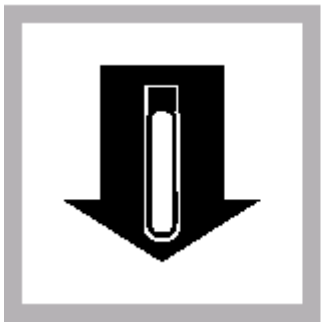
6．安装16-mm适配器，并放入空白样。



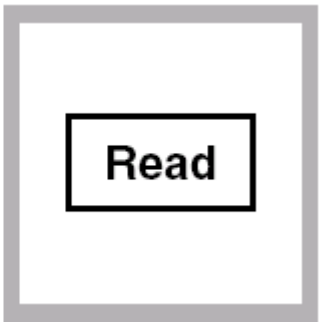

7．按ZERO，显示**0 mg/L CODMn。**




8．如氯化物被除去，确保滤片不是在瓶的中间，因这会干扰仪器读数。注：滤片应离底部多于30mm或少于10mm。



9．擦干净，放入样品。




10．按READ，显示COD Mn浓度

干扰

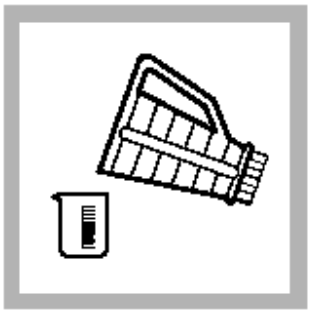
存在较多无机物时，由于其同样被三价锰氧化，将产生正干扰。氯化物是最常见的干扰，可用Chloride Removal Cartridge预处理除去。如已知不存在或仅有少量氯化物，可不进行预处理。鉴定氯化物是否干扰的一个简单途径是：对除氯化物和不除氯化物的样品进行常规测定，并比较结果。

其它无机物干扰物（如，亚硝酸盐，亚铁，硫化物）一般存在的量不大，必要时，用各自的测量方法测出这些干扰物的含量，然后相应地调整最后的 COD测试结果。存在氯化物时，氨氮会干扰，否则不然。

## 化学需氧量　反应消化法(所有 COD 范围)　（方法号：8000）

1、将 500ml 试样以果汁机均匀搅拌 2 分钟。

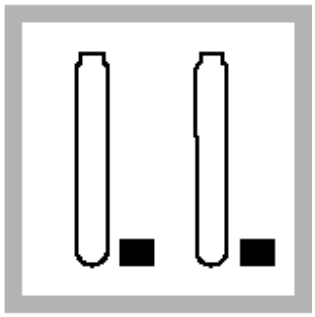
注：以果汁机搅拌可将固态物质打碎，以增加测试精确度。



2、测试范围 0~15,000mg/L 的试样，以 100mL 试样均匀搅拌后，倒入 250mL 烧杯。

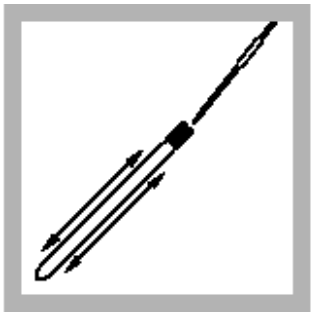
3、开启 COD 分解炉，预热至 150℃。

注意：加温时务必加上防护罩以免试管破裂喷溅。



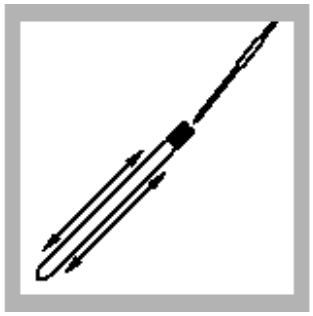
4、打开 COD 试剂瓶盖。

注：试剂对光敏感，应贮存在包装盒中，最好能放在冰箱。操作过程所接受的光量不会影响试剂品质。

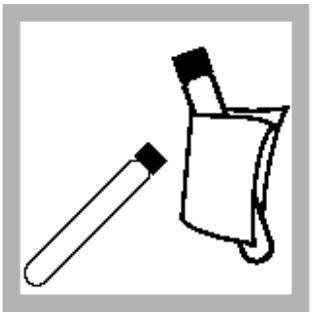


5、将试管斜放 45 度，加入 2ml 试样（测试 0 ~ 15,000 mg/L 时加 0.2mL 试样）。

注：试剂泄漏会影响精确度，且对皮肤造成伤害，一但皮肤沾上试剂，以流动的清水冲洗。

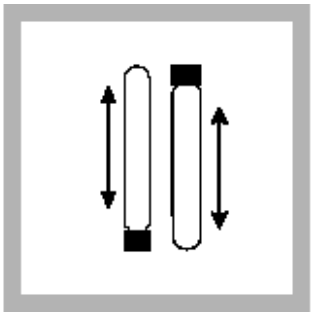


6、将试管斜放 45 度，加入 2ml 去离子水（测试 0 ~ 15,000 mg/L 时加 0.2mL 水）。



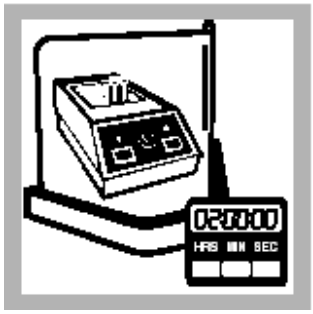
7、盖上试样瓶盖。

若有需要，用去离子水冲洗试瓶并用毛巾擦干。

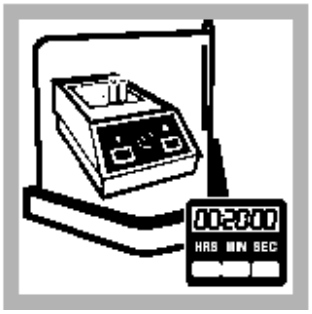


8、握住瓶盖充分摇晃混合，置于预热好的分解炉。

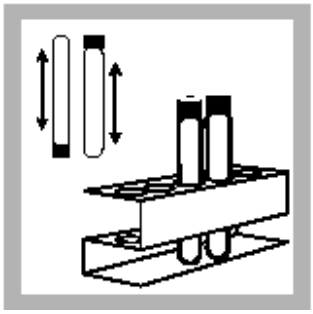
注：摇晃时试管会发热。




9、加热 2 小时。




10、关闭 COD 分解炉，待 20 分钟冷却。



11、充分摇匀，置于试管架待冷却至室温。

12. 选用不同量程的分析试剂。

注：若试样出现纯绿色，表试样浓度太高，可稀释后重测或更换试剂。

干扰

氯化物

当测定COD浓度时，氯化物是最主要的干扰。每个 COD瓶 含有可除去栏2所列水平氯化物干扰的硫化汞。含较高氯化物含量的样品应稀释。稀释样品使其能足够减低栏3所列水平的氯化物浓度。如果样品稀释后引起COD浓度太低无法正确测量，在加入样品之前，加入0.50g 硫酸汞到每个COD瓶中。额外的硫酸汞将使氯化物浓度最大提高到栏4所列水平。

| 使用的小瓶形式 | 样品中最大Cl–浓度(mg/L) | 稀释样品的建议Cl–浓度（mg/L） | 样品中最大Cl-浓度（加入0.5g HgSO4）（mg/L） |
|---|---|---|---|
| 超低含量 | 2000 | 1000 | NA |
| 低含量 | 2000 | 1000 | 8000 |
| 高含量 | 2000 | 1000 | 4000 |
| 超高含量 | 20,000 | 10,000 | 40,000 |

溴化物

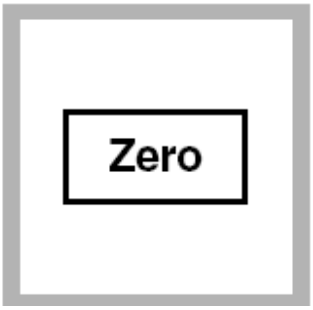
溴化物干扰不能用硫酸汞控制。

## 化学耗氧量 （LR 3~150.0 mg/L、HR 20-1500mg/L、UHR 200-15000mg/L COD 反应消化法

1、在 HACH PROGRAM 下，选择程序 430 COD LR 或者 435 COD HR，按 START。

2、以毛巾擦拭试管外壁。
注：先以湿毛巾擦拭，再以干毛巾擦去指印等污染。

3、将 16-mm 试管匣安装入测试箱。放入空白样。




4. 按 ZERO 归零，屏幕将出现“0.0mg/1 COD”。

5、将试样置入 DR4000 内，按 READ，即可测得 mg/L COD 浓度。

6、如果测试超高量程，结果乘以 10。

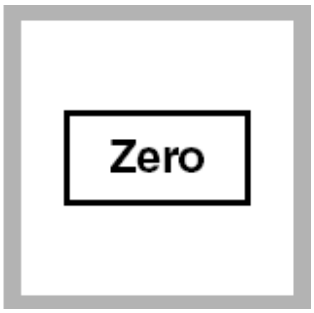
注：若结果显示 45mg/L 及/或 OVER，表示 COD 浓度太高，要将试样稀释或选用其它范围试剂。
注：可以OPTIONS FORM选择COD或$O_2$浓度，按ENTER回读出屏幕。

## 溶解氧, 6 ~ 800 µg/L $O_2$ 靛蓝胭脂红法LR （方法号：8316）

1. 在 HACH PROGRAM. 下，选择低含量溶解氧程序编号446，按 START。
注：须现场立即分析样品。

2. 往一个调零瓶子（空白试样）中装入至少10mL样品。

3. 将空白试样放入比色瓶槽。将真空安培瓶适配器放入比色瓶模块中，并用螺帽固定。




4. 按 ZERO，屏幕显示 0 µg/L $O_2$。

5. 往一个低含量溶解氧安培瓶中装入样品。
注：当安培瓶完全充满后，保持尖端被浸泡。
注：测量精确性，要用空白校正零点浓度。参照“精确度检查”的步骤。
注：安培瓶含有少量金属丝以保持试剂质量，溶液颜色呈黄色 。

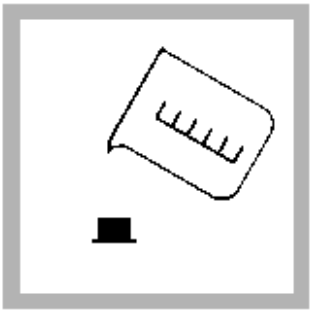
6. 立即将安培瓶放入瓶适配器，按 READ，屏幕将显示溶解氧的浓度，单位为 µg/L。

7. 用最早的读数。读数30秒内稳定，30秒之后，瓶内的溶液会吸收空气中的氧气。

## 溶解氧　0.3 ~15.0 mg/L $O_2$　HRDO法 HR　（方法号：8166）

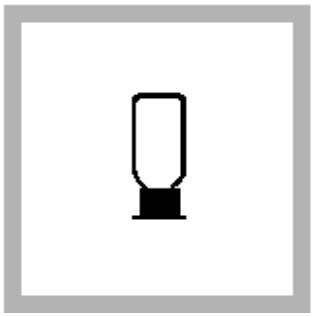
1. 在 HACH PROGRAM下，选择高含量溶解氧程序编号445，按START。
注：必须现场分析样品。

2. 往一个调零瓶子（空白试样）中装入至少10mL样品。

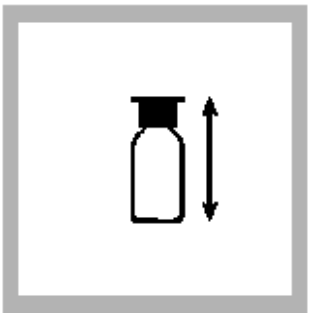


3. 往一个蓝色安培盖装入样品。将真空安培瓶适配器放入比色瓶模块中，并用螺帽固定。

4. 往一个高含量溶解氧安培瓶中装入样品。
注：当安培瓶完全充满后，保持尖端被浸泡。

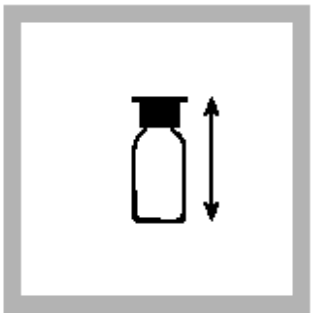


5. 不反转安培瓶，立即将充满样品的安培盖稳放在安培瓶的尖端上。

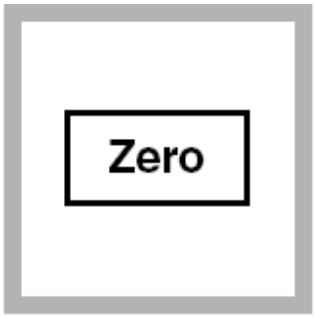


6. 摇晃瓶约30秒。
注：少量的未溶解的HRDO试剂不影响结果。

7. 按TIMER ICON，按OK，2分钟计时，使氧气溶解并反应。



8. 当计时器鸣叫时，摇晃安培瓶30秒。




9. 将空白试样放入比色瓶槽，按ZERO.，屏幕显示：0.0 mg/L $O_2$。

10. 将安培瓶放入比色瓶槽。

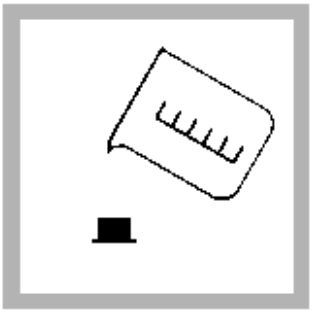
11.等大约30秒。

12. 按READ，屏幕将显示溶解氧的浓度，单位为μg/L。

## 溶解氧　1.0 ~40.0 mg/L $O_2$　HRDO法 UHR　（方法号：8333）

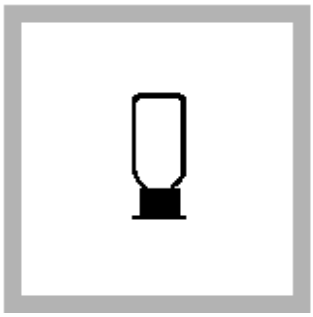
1. 在 HACH PROGRAM下，选择高含量溶解氧程序编号448，按START。
注：必须现场分析样品。

2. 往一个调零瓶子（空白试样）中装入至少10mL样品。

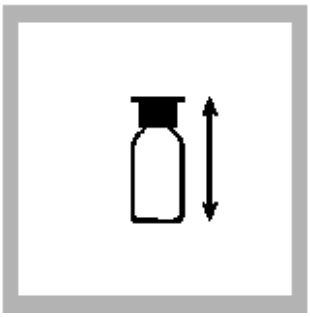


3. 往一个蓝色安培盖装入样品。将真空安培瓶适配器放入比色瓶模块中，并用螺帽固定。

4. 往一个高含量溶解氧安培瓶中装入样品。
注：当安培瓶完全充满后，保持尖端被浸泡。

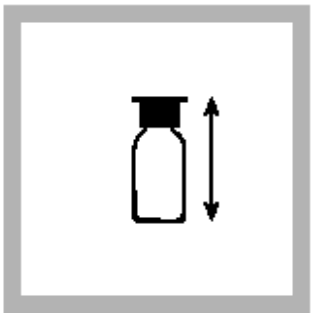


5. 不反转安培瓶，立即将充满样品的安培盖稳放在安培瓶的尖端上。



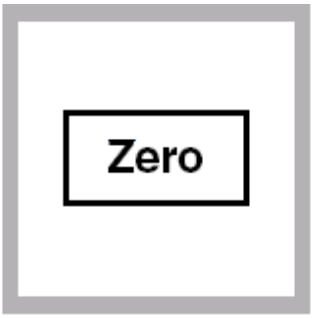
6. 摇晃瓶约30秒。
注：少量的未溶解的HRDO试剂不影响结果。

7. 按TIMER ICON，按OK，2分钟计时，使氧气溶解并反应。



8. 当计时器鸣叫时，摇晃安培瓶30秒。

9. 将空白试样放入比色瓶槽，。




10. 按ZERO.，屏幕显示：0.0 mg/L $O_2$

11. 将安培瓶放入比色瓶槽。

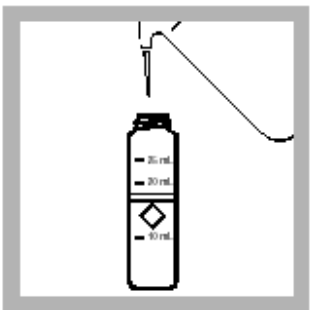
12. 按READ，屏幕将显示溶解氧的浓度，单位为μg/L。

## 氧 SCAVENGERS 铁还原法 （方法号：8140）

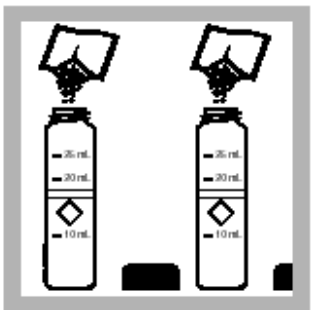
5-600 μg/L卡巴阱；3-450 μg/L DEHA；9-1000 μg/L 对苯二酚；13-1500 μg/L 异抗坏血酸；15-1000 μg/L 甲基乙基酮肟（MEKO）

1. 在 HACH PROGRAM.下，选择所需的氧scavenger程序，181 0 Scav-Carbohy或 HACH PROGRAM: 182 0 Scav-DEHA 或 HACH PROGRAM： 183 0 Scav-Hydroquin 或 HACH PROGRAM: 184 0 Scav-Iso-As. 或HACH PROGRAM: 185 0 Scav-MEKO，按START。
注：必须立即分析样品。

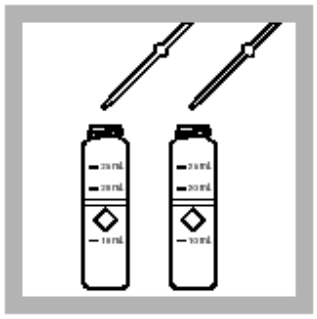
2. 往一个比色瓶中装入25mL样品（待测样品）。
注：当测定那些在室温下很快与空气反应的氧 scavengers 时，需要将装有待测样品的比色瓶盖子盖上以隔绝空气。



3. 往另一个干的比色瓶中装入25mL去离子水（空白试样）。
注：用1：1盐酸溶液浸泡玻璃仪器，用去离子水清洗多次。这将除去会引起结果偏高的铁沉淀物。
注：样品温度应为25 ±3 °C 。



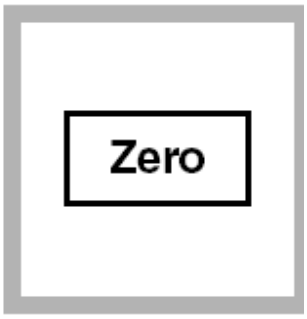
4. 分别加入一包 DEHA 试剂1粉包到每个比色瓶中，混合。



5. 分别精确加入0.5 mLDEHA 试剂2溶液到每个比色瓶中，混合，将比色瓶放于黑暗处。
注：如氧scavenger存在，将呈现紫色。

6. 立即按 TIMER ICON,按OK，开始10分钟计时(对于对苯二酚只要2分钟)。
注：颜色反应期间，比色瓶须处黑暗处。

7. 当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色瓶槽。




8. 按ZERO，屏幕显示：0 μg/L Carbo.或0 μg/L DEHA或0 μg/L Hydro.或
0 μg/L ISA或0 μg/L MEKO。

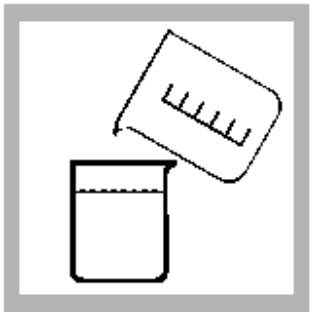
9. 立即将待测样品放入比色瓶槽。

10.，按READ，屏幕显示结果，单位为Iμg/L 。

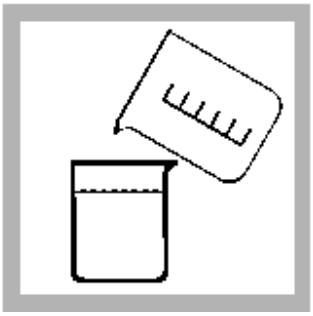
注：重复以上程序，省略加入 DEHA试剂2（步骤6），可测量样品中亚铁的浓度。校正亚铁的浓度，按 OPTION,(MORE)，然后BLANK:OFF. 输入亚铁的浓度读数，按ENTER，净结果是实际的氧scavenger浓度。
注：温度和反应时间影响结果，确保按指示控制这些参数。
注：为了得到最好的结果，刚好10分钟时读出MEKO的结果。

## 臭氧 靛青法 （0.01 to 0.25 mg/L, 0.01 to 0.75 mg/L 或0.01 to 1.50 mg/L $O_3$） （方法号：8311）

1.在HACH PROGRAM下，选择臭氧的适合含量程序，454 Ozone, LR AV或455 Ozone, MR AV或456 Ozone, HR AV，按START。
注：须立即分析样品。

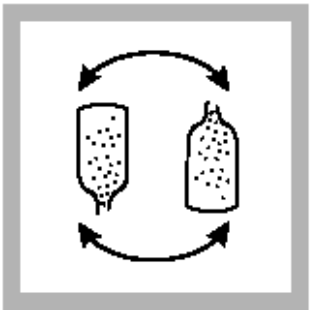


2. 在50mL大口杯中小心收集至少40 mL样品。

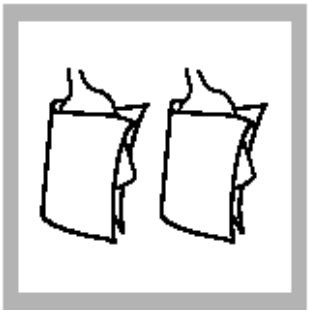


3. 在另一个50mL大口杯中收集至少40 mL不含臭氧的水（空白试样）。注：用于空白试样的不含臭氧的水可以是去离子水或自来水。
将真空安培瓶适配器插入比色瓶模块中，用螺帽固定。

4. 分别加入样品和空白试样到靛青臭氧试剂真空安培瓶中。
注：当安培瓶注满时，让尖部保持浸泡。

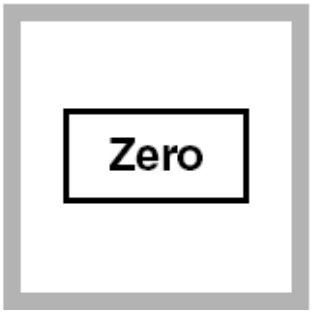


5. 迅速倒转安培瓶几次，混合。注：如存在臭氧，部分蓝色会变白。



6. 用二净布擦去液体和指纹。

7. 将样品真空安培瓶放入比色瓶槽。




8. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L $O_3$。

9. 将试剂空白的真空安培瓶放入比色瓶槽

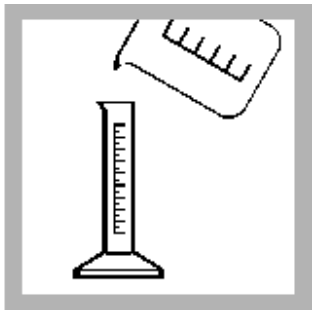
10.按READ，屏幕将显示臭氧的含量，单位为mg/L。

## 苯酚　0.002~ 0.200 mg/L 4-氨基对吡啉法　　（方法号：8047）

1. 在HACH PROGRAM.下，选择苯酚的程序470, Phenols ，按START。
注：应在4小时内分析样品，以避免氧化。

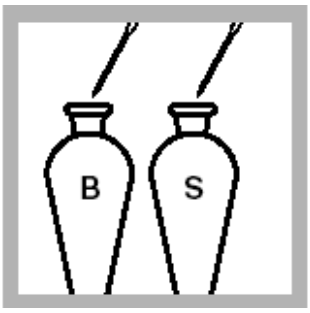
2. 用500mL量筒量取300 mL去离子水。

3. 将量取好的去离子水倒入一个500mL分液漏斗中（空白试样）。

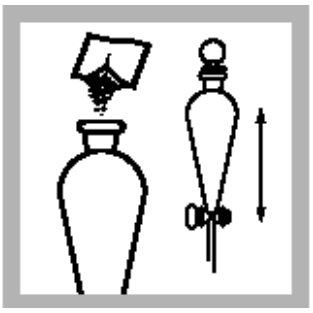


4. 用500mL量筒量取300 mL样品。

5. 将量取好的样品倒入另一个500mL分液漏斗中（待测试样）。



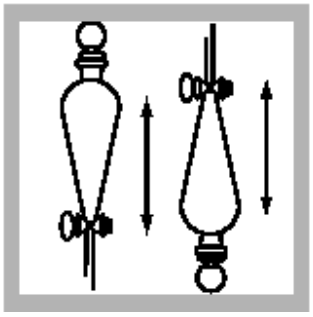

6. 分别加入5 mL Hardness 1 Buffer到每个分液漏斗。盖好盖子，混合。



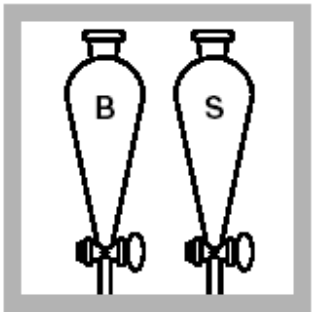
7. 分别加入一包苯酚试剂粉包到每个分液漏斗中，盖好盖子，摇晃使粉末溶解。
注：溢出的试剂对测试结果有影响，并且对皮肤等有害。

8. 分别加入一包苯酚2试剂粉包到每个分液漏斗中，盖好盖子，摇晃使粉末溶解。

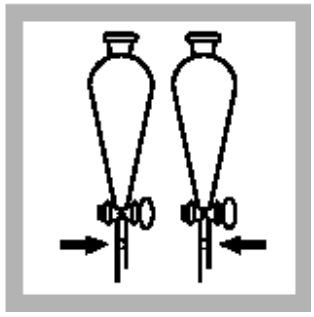
9. 分别加入30 mL氯仿到每个分液漏斗中，盖好盖子。
注：使用氯仿用有足够的通风度。



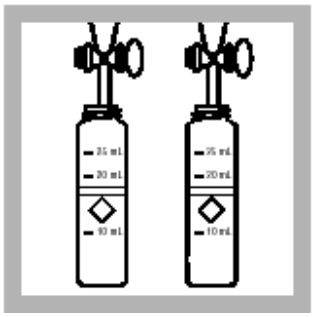
10. 倒转漏斗，不时通通气。适量摇晃漏斗并通气。然后剧烈地摇晃两个漏斗 30 秒（必要时通气）。




11. 取走盖子，让每个漏斗静置直到氯仿在下层分层。
注：如果存在苯酚，氯仿层将呈现黄色到琥珀色。

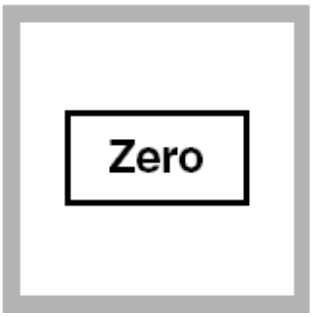


12. 往每个分液漏斗的出液管中塞入豌豆大小的棉花。



13. 分别将每个漏斗中的氯仿层分出到相应的比色管中（一个为“空白试样”，一个样品对应一个比色管）。

14. 将空白试样放入比色瓶槽。




15.，按ZERO.，屏幕显示：0.000 mg/L Phenol。

16. 将待测样品放入比色瓶槽。按READ，屏幕将显示苯酚的含量，单位为mg/L。

注：用棉花过滤氯仿层可除去悬浮的水或微粒。氯仿提取液的体积约是25mL。
注：由于氯仿会挥发而引起结果读数偏高，要尽快进行测试。推荐使用带玻璃塞子的比色管。

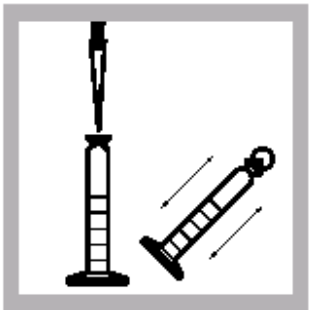
**干扰**

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| pH | 为得到最佳结果，样品的pH须在3和11.5之间。 |
| 氧化剂或还原剂 | 可能干扰。蒸馏样品（参阅下面的程序）。 |
| 硫化物或悬浮物质 | 蒸馏或需要进行以下的预处理：<br>1．用一个干净的500mL的量筒中量取350mL样品。将样品倒入一个干净的500mL的分液漏斗。<br>2．加入一包硫化物指示剂试剂粉包，混合。<br>3．用折叠滤纸过滤300mL样品，在步骤6中使用该过滤过的溶液。 |

## 磷酸盐 (0.02-2.50 to 1.0-125 mg/L) Persulfate UV 氧化法

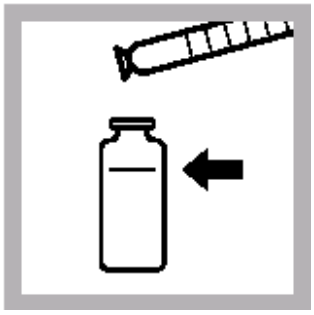
## 粉包

1. 在 HACH PROGRAM下，选择磷酸盐程序编号501，按START。



2. 从表1中选择合适的样品大小，移取所需体积到50mL混合量筒中，如有需要，用去离子水稀释样品至50mL，并充分混合。

3. 往一个1英寸比色瓶中装入步骤3中的稀释样品至10mL刻度（空白试样）。



4.往另一个1英寸比色瓶中装入步骤3中的稀释样品至25mL刻度。

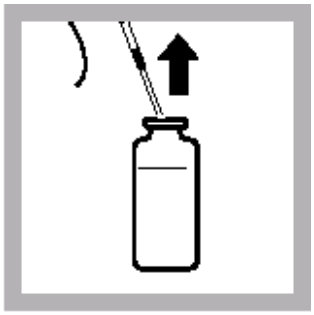
表1

| 期望范围（mg/L磷酸盐） | 样品体积（mL） |
|---|---|
| 0-2.5 | 50 |
| 0-5 | 25 |
| 0-12.5 | 10 |
| 0-25 | 5 |
| 0-125 | 1 |

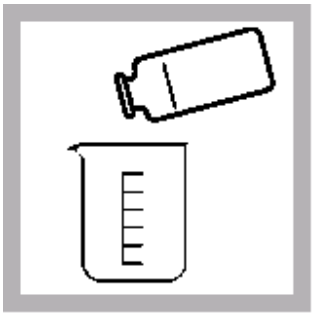
5. 加入一包过硫酸钾粉包到装有25mL样品的比色瓶中，混合。

6. 往比色瓶中插入紫外灯。
注：灯亮着时，要戴上护目镜。
注：不要接触灯的表面，指纹会腐蚀玻璃。用干净柔软的纸巾擦干净灯才进行下一样品的测定，不能用磷酸盐洗涤剂清洗玻璃仪器。
注：使用特制的适配器(Cat. No. 19485-00)可用一个电源同时进行两个样品的消化，需要多加一支紫外灯。

7. 打开紫外灯，按TIMER ICON，按OK，开始10分钟计时。
注：该步骤中磷酸盐转化为正磷酸盐。
注：通常应在10分钟内完成消化。受污染样品或灯太弱会使磷酸盐转化不完全。加长消化时间看读数是否增加可检查转化率。



8. 当计时器鸣叫时，关紫外灯，将其从瓶中取出。

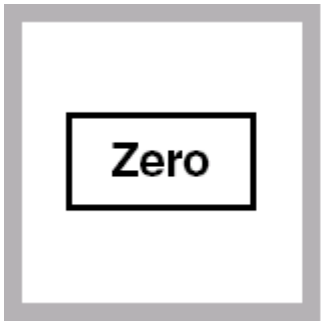


9. 倒出约15 mL样品到一个50mL大口杯中，1英寸比色瓶中剩余10mL。此为待测样品。

10. 分别加入一包PhosVer 3磷酸盐试剂粉包到空白和待测样品中，立即混合。
注：如存在磷酸盐将呈现蓝色。样品和空白比色瓶都将呈现颜色，样品颜色与磷酸盐浓度成正比。

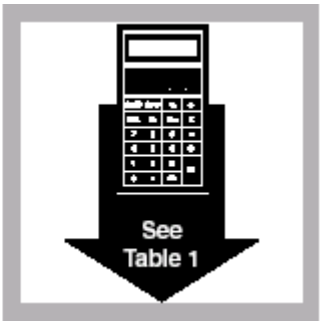
11. 按TIMER ICON，按OK开始2分钟计时。
注：如果样品温度低于15$^0$C，颜色生成需要4分钟。

12. 计时器鸣叫时，将空白样品放入比色瓶槽。
注：计时器鸣叫后3分钟内进行步骤13-15。




13. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L $PO_4^{3-}$

14. 将待测样品放入比色瓶槽。




15. 屏幕显示磷酸盐的含量，单位为mg/L。用表2中适当的因子扩大结果，得到样品中实际的磷酸盐浓度。

16. 结果可根据表3中适当的转换因子将结果表示为实际的磷酸盐浓度。

注：步骤16得到的结果为实际的磷酸盐浓度，要测定所用产品（如：NTP）的浓度，须将实际磷酸盐浓度值除以产品标签上磷酸盐的实际百分浓度。

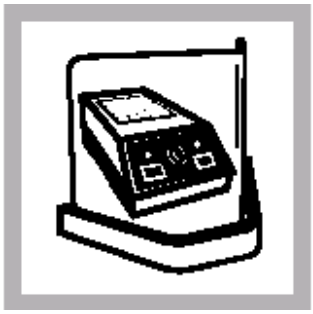
干扰

当测试 5mL样品时，以下物质超过表中所列浓度时引起干扰：如样品增大，干扰水平降低。例如，对于5.00mL样品，100 mg/L或低于100 mg/L的铜不干扰；当样品体积增大到10mL，铜在50mg/L以上开始干扰。

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 铝，溴化物, CDTA, 铬酸盐, 铜, EDTA, 硅酸盐, 亚硫酸盐 | 100 mg/L |
| 苯并三唑 | 10mg/L |
| 砷酸盐 | 所有水平上干扰 |
| 重碳酸盐 | 1000mg/L |
| 钙, 氯化物 | 5000 mg/L |
| 氰化物 | 100 mg/L。紫外消化增加到30分钟。 |
| Diethanoldithiocarbamate | 50 mg/L |
| 铁, 硝酸盐 | 200 mg/L |
| NTA | 250 mg/L |
| 正磷酸盐 | 15 mg/L |
| 亚磷酸盐和有机磷化合物 | 多磷酸盐不干扰。 |
| 高缓冲样品或极端样品pH | 可能超过试剂的缓冲能力，需要进行样品预处理。 |
| 硅 | 500 mg/L |
| 硫化物 | 所有水平上干扰。 |
| 硫脲 | 10 mg/L |

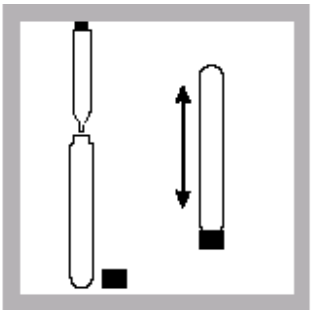
磷，0.06 ~3.50 mg/L $PO_4^{3-}$ 0.00~ 1.60 mg/L P ACID HYDROLYZABLE PhosVer

3 酸水解 TNT瓶 方法号：8180

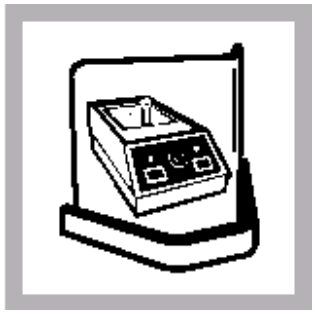


1. 开启COD反应炉加热到150°C，在反应炉前放置塑料档板。

2. 在HACH PROGRAM下，选择acid hydrolyzable phosphorus程序编号536，按START。

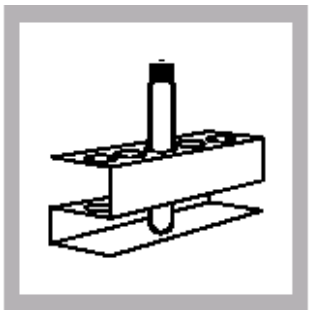


3. 用TenSette 移液管加入5mL样品到一个Total and Acid Hydrolyzable测试瓶，盖上盖子并混合。
注：用1：1盐酸标准溶液清洗玻璃仪器，然后去离子水冲洗，不要用磷酸盐洗涤剂清洗玻璃仪器。

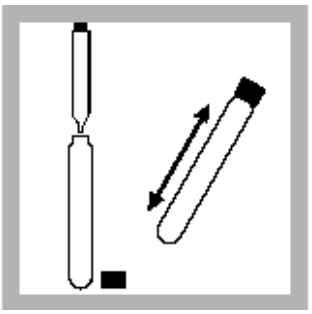


4. 将瓶子放入COD反应炉。

5.，按TIMER ICON，按OK，加热30分钟。

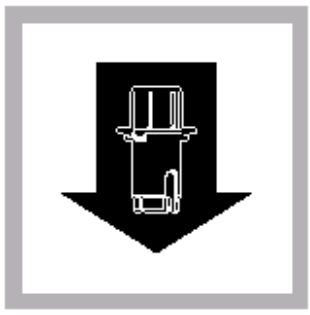


6. 计时器鸣叫后，小心从反应炉中取走瓶子，将其放于试管架冷却至室温。

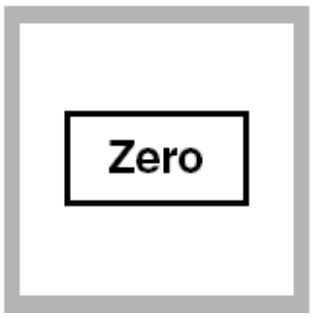


7. 用TenSette移液管，加入2mL1.00N氢氧化钠到瓶中，盖严实，摇晃混合。

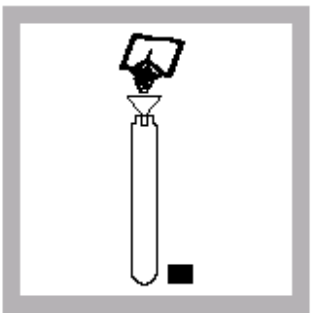
8. 用毛巾擦拭试管外壁。



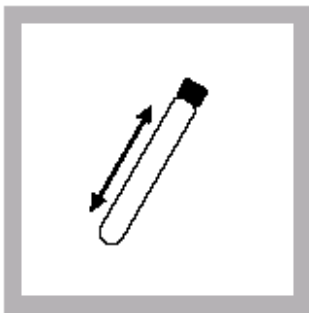
9. 将测试管适配器插入比色瓶槽模块，将样品瓶放入比色瓶槽。




10. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L $PO_4^{3-}$。



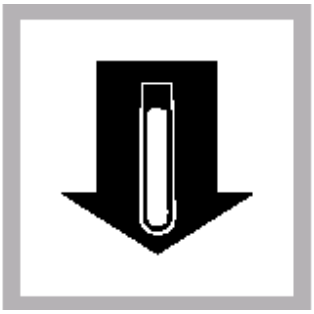
11. 用漏斗加入一包PhosVer 3 粉包到瓶中。



12. 盖严实并摇晃混合10-15秒。
注：粉末不完全溶解。

13. 按TIMER ICON，按OK，开始2分钟计时。

14. 用毛巾擦拭试管外壁。



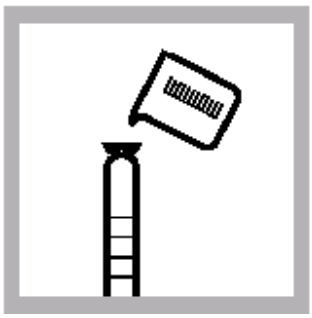
15. 将待测样品瓶放入比色瓶槽。
注：加入PhosVer 3 试剂2-8分钟后对样品读数。

16.，按READ，屏幕显示$PO_4^{3-}$的含量，单位为mg/L。
注：结果可用磷（P）或五氧化二磷表示。

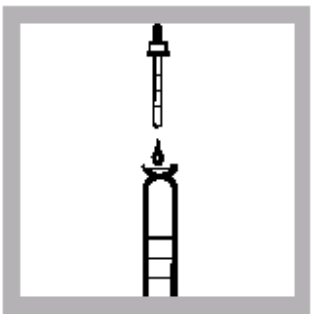
| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 铝 | 大于200 mg/L |
| 砷酸盐 | 所有水平上干扰 |
| 铬, 铁 | 大于100mg/L |
| 铜，硅酸盐 | 大于10mg/L |
| 镍 | 大于300 mg/L |
| 硅 | 大于50mg/L |
| 硫化物 | 大于9 mg/L。按下法除去硫化物干扰：<br>1．量取25mL样品到50mL大口杯中。<br>2．一边摇晃一边逐滴加入溴水直到出现持久的黄色。<br>3．一边摇晃一边逐滴加入苯酚溶液直黄色消失。<br>4．继续步骤1。 |
| 浊度 | 由于粉包中的酸会溶解部分悬浮粒子并且正磷酸盐对粒子不定的解吸附作用，高浊度会引起结果不一致。 |
| 锌 | 大于80 mg/L |
| 高缓冲样品或极端样品pH | 可能超过试剂的缓冲能力，需要进行样品预处理。 |

## 磷，活性磷（正磷酸盐） 0.23 ～30.00 mg/L $PO_4^{3-}$ 氨基酸法 方法号：8178

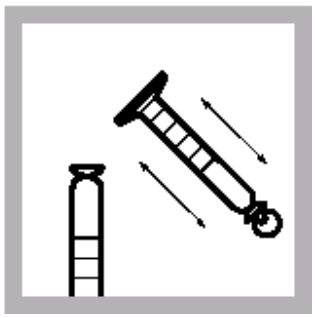
1. 在HACH PROGRAM下，选择反应磷的氨基酸法程序编号485，START。
注：分析前调节保存样品的pH。



2. 往 25-mL量筒中装入25mL样品。

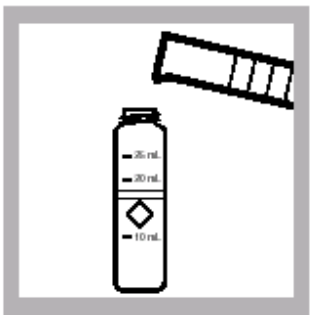


3. 用1mL校准过的点滴器加入1 mL钼酸盐试剂。



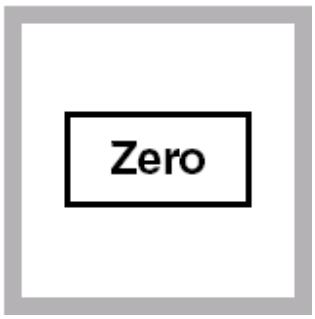
4. 加入1 mL氨基酸试剂溶液，盖上盖子，混合（待测样品）。
注：如存在磷酸盐将呈现蓝色。
注：如需要，用一包氨基酸试剂粉包代替1 mL氨基酸试剂溶液。

5. 按TIMER ICON，按OK，开始10分钟计时。
注：此时进行步骤6。



6. 倒出25 mL样品到比色瓶中（空白试样）。

7. 计时器鸣叫时，将空白试样放入比色瓶槽。




8. 按ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L $PO_4^{3-}$。

9. 倒出样品到比色瓶中（待测试样）。

10.将待测试样放入比色瓶槽。

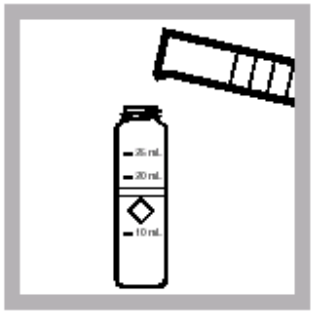
11.按READ，屏幕显示$PO_4^{3-}$的含量，单位为mg/L。
注：结果可用磷（P）或五氧化二磷表示。

干扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 钙 | 大于10,000 mg/L 的 $CaCO_3$ |
| 氯化物 | 大于150,000 mg/L的 $Cl^-$ |
| 有颜色样品 | 加入1 mL 10 N硫酸标准溶液到另一个25mL样品中，用此代替作为空白的未处理样品对仪器调零。用移液管和pipet filler 量取硫酸标准溶液。 |
| 高盐水平 | 引起结果偏低。要除去干扰，稀释样品直到连续两次稀释产生几乎相同的结果。 |
| 镁 | 大于 40,000 mg/L 的 $CaCO_3$。 |
| 亚硝酸盐 | 使蓝色褪去。除去亚硝酸盐干扰可加入0.50g sulfamic酸到样品中，混合，继续步骤4。 |
| 高水平磷酸盐 | 磷酸盐浓度增加，颜色从蓝色变成黄色最终至棕色。棕色表明磷酸盐浓度高达100,000 mg/L。如果形成的不是蓝色，稀释样品，重新测试。 |
| 硫化物 | 干扰。对于5mg/L以下的硫化物浓度的干扰可按下法溴水氧化除去：<br>5．量取25mL样品到比色瓶中。<br>6．一边摇晃一边逐滴加入溴水直到出现持久的黄色。<br>7．一边摇晃一边逐滴加入苯酚溶液直黄色消失。<br>8．继续步骤4。 |
| 温度 | 为得到最佳结果，样品温度应为21±3° C。 |
| 浊度 | 由于粉包中的酸会溶解部分悬浮粒子并且正磷酸盐对粒子不定的解吸附作用，高浊度会引起结果不一致。对高浊度样品，加入1mL 10 N 硫酸标准溶液到另一个25mL样品中，用此代替作为空白的未处理样品对仪器调零。用移液管和pipet filler 量取硫酸标准溶液。 |
| 高缓冲样品或极端样品pH | 可能超过试剂的缓冲能力，需要进行样品预处理。 |

## 磷,反应磷（正磷酸盐）Molybdovanadate Method*(0.3 to 45.00 mg/L $PO_4^{3-}$) 8114

1. 在HACH PROGRAM下，选择反应磷的molybdovanadate法程序编号480，按START。



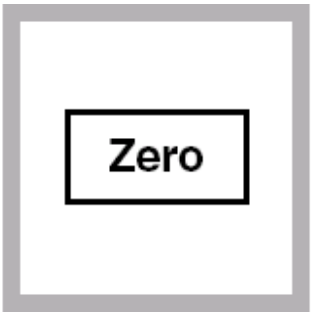
2. 用25mL量筒往一个比色瓶中装入25mL去离子水(空白样品)。

3. 用25mL量筒往另一个比色瓶中装入25mL样品（待测样品)。

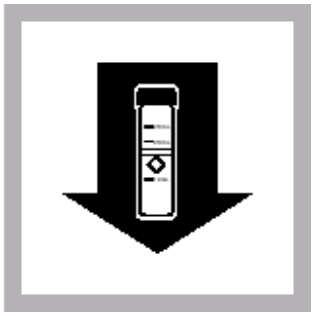
4. 加入1.0 mL Molybdovanadate试剂到每个瓶中，混合。

5. 按TIMER ICON，按OK，开始3分钟计时。注：如存在磷酸盐，将呈现黄色。由于试剂的关系，空白样品会显示出很浅的黄色。

6. 计时器鸣叫时，将空白样品放入比色瓶槽。




7. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L $PO_4^{3-}$。

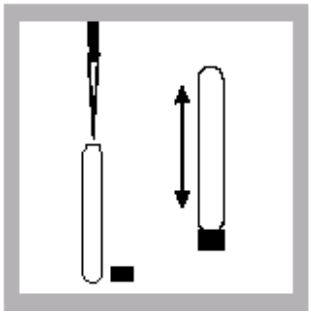


8. 将待测样品放入比色瓶槽

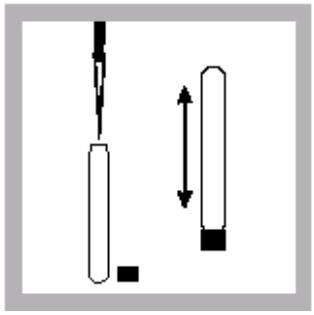
9.，按READ，屏幕显示$PO_4^{3-}$的含量，单位为mg/L。
注：结果可用$PO_4^{3-}$，P或$P_2O_5$表示。

## 磷，活性磷 Molybdovanadate 法(8114) TNT瓶 HR, 1.0 ～100.0 mg/L $PO_4^{3-}$

1. 在HACH PROGRAM下，选择高含量反应磷的TNT法程序编号540，按START。

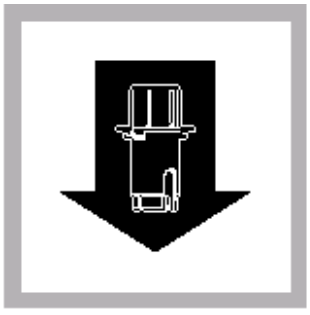


2. 用 TenSette移液管加入5.0mL去离子水到一个高含量反应磷的TNT瓶中（空白样品），盖好盖子，混合。

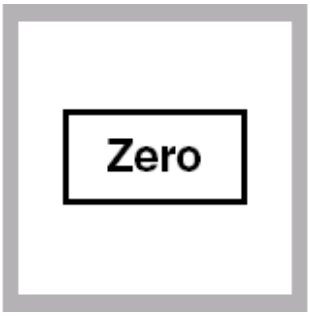


3. 用 TenSette移液管加入5.0mL样品到另一个高含量反应磷的TNT瓶中（空白样品），盖好盖子，混合。

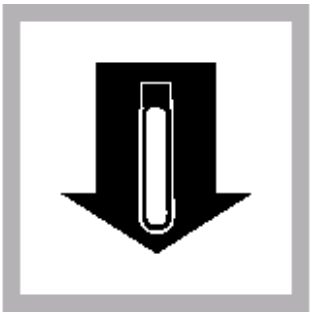
4. 按TIMER ICON，按OK，开始3分钟计时。
反应后，2分钟内对样品读数。



5. 将测试管适配器放入比色瓶槽。计时器鸣叫时，将空白样品放入比色瓶槽
注：反应时间是针对23 °C下的样品，如样品温度是13 °C ，计时15分钟，如样品温度是s33 °C，计时2分钟。




6. 按 ZERO，屏幕显示：0.0 mg/L $PO_4^{3-}$。



7. 用毛巾擦瓶外壁，将待测样品放入比色瓶槽。

8. 按READ，屏幕显示$PO_4^{3-}$的含量，单位为mg/L。
注：结果可用$PO_4^{3-}$，P或$P_2O_5$表示。

## 活性磷(正磷酸盐) PhosVer 3 抗坏血酸法

## 粉包或安培瓶(0.02~2.500 mg/L $PO_4^{3-}$)　方法号：8048

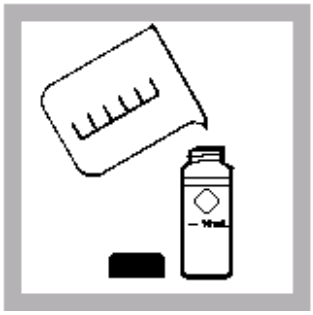
## 粉包

1. 在HACH PROGRAM下，选择磷的抗坏血酸法程序编号490，按START。

2. 往一个比色瓶中装入10mL样品。

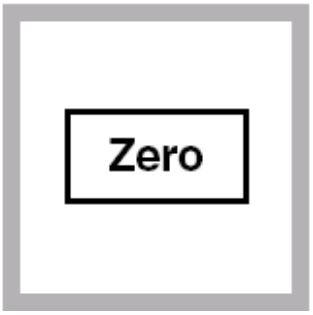
3. 加入一包PhosVer 3 磷酸盐粉包到比色瓶中（待测样品），混合。
注：如存在磷酸盐将呈现蓝色。

4. 按TIMER ICON，按OK，开始2分钟计时。
注：如样品用Acid Persulfate消化过，该步骤需要10分钟。



5. 往另一个比色瓶中装入10mL样品，（空白样品）。

6.，将其放入比色槽。

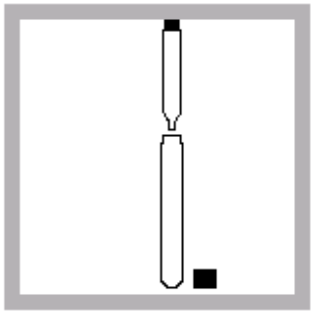



7. 计时器鸣叫时，按 ZERO，屏幕显示：0.000 mg/L $PO_4^{3-}$
注：试剂空白可用于多个样品。室温下，试剂空白可稳定3星期。

8. 将待测样品放入比色瓶槽，按READ，屏幕显示$PO_4^{3-}$的含量，单位为mg/L。

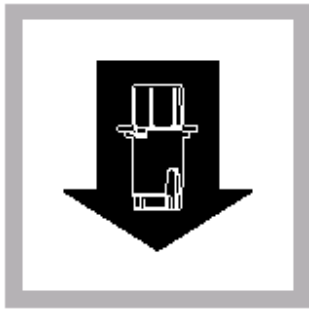
## 反应磷 PhosVer 3法，TNT瓶(0.06~5.00mg/L$PO_4^{3-}$ /0.02~1.60mg/LP,8048)

1. 在HACH PROGRAM下，选择TNT反应磷程序编号535，按START。

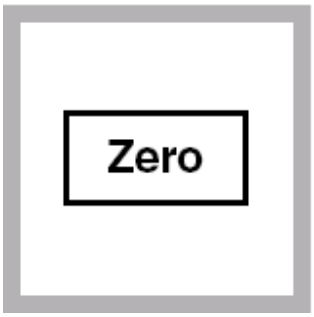


2. 用 TenSette移液管加入5.0mL样品到一个反应磷TNT稀释瓶中，盖好盖子，混合。

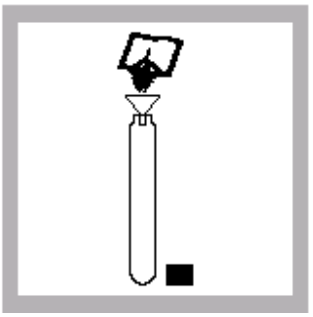
3. 擦干净管外壁。



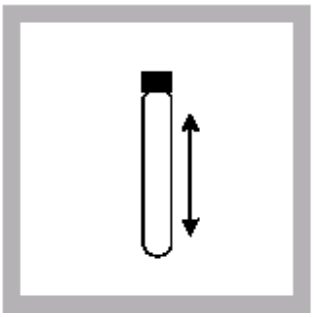
4. 将16-mm测试管适配器放入比色瓶槽。将瓶放入比色瓶槽




5. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L $PO_4^{3-}$



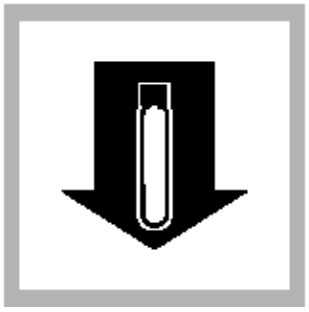
6. 用漏斗加入一包PhosVer 3磷酸盐粉包到瓶中。



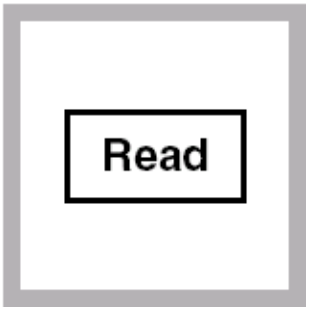
7. 把瓶盖盖严实，摇晃10-15秒。
注：粉末不完全溶解。

8. 按TIMER ICON，按OK，开始2分钟计时。
注：加入PhosVer 3试剂后2-8分钟内对样品读数。

9. 擦干净管外壁。



10. 计时器鸣叫时，将瓶放入比色瓶槽




11. 按READ，屏幕显示$PO_4^{3-}$的含量，单位为mg/L。
注：结果可用$PO_4^{3-}$，P或$P_2O_5$表示。

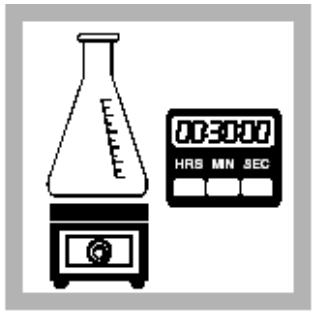
## 总磷 8190方法 酸消化法

1、将 25mL 试样装入 125-mL 锥形瓶。
注：以量筒测量试样。

注：玻璃器皿以 1：1 盐酸溶液润湿，再以去离子水冲洗。

2 、 将 Potassium Persulfaye 药包加入试样，充分摇晃混合。

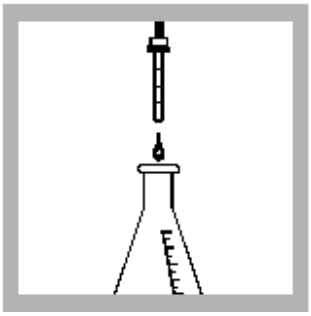
3、加入 2mL5.25N 硫酸钠。



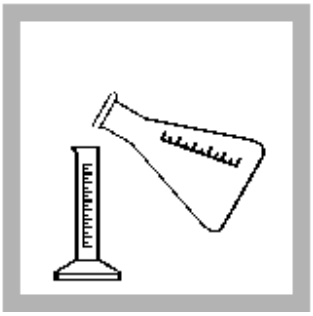

4、将锥形瓶放在加热板，缓缓加热 30 分钟。避免蒸干。

注：随时补充去离子水将体积维持在 20mL 左右，但不超过 20mL。
注：建议使用水浴加热（Double boiler）30 分钟。
注：加热期间，可加入以 1：1 盐酸润湿过的玻璃珠，避免突沸。

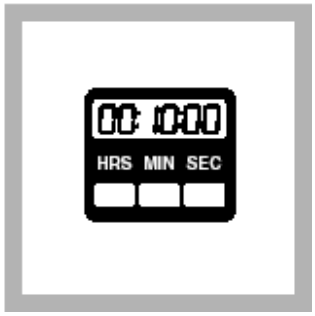
5、将试样置于室温下冷却。



6、加入 2.0mL5N 氢氧化钠。充分摇晃混合。



7、将试样倒入 25mL 量筒，调整体积至 25mL。




8. 消化步骤至此结束， 继续遵照“ Reactive Phosphorus Test”测磷浓度。

注：本法所测得的结果包含有机磷酸盐、酸水解磷酸盐Orthophosphate。 有机磷酸盐的浓度可以总浓度减去酸水解磷酸盐的浓度。计算前确认两者单位一致（mg/L $PO_4$或mg/L P）

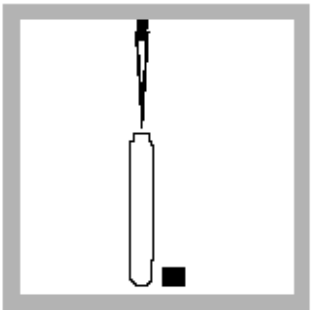
**干扰**

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 碱性或高缓冲样品 | 需要在步骤3加入额外的酸使溶液的pH在1以下。 |
| 浑浊 | 用50mL样品，加倍使用试剂。在反应磷程序中用25mL反应过的样品对仪器调零，这样可补偿程序中的颜色或浑浊的破坏。 |

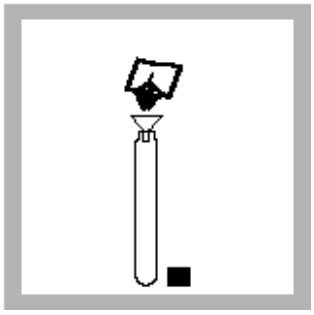
## 总磷 0.06~3.5mg/L $PO_4^{3-}$;0.02~1.10mg/L P PhosVer3 with Acid Persulfate Digestion; Test ‘N Tube （方法号：8190）

1、开启 COD 反应炉，加热至 103-106℃，将塑料隔版置于反应炉前。

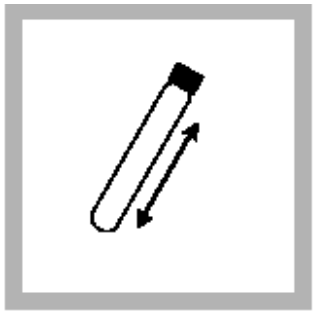
2、在 HACH PROGRAM 下，输入程序编号 536P Total As TNT，按 START。



3、精确加 5.0mL 试样于试管中。



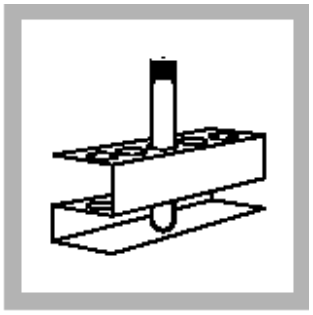
4、以漏斗加高硫酸钾试剂到试管。



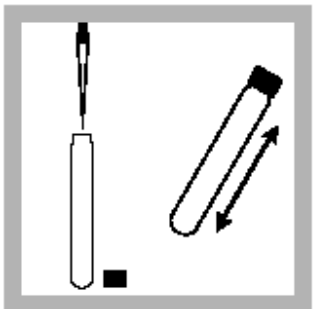
5、盖上盖子，均匀混合。

6、将试管置入 COD 反应炉。

7、，按 TIMER ICON，按 OK，计时 30 分钟。



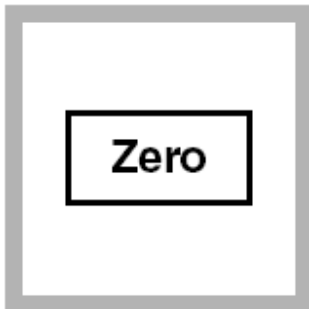
8、计时结束，小心的将试管移入试管架，在室温下静待冷却。



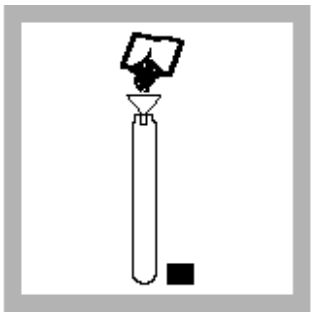
9、加入 2mL 1.54N 氢氧化钠标准液于试管。混合。

10、以毛巾擦拭试管处壁。

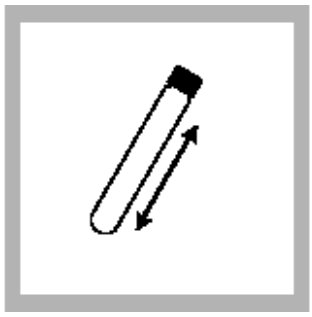
11、将试管匣（Test Tube adapter）安装入测试箱。




12、按 ZERO 归零，屏幕将出现“ 0.00mg/L $PO_4^{3-}$”。



13、以漏斗加 PhosVer3 10-ml Powder pillow 到试管。

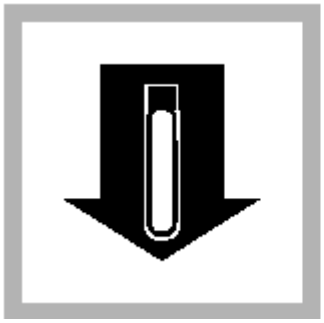


14. 盖上盖子，均匀混合 10-15 秒。

15、按 TIMER ICON，按 OK。开始计时 2 分钟。

16、计时终了，以毛巾擦拭试管处壁。

注：先用湿毛巾，再用干毛巾将可擦去指纹及其它污染。



21、将试样置入。

22、按 READ，即可测得 mg/L $PO_4^{3-}$ 浓度。

注：玻璃器皿以1：1盐酸溶液润湿，再以去离子水冲洗。不能使用磷酸盐制的清洁剂清洗。

干扰

在干冷环境下保存PhosVer 3磷试剂粉包。

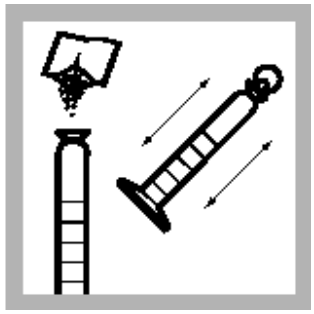
| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 铝 | 大于200 mg/L |
| 砷酸盐 | 所有水平上干扰 |
| 铬 | 大于100 mg/L |
| 铜 | 大于10 mg/L |
| 铁 | 大于100 mg/L |
| 镍 | 大于300 mg/L |
| pH,过度缓冲 | 高缓冲样品或极端样品pH可能超过试剂的缓冲能力，需要进行样品预处理 |
| 硅 | 大于50 mg/L |
| 硅酸盐 | 大于10 mg/L |
| 硫化物 | 大于90 mg/L |
| 浑浊（大量）或颜色 | 由于粉包中的酸会溶解某些悬浮微粒，并且由于正磷酸盐对微粒有可变的吸收，所以会引起读数不稳定。 |
| 锌 | 大于80 mg/L |

## 钾　0.1~ 7.0 mg/L 四苯基硼酸盐法　　（方法号：8049）

1.如果在该仪器上运行过此测试，进行“用户设计程序”。USER PROGRAM下，选择钾的程序编号，按START。

2. 往一个混合量筒中装入25mL样品。

3. 加入一包钾1试剂粉包。加入一包钾2试剂粉包。盖上盖子，倒转几次混合。



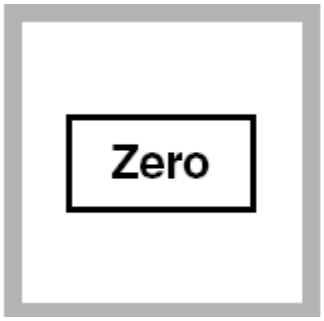
4. 在溶液澄清后，加入一包钾3试剂粉包，盖好盖子。摇晃30秒。
注：如果存在钾，将出现白色浑浊。

5. 按TIMER ICON，按OK，开始3分钟计时。

6. 从量筒中将溶液倒入一个25mL的比色管中（待测样品）。

7. 当计时器鸣叫时，往另一个比色管中装入25mL样品（空白试样）。

8.，将它放入比色瓶槽。




9. 按ERO.，屏幕将显示：0.0 mg/L K。

10. 计时器鸣叫后7分钟内，将待测样品放入比色瓶槽。

11.按READ，屏幕将显示钾的含量，单位为mg/L。

**干扰**

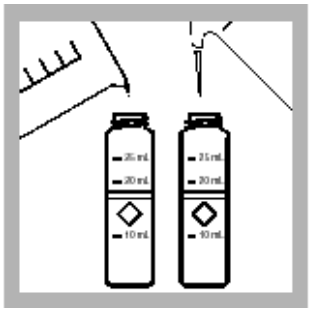
以下物质经过测试，结果表明不干扰或在该水平下不干扰。如果这些物质高水平存在，分析员需要进行高水平的干扰测试以确定是否有干扰。

铵 氮15 mg/L的 N； 钙 7000 mg/L 的 $CaCO_3$

氯化物 15,000 mg/L； 镁 6000 mg/L 的$CaCO_3$

## 季铵盐　0.2 ～ 5.00 mg/L 的 CTAB 二元络合物　（方法号：8337）

1. 在HACH PROGRAM.下，选择季铵盐的程序编号401 QAC，按START。



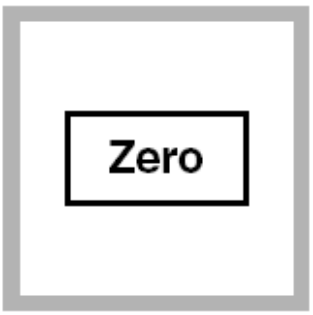
2. 往一个比色瓶中加入25mL去离子水（空白试样）。往另一个比色瓶中加入25mL样品（待测试样）。

3. 分别加入一包Q.A.C.试剂1粉包到每个管中，旋转（不要摇晃）比色瓶使试剂溶解。
注：摇晃比色瓶会产生气泡、浑浊，并持续较长时间，会影响测试结果。

4. 分别加入一包Q.A.C.试剂2粉包到每个管中，旋转（不要摇晃）比色瓶使试剂溶解。
注：如果存在季铵盐，将呈现紫色。

5. 按TIMER ICON，按OK，开始2分钟计时。

6. 当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色瓶槽。




7. 按 ZERO.，屏幕显示：0.00 mg/L CTAB。

8. 将待测试样放入比色瓶槽，按READ，屏幕将显示季铵盐或十六甲基-三甲基铵溴化物的含量，单位为mg/L。

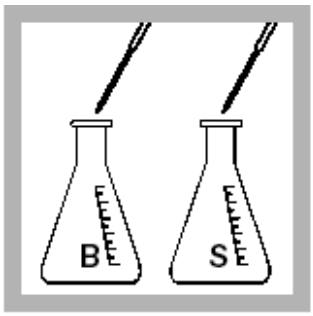
## 硒 0.01 ～ 1.000 mg/L Diaminobenzidine 法　（方法号：8194）

1. 在HACH PROGRAM.下，选择硒的程序 640 Selenium，按 START。
注：分析前调节保存样品的pH。

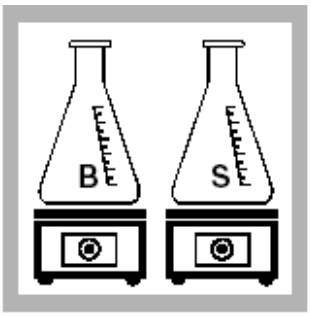
2. 量取100 mL去离子水到一个500-mL的锥形瓶中（标记为“空白试样”）。量取100 mL样品到另一个500-mL的锥形瓶中（标记为“样品”）。

3. 分别加入一勺0.2-g量的TitraVer Hardness试剂到每个锥形瓶中，混合。

4. 分别加入一勺0.05-g量的diaminobenzidine tetrahydrochloride到每个瓶中，混合。



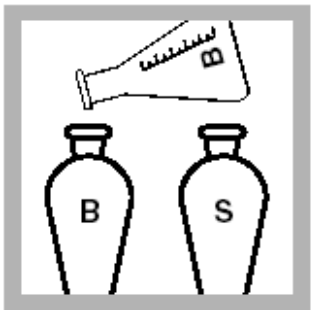

5. 分别加入5.0 m的硫酸盐形式的缓冲溶液，pH2.0，到每个瓶，混合。
注：如果样品按“蒸馏”下进行了蒸馏，不加入缓冲溶液。用5N氢氧化钠标准溶液调节样品的蒸馏液的pH到2.7 (±0.2) ，用5.25N的硫酸标准溶液调节去离子水空白的pH值到样品的pH。



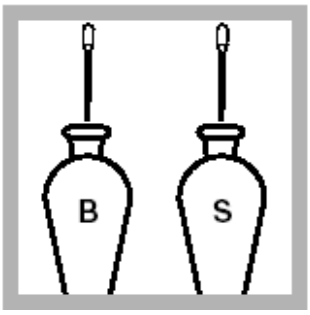

6. 在加热板或火炉上加热两个瓶，使瓶里的内容物微沸。

7. 按TIMER ICON，按OK，开始5分钟计时。在此期间，继续轻轻煮沸瓶的内容物。
注：如存在硒将呈现黄色。

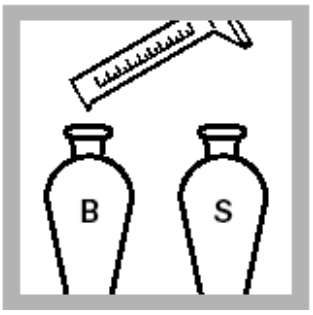
8. 当计时器鸣叫时，取走两个瓶子，用水浴冷却到室温。
注：计时器鸣叫后不要再煮沸超过一分钟。



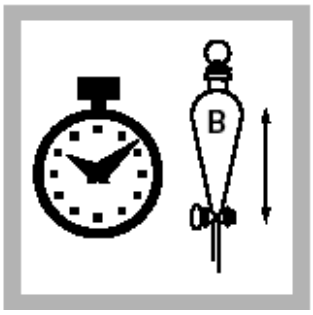

9. 将两个瓶里的内容物分别转移到两个250mL的分液漏斗中，标记其中一个为“空白试样”，另一 个为“样品”。



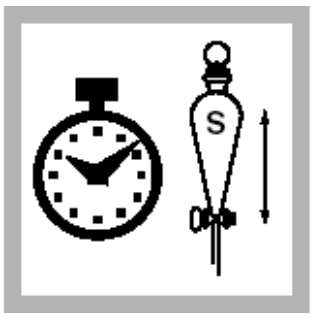

10. 用校准过的1.0mL塑料点滴器分别加入 2.0 mL的12 N 氢氧化钾标准溶液到两个漏斗中，盖好盖子，摇晃混合。




11. 分别加入 30 mL甲苯到两个漏斗中，盖好盖子，混合，然后打开活塞通气，再关上活塞。重复两次。
注：使用甲苯要有足够通风度。

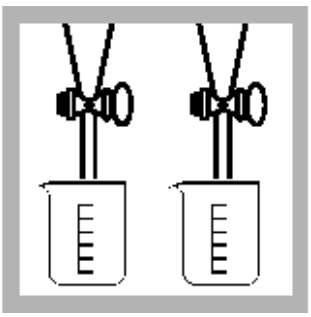



12. 按TIMER ICON，按OK，开始30秒计时。剧烈摇晃“空白试样”的漏斗30秒。

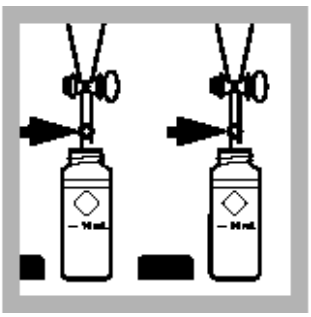



13. 按TIMER ICON，按OK，开始30秒计时。剧烈摇晃“待测试样”的漏斗30秒。

14. 按TIMER ICON，按OK，开始4分钟计时。

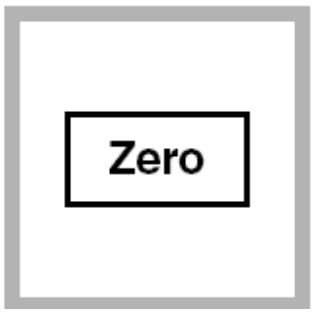


15. 当计时器鸣叫时，分别将两个漏斗中的下层水层分出，弃去。注：完成步骤16到20之前不要超过计时器鸣叫后5分钟。



16. 分别在两个分液漏斗的出液管中塞入棉花，缓慢地将甲苯分出到相应的标记着“空白试样”和“样品”的比色管中，盖好比色管。

17. 将空白试样放入比色瓶槽。




18. 按ZERO.，屏幕显示：0.000 mg/L Se。

19. 将待测样品放入比色瓶槽。

20. 按READ，屏幕将显示硒的含量，单位为mg/L。

注：用干的吸收棉花过滤甲苯可除去水分和悬浮的微粒。
注：生成的颜色稳定，但是应尽快测量。
注：可用玻璃塞子比色管防止样品挥发。

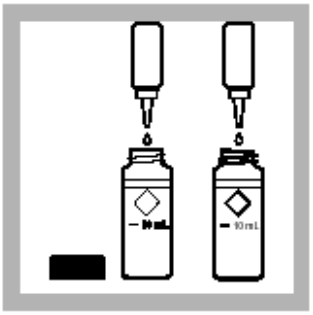
干扰
该方法不存在正的无机干扰。

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 三价铁 | 不超过2.5mg/L。蒸馏样品可除去干扰。 |
| 锰 | 不干扰 |
| 强氧化剂（如碘、溴、氯） | 会与指示剂反应，使结果偏低。蒸馏样品可除去干扰。 |

硅 Heteropoly Blue Method 0.01-1.600mg/l $SiO_2$.　　（方法号：8186）

1、在 HACH PROGRAM 下选择程序 651 Silica, LR 按 START。

2、将两个样品瓶注入 10ml 的样品。



3、各加入 0.5ml Mloybdenum 试药并充分摇晃混合。

4、按 TIMER ICON，按 OK。开始计时 4 分钟。

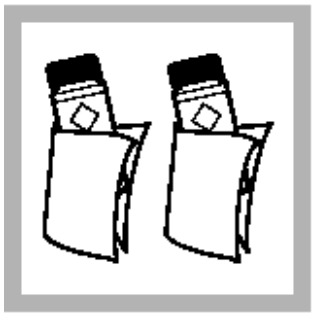
5、计时终了，将 Citric Acid 试药分别加入 2 个样品瓶，充分摇晃混合。

6、按 TIMER ICON，按 OK。开始计时 1 分钟。

7、计时终了，加入 Amino Acid F 试剂于其中一个试样瓶记分摇晃混合（此为试样瓶）。

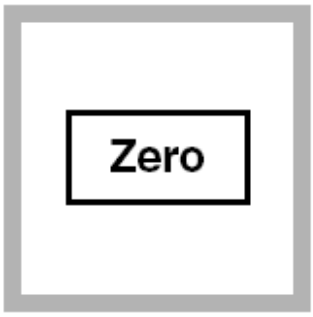
8、按 TIMER ICON，按 OK。开始计时 2 分钟。

注：有硅存在，将会产生蓝色。



9、擦干净两比色瓶。

10、计时终了，将空白试样放入机内。




11、按 ZERO 归零，屏幕会出现 0.00mg/1 $SiO_2$ 。

12、将试样瓶放入适配器，按 READ，即可测得 mg/1 $SiO_2$ 浓度。

**干扰**

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 颜色 | 用原始样品调零除去。 |
| 铁 | 大量时干扰 |
| 磷酸盐 | 低于50 mg/L的 PO4，不干扰。60 mg/L的PO4，–2%的干扰，75 mg/L的 PO4，-11%的干扰。 |
| 钝化硅 | 通常样品含有与钼酸盐缓慢反应的硅，对这些“不反应形式的钼酸盐”的本质还不是很清楚。用重碳酸钠预处理，然后用硫酸处理，可使这些形式的硅与钼酸盐反应。预处理方法在重碳酸钠的硅消化 下的“水和废水的标准检查方法”中给出。需要长一些的反应时间，钼酸盐和酸试剂（加入柠檬酸之前）有助于重碳酸盐的预处理。 |
| 硫化物 | 所有水平上干扰 |
| 浑浊 | 用原始样品调零除去。 |

## 硅 Silicomolybdate Method 药剂法 HR (1.0 to 100.0 mg/L)

**（方法号：8185）**

1、在 HACH PROGRAM 下选择程序 656 Silica, HR 按 START。

2、将一个样品瓶注入 10ml 的样品。

3、加入Molybdate 试剂，并充分摇晃混合。（待测样品）

4、加入Molybdate 试剂，并充分摇晃混合。

注：有硅或磷存在，将会产生黄色。

5、按 TIMER ICON，按 OK。开始计时 10 分钟。

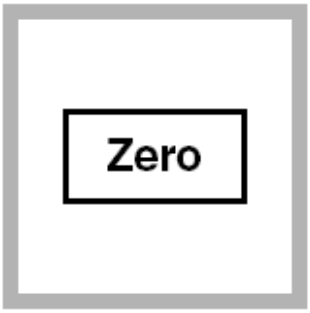
6、计时终了，将 Citric Acid 试药分别加入 2 个样品瓶，充分摇晃混合。

注：由磷产生的黄色将消除。

7、按 TIMER ICON，按 OK。开始计时 2 分钟。注：在三分钟内完成 8-11 步。

8、加入 10ml 样品到一个试样瓶记分摇晃混合（此为空白瓶）。

9、计时终了，将空白试样放入机内。




10、按 ZERO 归零，屏幕会出现 0.00mg/1 $SiO_2$。

11、将试样瓶放入适配器。

12、，按 READ，即可测得 mg/1 $SiO_2$ 浓度。

**干扰**

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 颜色 | 用原始样品调零除去。 |
| 铁 | 大量时干扰 |
| 磷酸盐 | 低于50 mg/L的 PO4，不干扰。60 mg/L的PO4，–2%的干扰，75 mg/L的 PO4，-11%的干扰。 |
| 硫化物 | 所有水平上干扰 |
| 浑浊 | 用原始样品调零除去。 |

## 银 0.005 ~ 0.700 mg/L 比色法 （方法号：8120）

1. 在 HACH PROGRAM下，选择银的程序编号660，按START。
注：分析前调节样品的pH。

2. 加入一包银1试剂粉包到一个干的50mL的混合量筒中。
注：如果这时银1粉包是湿的，粉末将不完全溶解从而抑制颜色生成。

3. 加入一包银2试剂粉包到两个混合量筒中，混合，使粉末完全湿润。
注：当倒入粉末时形成结块，粉末将不完全溶解从而抑制颜色生成。

4. 用 50-mL量筒加入50 mL 样品到步骤3中的50-mL混合量筒中，盖好盖子。倒转混合一分钟。

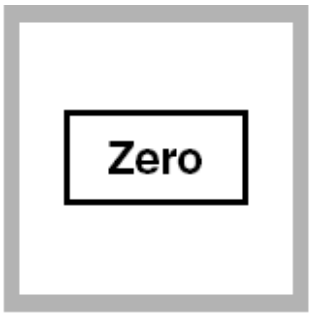
5. 往一个比色瓶中装入混合液到25mL刻度（空白试样）。

6. 加入一包硫代硫酸钠粉包到空白样品中，混合30秒使粉末溶解。
注：必须对每个样品建立空白。

7. 按TIMER icon，按OK，开始2分钟计时。

8. 往另一个比色瓶中装入余下的混合液到25mL刻度（待测样品）。

9. 当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色瓶槽。




10. 按 ZERO.，屏幕显示：0.000 mg/L Ag

11.将待测样品放入比色瓶槽。

12.按READ，屏幕将显示银的含量，单位为mg/L。

干扰

用约0.4 mg/L 的已知浓度的银溶液和可能的干扰离子进行干扰测试。当离子对银浓度的影响超过±10%就被认为有干扰。

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 铝 | 负干扰，超过30 mg/L |
| 氨 | 负干扰，超过750 mg/L |
| 镉 | 负干扰，超过15 mg/L |
| 钙 | 负干扰，超过600 mg/L |
| 氯化物 | 负干扰，超过19 mg/L |
| 铬，六价 | 负干扰，超过90 mg/L |
| 铜 | 负干扰，超过7 mg/L |
| 铁 | 负干扰，超过30 mg/L |
| 铅 | 负干扰，超过13 mg/L |
| 锰 | 负干扰，超过19 mg/L |
| 镁 | 正干扰，超过2000 mg/L |
| 汞 | 正干扰，超过2 mg/L |
| 镍 | 负干扰，超过19 mg/L |
| 锌 | 负干扰，超过70 mg/L |

## 硫酸盐 2 ~70.0 mg/L SulfaVer 4法　　（方法号：8051）

1. 在 HACH PROGRAM.下，选择硫酸盐程序，680 Sulfate，按START。

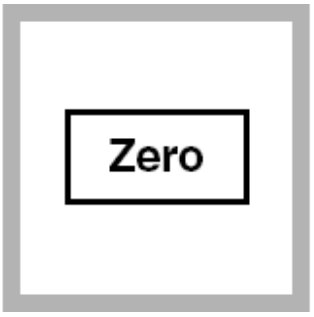
2. 往一个干净的比色瓶中装入 25 mL 样品。

3. 加入一包 SulfaVer 4 试剂粉包到比色瓶中，（待测样品），混合。

4. 按TIMER icon，按OK，开始2分钟计时。注：已经沉下来的不溶粉末不影响精确性。

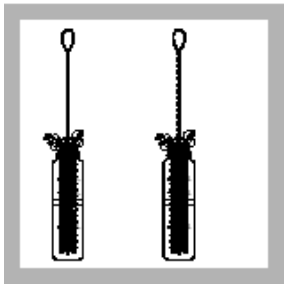
5. 往另一个干净的比色瓶中装入 25 mL 样品（空白试样）。

6. 当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色瓶槽




7.，按 ZERO.，屏幕显示：0.0 mg/L $SO_4^{2-}$

8. 计时器鸣叫后5分钟内，将待测样品放入比色瓶槽，按READE，屏幕将显示硫酸盐的含量，



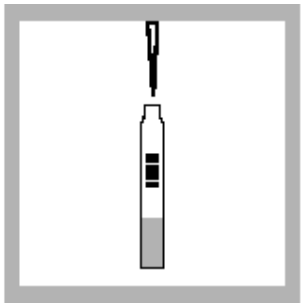
9.注：用肥皂和刷子清洗比色瓶。

**干扰**

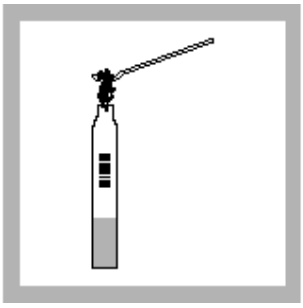
| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 钙 | 大于20,000 mg/L的$CaCO_3$ |
| 氯化物 | 大于40,000 mg/L的 Cl |
| 镁 | 大于10,000 mg/L 的 $CaCO_3$ |
| 硅 | 大于500 mg/L的 $SiO_2$ |

## 硫酸盐 浊度法 **UniCell™ Vials** (40 to 150 mg/L $SO_4^{2-}$)

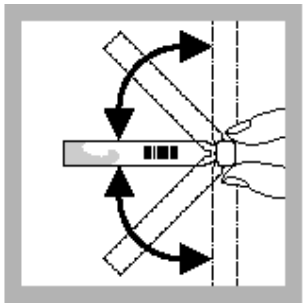
1.在HACH PROGRAM下，选择程序编号803，屏幕显示：**811 Sulfate, HCT 125，**按Start。



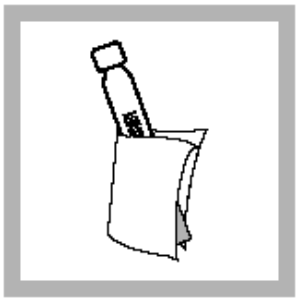
2.吸5mL样品到反应管。



3. 加入氯化钡A（HCT 125 A）到反应管。

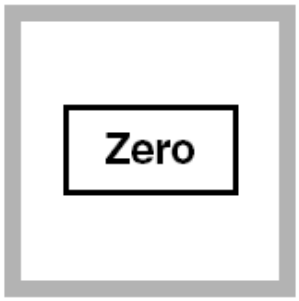


16.盖好反应管，倒转多次混合。

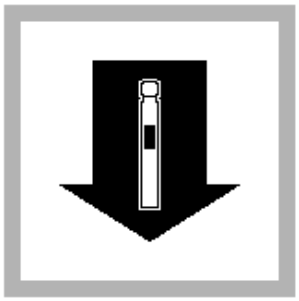


5．擦干净反应管。

6. 安装好16-mm样品适配器，，放入。反应时间到，把零号空白管放入。




7. 按ZERO，显示0.00 mg/L $SO_4^{2-}$ Underrange。



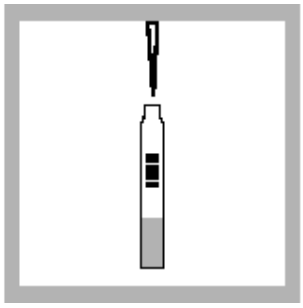
8. 擦干净比色管，放入样品适配器，按READ，结果显示mg/L $SO_4^{2-}$。



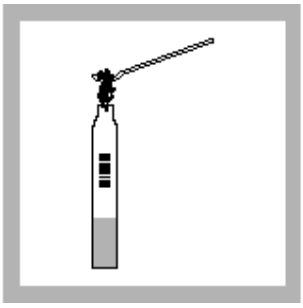
安恒公司 http://www.watertest.com.cn Tel:010-88018877(北京) 021-63176770(上海)

## 硫酸盐 浊度法 **UniCell™ Vials** (150 to 900 mg/L $SO_4^{2-}$)

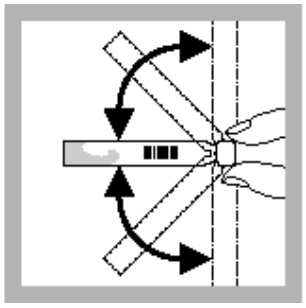
1.在HACH PROGRAM下，选择程序编号803，屏幕显示：**812 Sulfate, HCT 126，**按Start。



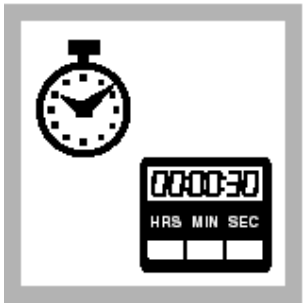
2.吸2mL样品到反应管。



3. 加入氯化钡A（HCT 126 A）到反应管。

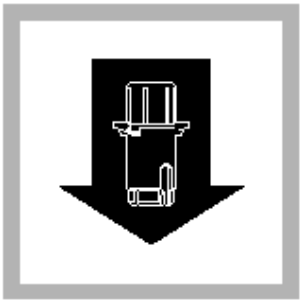


17.盖好反应管，倒转多次混合。

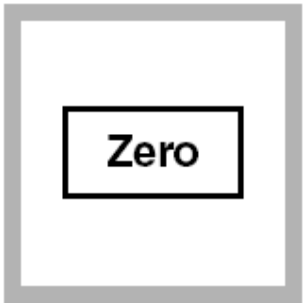



5. 按 TIMER icon, 按 OK，开始 30 秒计时。

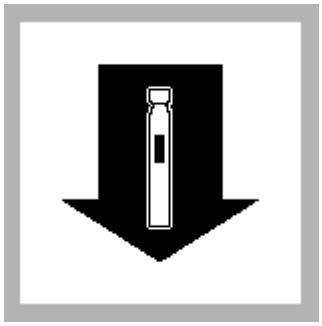
6. 擦干净反应管。



7. 安装好16-mm样品适配器，，放入。反应时间到，把零号空白管放入。




8. 按ZERO，显示 0.00 mg/L $SO_4^{2-}$ Underrange。

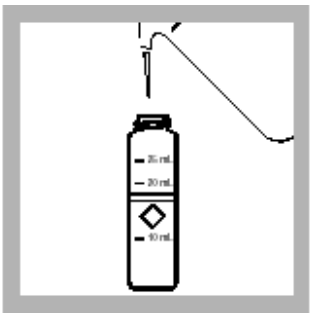


9.擦干净比色管，放入样品适配器，按READ，结果显示mg/L $SO_4^{2-}$。

## 硫化物 5 ~ 800 μg/L 亚甲蓝法 （方法号：8131）

1.在HACH PROGRAM.下，选择硫化物程序690 Sulfide，按START。
注：必须立即分析样品，不要过度扰动样品。

2. 量取25 mL样品到一个比色瓶中，此为待测样品。



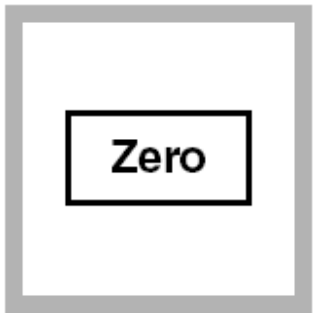
3. 量取25 mL去离子水到另一个比色瓶中（空白试样）。
注：对于浑浊样品，参阅步骤后之“干扰”的预处理指示。
注：过度的搅动样品会损失硫化物，用移液管量取减少硫化物的损失。

4. 分别加入 1.0 mL硫化物1试剂到每个管中，混合。

5. 分别加入1.0 mL硫化物2试剂到每个管，立即混合。
注：如存在硫化物将呈现粉红色，然后变成蓝色。

6. 按TIMER ICON，按OK，开始5分钟计时。

7. 当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色瓶槽。




8. 按 ZERO.，屏幕显示：0 μg/L $S^{2-}$。

9.将待测样品放入比色瓶槽，按READ，屏幕将显示硫化物的含量，单位为μg/L。

干扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
| --- | --- |
| 强还原性物质（亚硫酸盐，硫代硫酸盐和次硫酸盐） | 由于还原蓝色或阻碍蓝色的生成 |
| 高水平硫化物 | 高浓度硫化物会抑制颜色的完全生成，需要稀释样品。稀释会有硫化物的损失。 |
| 浑浊 | 对于浑浊的样品，准备不含硫化物的空白，用它代替去离子水 ：<br>1、量取25mL样品，放入50mL锥形瓶中。<br>2、边摇匀边滴加溴水，直到刚出现黄色而且并不腿去。<br>3、滴加苯酚溶液直到黄色消失，在步骤4中使用该溶液代替去离子水。 |

## 亚硫酸盐 0.1 ~ 5.00 mg/L 亚甲蓝法

1.在HACH PROGRAM.下，选择硫化物程序692 Sulfite, HPT 430，按START。

2. 量取10 mL去离子水到另一个比色瓶中（空白试样）。，

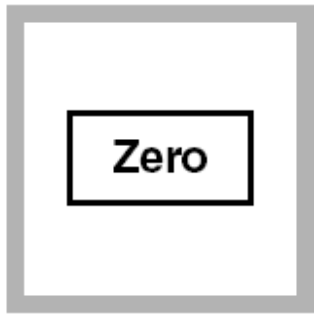
3. 量取10 mL样品到一个比色瓶中

4. 加入 试剂HPT430A，混合。

5. 加入2滴试剂（HPT430B）到比色瓶，混合。

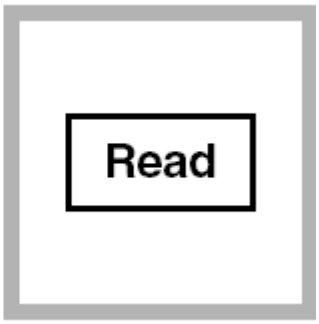
6. 按TIMER ICON，按OK，开始3分钟计时。此时不要动比色瓶。

7. 当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色瓶槽。




8. 按 ZERO.，屏幕显示： 0.00 mg/L $SO_3^{2-}$。

9.将待测样品放入比色瓶槽，




10.按READ，屏幕将显示硫化物的含量，单位为μg/L。

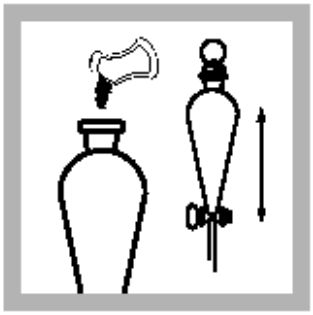
干扰：
硫化物大于5mg/L产生干扰。

## 阴离子洗涤剂（表面活性剂）0.002 ~0.275 mg/L　紫晶体法　（方法号：8028）

1. 在 HACH PROGRAM下，选择阴离子洗涤剂（表面活性剂） 程序编号710，START。

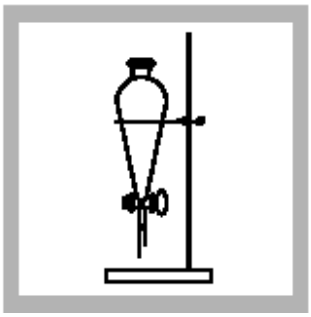
2. 用一个干净的500-mL量筒中量取样品至300-mL刻度线。将样品倒入一个干净的 500-mL分液漏斗中。

3. 加入10 mL硫酸盐缓冲溶液，盖好漏斗，摇晃5秒。



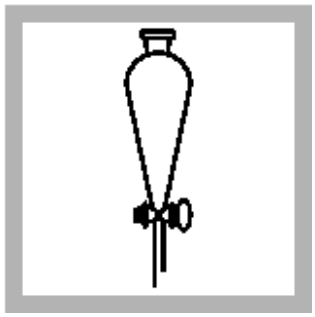
4. 加入一包洗涤剂试剂粉包到漏斗中，盖好漏斗，并摇晃使粉末溶解。

5. 加入 30 mL苯到漏斗中，盖好漏斗。轻轻摇晃一分钟。
注：溢出的试剂会影响结果的精确性，并对皮肤等有害。
注：在通风良好的地方使用苯。



6. 将分液漏斗放架上。

7.按TIMER ICON，按OK， 开始30分钟计时。
注：振摇过度会形成乳状液，将需要长时间分层。对于这样的样品，移走大部分的水层，然后在漏斗中加入惰性物轻轻搅动，如用涂上聚四氟乙烯的磁搅拌棒。

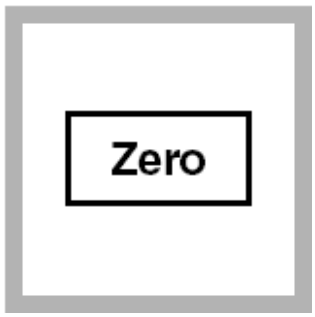


8. 当计时器鸣叫时，取走塞子并分出下层水层，弃去该水层，放入适当的废物收集器中。

9. 将上层的苯溶液倒入一个干净的25mL比色瓶中(待测样品)。

10.往另一个比色瓶中装入纯苯至25mL刻度线。(空白试样)。

11. 将空白试样放入比色瓶槽。




12. 按ZERO,屏幕显示:0.000 mg/L LAS。

注:颜色测量前不能过滤苯层,因为过滤会除去蓝色。

13.将待测样品放入比色瓶槽。

14.按READ,屏幕将显示阴离子洗涤剂的LAS, 单位为mg/L。

注:可用丙酮除去玻璃仪器上的苯。

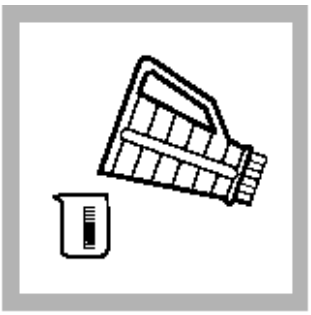
干扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 氯化物 | 高含量的氯化物,如盐水和海水,会导致结果偏低。 |
| 高氯酸盐离子 | 所有水平上均干扰。 |
| 高碘酸盐离子 | 所有水平上均干扰。 |

## 悬浮固体 0 ~ 750 mg/L 光度法 （方法号：8006）

1.在HACH PROGRAM.下，选择悬浮固体程序**630 Suspended Solids.**，按START。

2. 量取500 mL样品到高速搅拌器中搅拌2分钟。

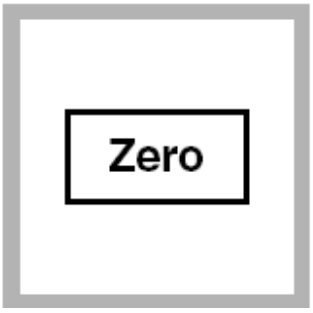


3. 把样品倒到一个600ml烧瓶中。

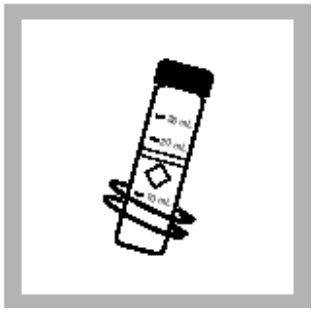
4. 把样品加入25ml到比色瓶。混合。

5. 加入25ml去离子水到另一比色瓶。（去掉气泡）

6. 将空白试样放入比色瓶槽。

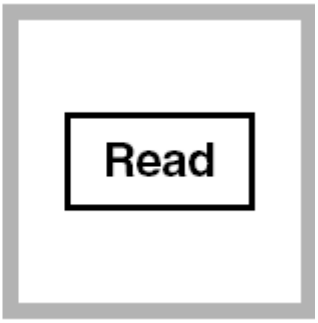



7. 按 ZERO.，屏幕显示： 0.00 mg/L $SO_3^{2-}$。



8. 旋转比色瓶，去除气泡和残渣。

9.将待测样品放入比色瓶槽，



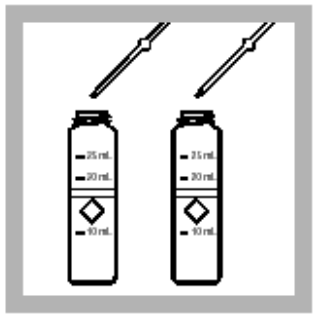

10.按READ，屏幕将显示县浮固体的含量，单位为mg/L。

## 丹宁及木质素 0.1 to 9.00 mg/L 酪氨酸法　（方法号：8193）

1. 在 HACH PROGRAM.下，选择丹宁及木质素程序720 Tannin and Lignin，按START。

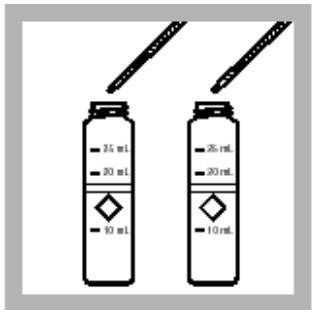
2. 往一个干净的比色瓶中装入去离子水到25mL刻度（空白试样）。

3. 往另一个干净的比色瓶中装入样品到25mL刻度（待测试样）。



4. 分别量取0.5 mLTanniVer 3 丹宁-木质素试剂到两个管中，混合。

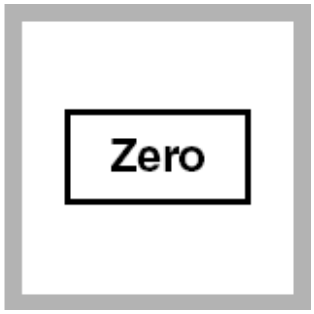
注：过滤浑浊样品，结果表示为可溶的单宁酸，单位为mg/L。
注：为了验证精确性，用2.0mg/L的单宁酸溶液代替样品。



5. 分别量取5.0 mL碳酸钠溶液到两个管中，混合。
注：如果存在丹宁和/或木质素，将呈现蓝色。

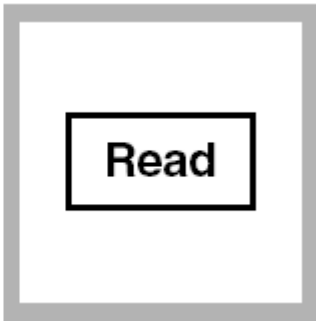
6. 按TIMER ICON，按OK，开始25分钟计时。

7. 当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色瓶槽。




8.按 ZERO.，屏幕显示：0 mg/L Tannin。

9. 将待测样品当入比色瓶槽



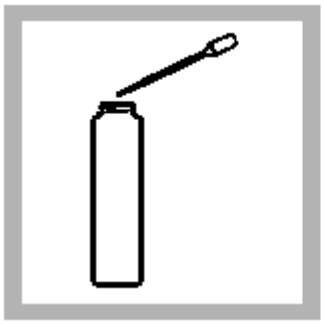

10.按READ，屏幕将显示丹宁的含量，单位为mg/L。

**干扰**

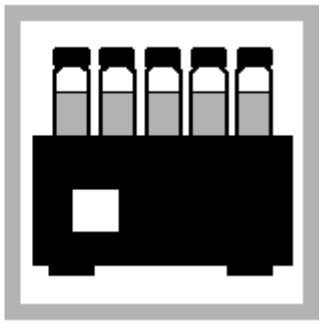
| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 三价铁 | 引起正干扰。2mg/L铁离子产生相当于1 mg/L单宁酸的颜色,除去20mg/L以内的三价铁离子的干扰，测试前加入一勺0.2-g量的焦磷酸钠到样品中。 |
| 亚硫酸盐 | 可在测试前加入1mL甲醛到样品中除去干扰。 |

## 毒性 ToxTrak Method (0 to 100% Inhibition)　（方法号：10017）

### 疫苗培养

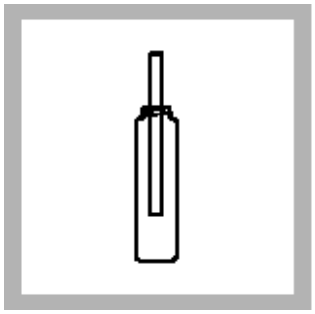


1. 使用天然样。
1.用滴管加入1.0ml样品到反应管Tryptic Soy Broth Tube.
按*SINGLE*└.下的键，
按*GO TO*└下的键，
按603选择603 nm，
按ENTER。

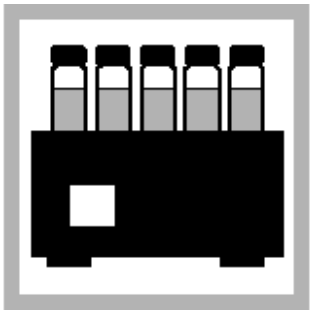


2. 将反应管放入培养箱Incubate，培养到反应管有浑浊。（浑浊表示有细菌生长）
显示ZERO REQUIRED。

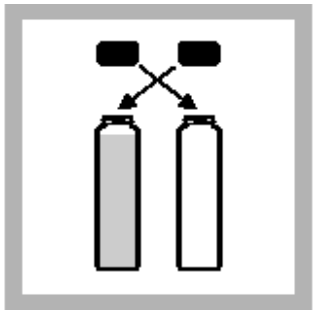
### 使用Aqua QC-Stiks疫苗培养



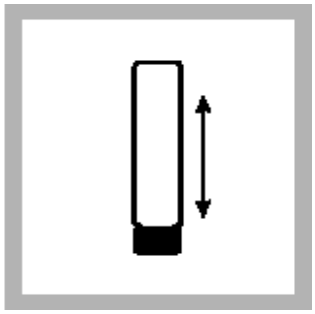
1.放一支小棒到有*E. coli* Aqua QC-Stik™的反应管Tryptic Soy Broth Tube.



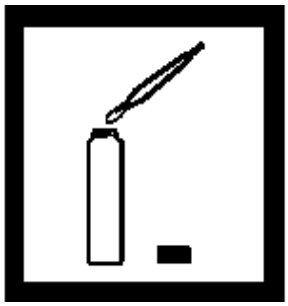
2. 将反应管放入培养箱Incubate，35度培养到反应管有浑浊。（浑浊表示有细菌生长，大约有12小时）

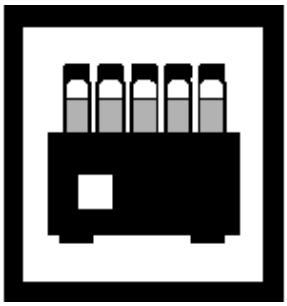


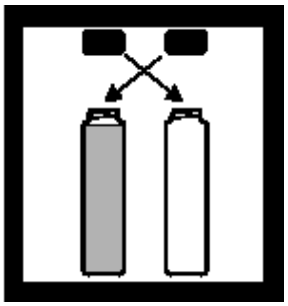
使用Bactrol碟。
3.用酒精和火焰消毒镊子。



4.打开Bactrol inoculum瓶盖，用消毒镊子夹出一个Bactrol Inoculum Disk。







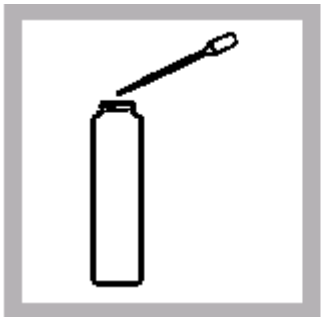
5.打开Lauryl Tryptose Broth管盖，把Bactrol Inoculum Disk放入管内，摇匀。

6.把管放入Incubate培养箱中培养至管内浑浊，当培养箱为35度反应会更快，在35度下一般培养12小时已足够。

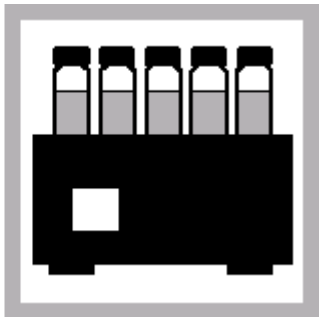
7.用一个无样的已做6步骤的Lauryl Tryptose Broth瓶的瓶盖，与样品瓶的盖互换。用此新瓶进行以下测试。

## 毒性 ToxTrak Method (0 to 100% Inhibition)

## 光度法　方法号：10017　　样品培植

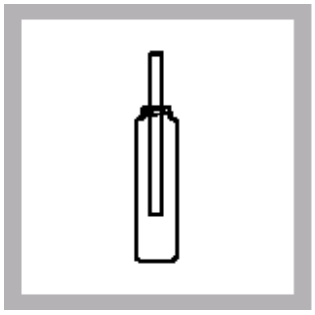


1.用滴定管将1.0mL原液加入到胰蛋白酶大豆培养试管内;

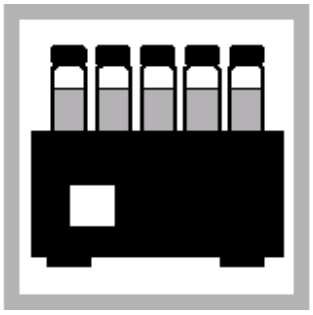


2. 保持培养,直到可以用肉眼清晰看到溶液变为浑浊为止(浑浊表明细菌正在生长);

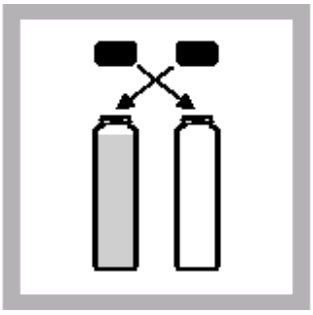
## Aqua QC-Stik法样品培植



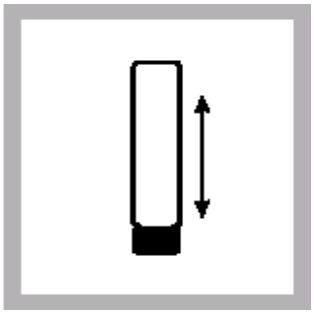
1. 根据使用说明书,用E. coli Aqua QC-Stik™溶液制备月桂醇胰蛋白培养基试管。



2. 在培养器上，以35℃（95° F）培养以上试管，直到可以用肉眼清晰看到溶液变为浑浊为止（约需要12小时）。在培养器上的溶液变浑浊的速度要快过在室温环境中。

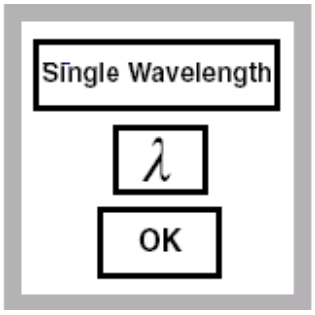


3. 制备1个新的培养基试管，方法是用孵化器已制备好的Aqua QC-Stik™溶液的瓶盖，将它盖到1个新的试管上；

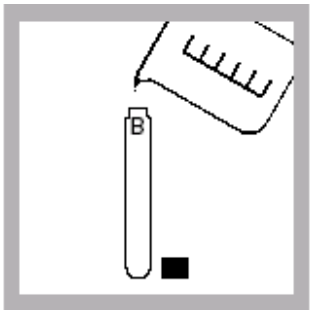


4. 将这个试管倒置，培养后，这个试管将用于后面的测试。 如毒性测试进行几天的时间，那么这个制备品可以在室温下放置若干天。 一般，在10-72小时之间使用效果最好。

## 比色试验

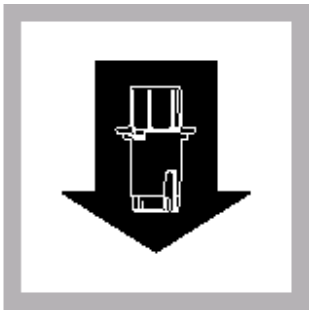



1. 按Single Wavelength键，再按λ键，然后键盘输入603nm，按OK键；

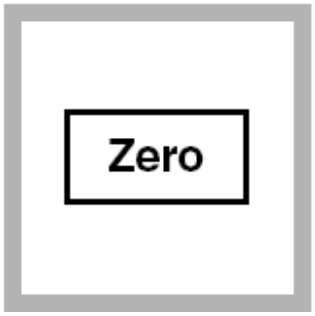



2. 准备1个测N的样品管，加入去离子水；

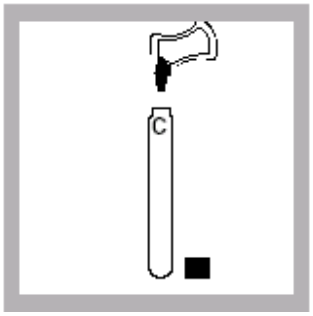
3. 擦拭样品管外表面，不要残留指纹和其它标记；



4. 在仪器上装上16-mm适配器。

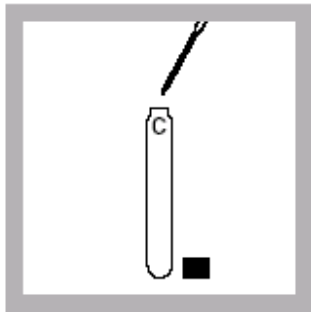



5. 按Zero键,显示屏将显示0.000 ABS

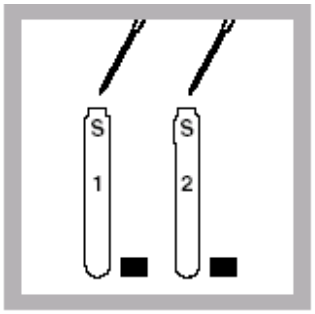



6. 标记1个试管为”control”.打开1包ToxTrak试剂粉末,将其加入到这个空的试管内.

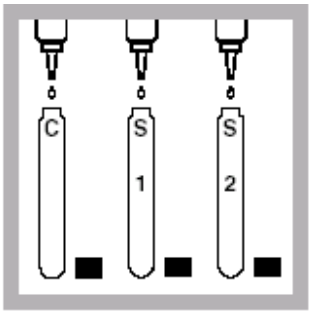
7. 重复步骤6为每个样品制备1 瓶.



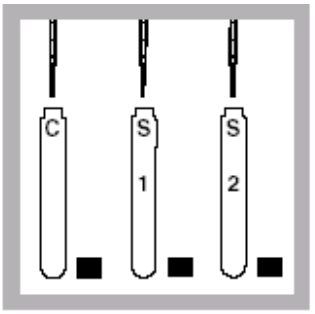

8. 加5.0mL去离子水到“control”瓶中。 在这里需使用无毒性的去离子水或者其它水。



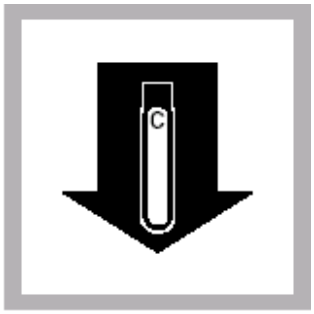

9. 向每个样品试管中加入5.0mL制备的样品液（或稀释液）。 为了确认测试毒性的开始点,可以用去离子水稀释1mL样品液至10mL,然后进行测试,观察是否指示为0%,不是就对该稀释液再稀释1/10, 按此步骤直到达到要求.




10. 为每个试管加入2滴催化剂,封盖并摇至混合均匀. 应充分摇荡使样品液氧化,以确保氧浓度不会对呼吸率测试产生影响.



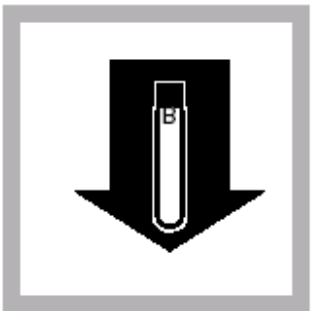

11. 为每个试管加入0.5mL培养液(前面制备的),封盖和倒置混合.



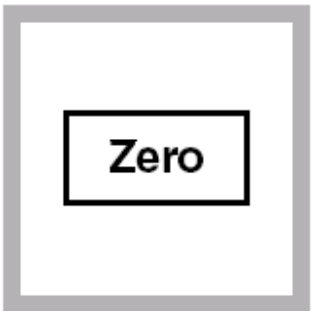

12. 将标记为”control”的试管放入测试仪器中测试,记录吸收率.

13. 重复步骤12,对每个样品和稀释液进行测试记录.

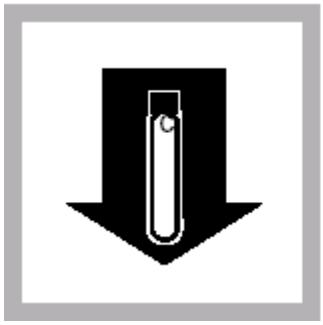
14. 观察反应，直到“control”液的吸光率减少至0.60±0.10 abs为止。 这个过程大概会历时45~75分钟，有时试管需要颠倒。 反应时间根据当时温度、溶液放置的时间和细菌的浓度不同而有所变化。




15. 在“control”液的吸光率减少至0.60±0.10 abs后，将空试管放入仪器内；

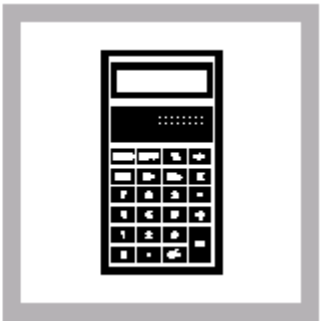



16. 按“Zero”键，仪器将会显示0.000;




17. 然后将”control”液试管放入仪器内, 按”Read”键. 仪器将会显示”control”液的吸光值. 记录此值.

18. 重复步骤17, 将每个样品液和稀释液进行测量,并记录每个溶液吸光度值.



19. 计算抑制度%.
计算公式：△A=原吸光值-最后吸光值

$$\%I = [1 - \Delta A_{sample} \div \Delta A_{control}] \times 100$$

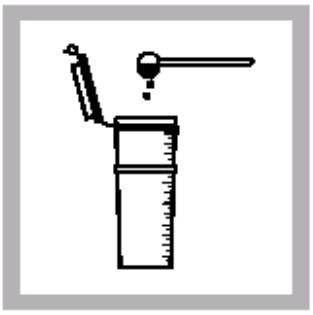
注：在以呼吸作用为基础的毒性测试中, 某些毒素会增加呼吸使抑制率为负数。重复实验，计算结果比-10%更小则视为有毒。

## TPH 免疫法（ 总石油碳氢化合物） 方法号：10050

土壤样品抽取过程:

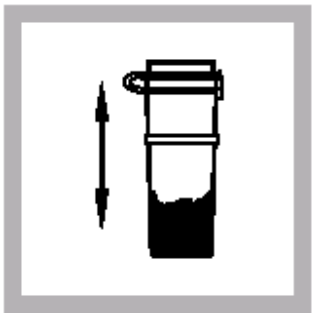
1. 用塑料称盘称取10g土壤样本;

2. 小心仔细的将样本倒入提取瓶中。



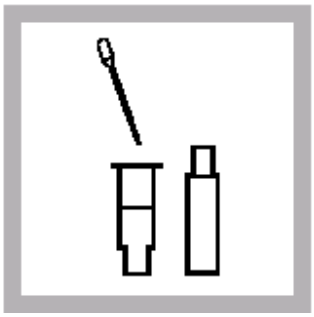
3. 用5克量的铲子往提取瓶中加入1铲硫酸钠。

4. 用圆筒量杯往提炼瓶中加入10mL提取剂;

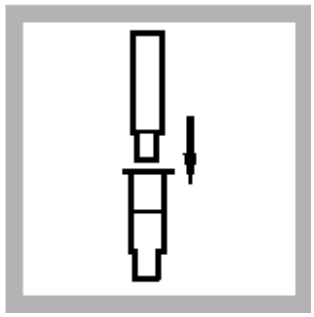


5. 盖好提炼瓶，充分的摇荡约1分钟。

6. 然后小心的打开提炼瓶.



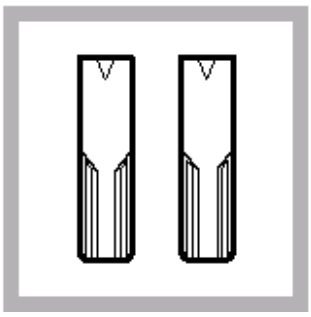
7. 使用球形吸量管,从提炼瓶中的液体中抽出1.0-1.5mL 液体。 将这些液体移入针筒式的过滤桶中（与筒相配合的活塞的底部装有过滤装置）。



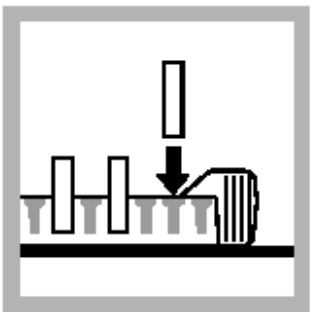
8. 将过滤活塞插入过滤筒中，使劲压活塞，使样品溶液不断析入上面的活塞容器中。
注意：或许要将过滤装置放到桌面上，以保证一定的压力效果。

土壤和水样本免疫测定

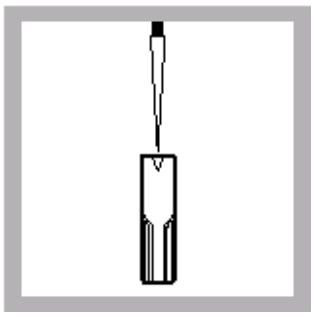
1. 按“Single Wavelength”键， 再按“λ”键，输入450nm ， 按“OK”键



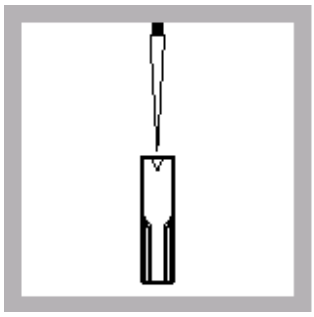
2. 为每个口径测量器和待测的样品标记1个抗体试管。选择合适的口径测量器。注意：1次可以同时测量10个抗体管，可考虑同时测量不同组的样本。



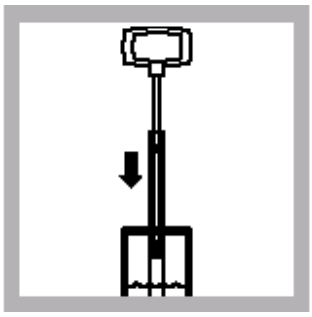
3. 将这些抗体管整齐的放到架子上摆好。



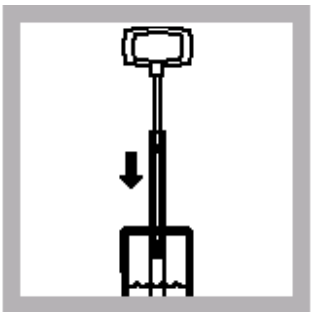
4. 用滴管分别吸取0.5mL 稀释液放入每个口径测量管中
注意: 在这一步骤中,允许重复使用同1 个滴管。



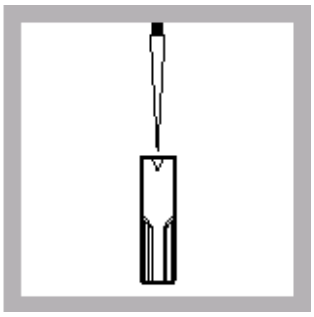
5. 如果测量土壤: 向每个样品管中加入0.5mL 稀释液.
如果测量水: 用滴管取每个水样本 0.5mL, 加入到合适的试管中
注意: 取水样本时, 不能使用同一个滴管



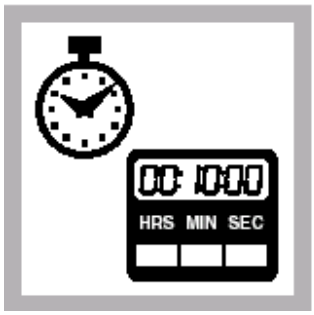
6. 因为下面的四步必须无停顿的进行,所以应先准备好所有将要使用的设备仪器.
使用Wiretrol ®滴管取将要用到的每种calibrator液 50μL加入到calibrator管中,摇匀
注意: 对于每种稀释液, 要使用不同的毛细管来进行这个过程。



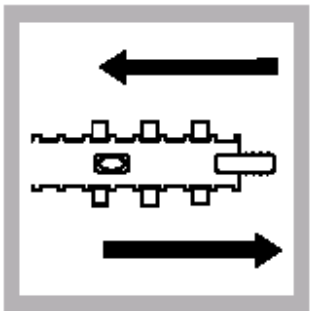
7. 如果测量土壤:用Wiretrol ®滴管,提取50μL在"土壤样品抽取过程"第8步中过滤出的溶液,加入到适当的标记好的试管中,混合均匀. 注意: 对于每种稀释液,要使用不同的毛细管来进行这个过程。如果测量水: 用Wiretrol ®滴管往每个样本中加入50μL的甲醇溶液.



8. 立刻为每个"calibrator"和样本管滴入0.5mL TPH酶.
注意: 这个步骤中,可以用同1个滴定管操作。



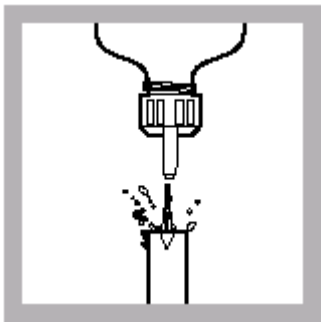

9. 按仪器的时间键,输入10分钟,最后按OK键. 为期10分钟的反应开始. 同时立刻进行下一阶段操作。



10. 用 "Using the 1-cm Micro Cuvette Rack" 的方法处理试管30秒以确保混合。

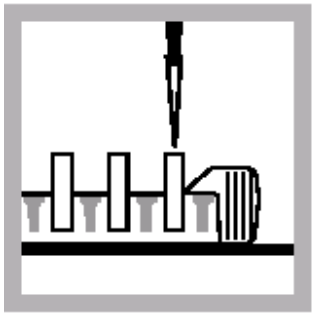
11. 5分钟后,再用同样方法处理30秒。

12. 10分钟过后, 将所有试管中的溶液倒出到废液收集瓶中。

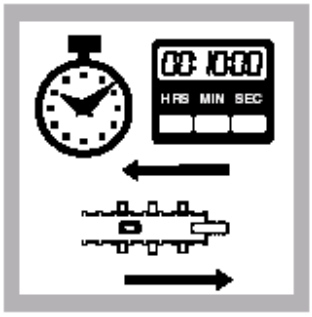


13．用去离子水彻底清洗每个试管4次，将洗液倒入废液容器中，清空试管。　注意：要确保清洗液体排出干净，最后可以在纸巾上，上下轻轻敲击试管以便排水

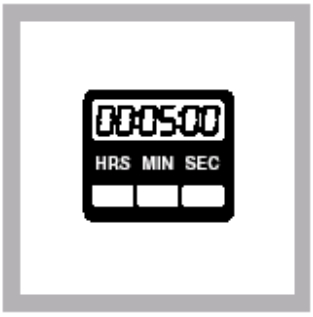
颜色生成　（注意：以下操作时间要准确，请仔细按照说明书进行）



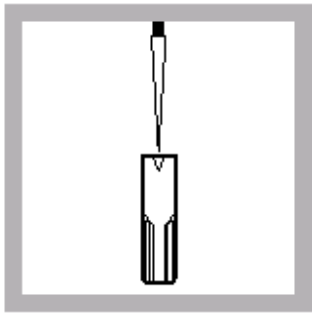
1．将试管在架子上摆放整齐，往每个抗体试管内加入0.5mL颜色展开液。（注意：给每个试管加展开液时，要用新的干净的滴管）。




2．按时间键，输入10分钟，按“OK”。　为期10分钟的反应开始. 同时用“Using the 1-cm Micro Cuvette Rack”的方法处理试管以确保混合。

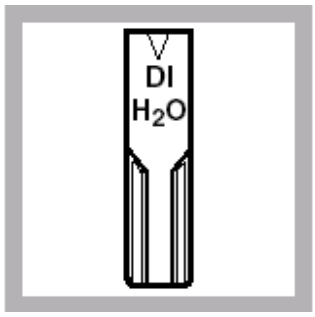



3．5分钟后,再用同样方法处理30秒。 注意：部分或全部溶液会变为蓝色。

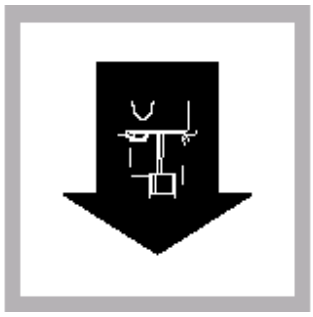


4．在10分钟的反应结束后, 按照步骤 1 的相同工作方法,往每个抗体试管内加入0.5mL停止液。用 “Using the 1-cm Micro Cuvette Rack”的方法处理架子 20 秒.

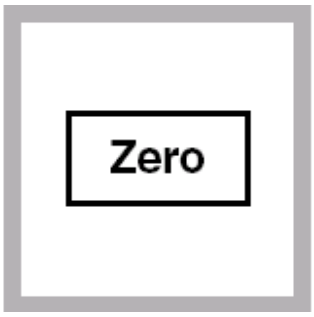
注意: 在加入停止液后,溶液将会由蓝色变为黄色: 在这个步骤中,可以使用同 1 个滴定管。




5. 制备1个试管,加入去离子水,标记为零点管. 用清洁干净的棉纸擦拭外壁,以除掉水分,污迹和指纹。



6. 在仪器上安装1-cm试管适配器. 注意: 参照仪器操作手册2.6章节的说明,进行安装. 将标记好的零点管放进仪器内-箭头朝向仪器的左边. 所有试管的箭头都要按照同一方向排列。

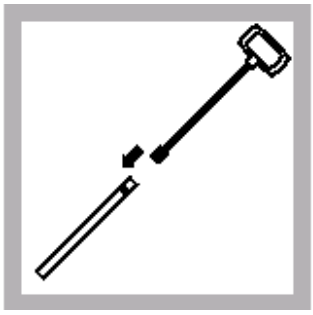



7. 按"Zero" 键, 仪器将会显示0.000Abs。

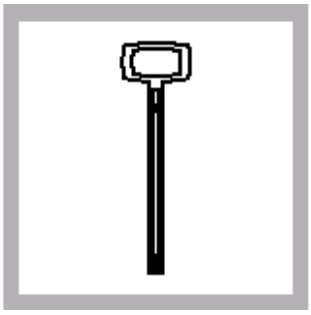
8. 将第1个"calibrator"放入仪器内. 按"Read"键, 仪器将会显示出吸光度值. 记录下每个"calibrator"和样本的吸光度值。

9. 重复步骤 8 测量所有的"calibrator" 和样本的吸光度值. 参看第 8 页的"结果分析和报告"对各结果进行分析.

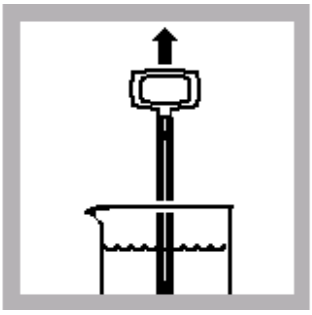
Wiretrol ®滴管的使用



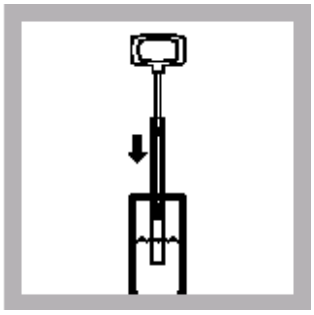
1. 先湿润一下橙色Teflon® 做的Wiretrol ®滴管的活塞顶端后, 小心的将它插入到毛细管尾部,毛细管的尾部有彩色带状标记。



2. 然后推动它,使活塞刚刚好到达毛细管的另一端。



3. 将毛细管顶部潜入到将要滴定的溶液中-到液面下, 缓慢轻柔的向上拉动Wiretrol ®滴管的活塞,直到活塞的底部到达预定的刻度线为止. 注意: 最后在提出滴管时,将毛细管的顶端在容器周边轻轻碰触,以释放掉积存在其顶端的残液。



4. 从滴管中排出液体时,将毛细管顶部潜入到溶液中-到液面下,轻柔的向下推动 Wiretrol ®滴管的活塞. 对于不同的" calibrator"和 样本,要使用新的毛细管避免污染。

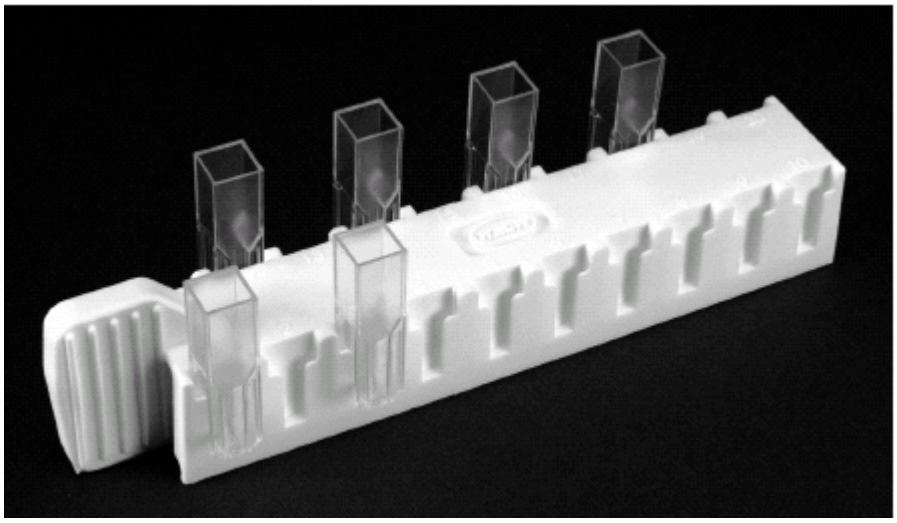
使用 1-cm 试管托架

安装托架—本试管架经过专业设计,可以在适当的地方进行倒转操作. 开始操作程序前,要将所有的试管放入架内,并标记好区别号码. 放的时候, 不要强硬用力, 否则可能造成试管很难移动,或者液体溅出. 当架子反转或者轻轻敲击时,试管将会呆在原位置,不会掉出来.

混合—将架子放到一个比较结实坚硬的平面上, 该平面长度至少是架子长度的 2 倍. 抓住架子的末端，沿着长度方向，用力来回滑动架子大约 30 秒。 在每一次的滑动中，架子大概会移动的距离等于是它自身的长度

结果分析和报告

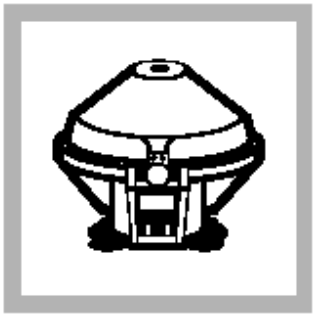
仪器给出的读数结果和实际中的 TPH 浓度值正好是相反的。换句话说，读数越大，TPH 的浓度是越小的。



## 挥发性酸　27--2800 mg/L 酯化法　（方法号：8196）

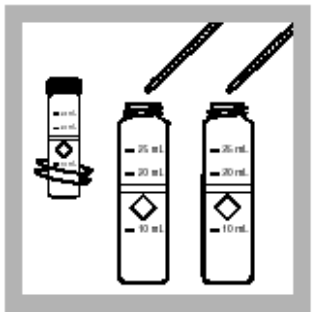
1.在HACH PROGRAM下，选择挥发性酸程序编号770 Volatile Acids，按START。

2. 加入0.5 mL去离子水到一个25mL的干燥的比色瓶（空白试样）。



3. 使用“所需的物品与设备”中列出的实验室仪器过滤或离心25mL样品溶液。
注：离心比过滤更快。

4. 取出0.5mL过滤液或上清液到另一个25mL的干燥比色瓶中（待测试样）。

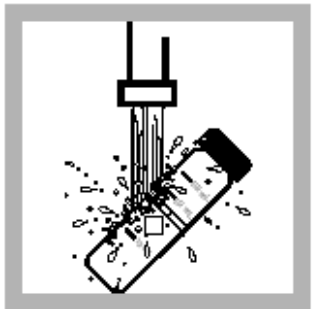


5. 加入1.5mL ethylene glycol到每个比色瓶中。旋转混合。

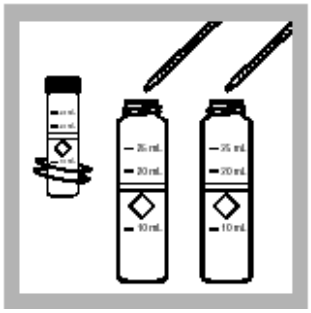
6. 加入0.2mL的19.2N的硫酸标准溶液到每个比色瓶中。旋转混合。

7. 将两个比色瓶放入沸水浴中。
注：可以在500mL的大口杯中加热比色瓶。

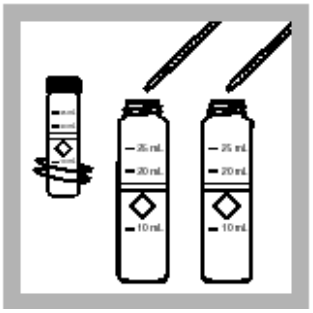
8. 按TIMER ICON，按OK。开始3分钟的反应计时。



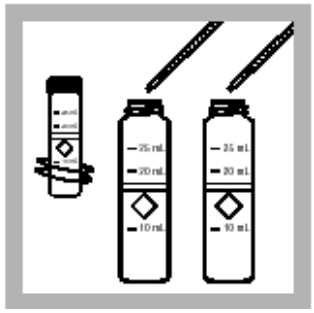
9. 当计时器鸣叫时，用流动的自来水将冷却溶液到25 ℃（直到比色瓶冷却到该温度）。



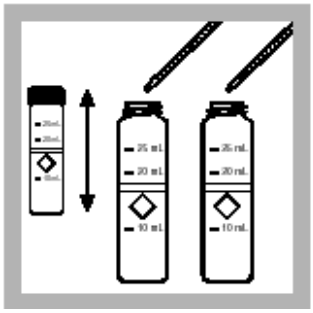
10. 使用移液管，吸取0.5 mL的羟胺氢氧化物溶液到每个管。旋转混合。



11. 使用移液管，量取2.0 mL的4.5N的氢氧化钠溶液到每个管。旋转混合。



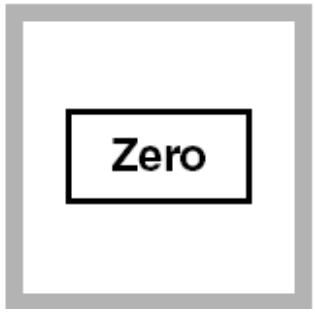
12. 加入10mL的硫酸氯化铁溶液到每个管。旋转混合。



13. 加入 10mL 的去离子水到每个管。旋转混合。

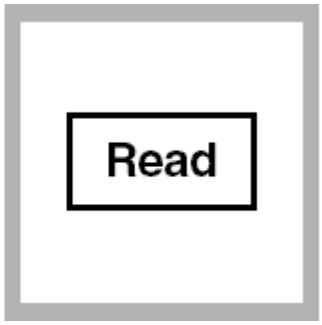
14. 立即按 TIMER ICON，按ok，并开始3分钟的反应计时。
注：在3分钟的反应期间，完成步骤15-16。

15. 擦干每个管，立即放入试剂空白到比色瓶槽。




16. 按ZERO。屏幕将显示：0 mg/L HOAC。

17. 当计时器鸣叫时，马上将待测试样放入比色瓶槽。



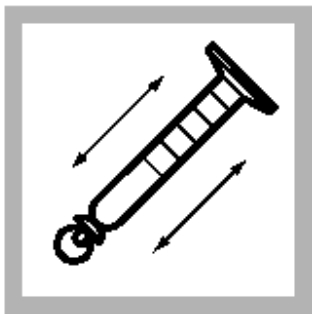

18. 按 READ，屏幕将显示挥发性酸，挥发酸的含量，单位是 mg/L。

## 锌　　0.01 ～ 2.00 mg/L 锌酮法　　（方法号：8009）

1.在 HACH PROGRAM 下，输入锌酮法法程序编号 780 Zinc，按 START。
注：分析前调节贮存样品的pH值。注意！该步骤中的试剂含有氰化物，取出试剂或吸入气体都是有毒的。不能加到酸性样品中（<pH 4)。

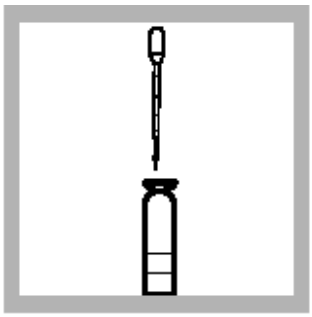
2. 将20 mL 样品装入25mL混合量筒中。

3. 将20 mL 样品装入25mL混合量筒中。

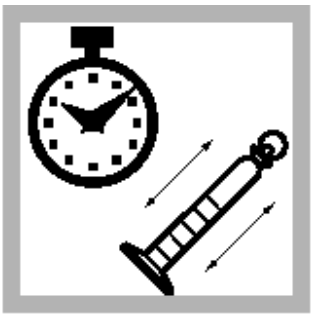


4.塞好塞子，反转多次使粉末完全溶解。
注：如果粒子不完全溶解，低锌浓度会引起读数不一致。
注：样品应为橙色。如果呈棕色或蓝色，稀释样品并重新测试。可能是锌浓度太高或存在干扰金属元素。

5. 倒入10 mL溶液到比色瓶（空白试样)。



6. 加0.5 mL环己酮到量筒剩余的溶液中。
注：使用塑胶点滴器如橡皮球会污染环己酮。

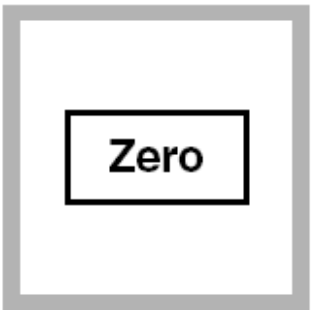


7.按TIMER ICON，按OK。在此同时，塞好量筒并强烈摇晃30秒。（此为待测试样)。
注：样品将呈微红色、橙色、棕色或蓝色，取决于锌的浓度。

8.按TIMER ICON，按OK，并开始3分钟的反应计时。
注：在此同时，完成第9步。

9. 反应期间，从量筒中倒出溶液到比色瓶（待测试样）。

10. 当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色瓶槽。




11. 按ZERO。屏幕将显示：0.000 mg/L Zn。

12. 将待测试样放入比色瓶槽。按READ，屏幕将显示锌的含量，单位是mg/L。

干扰

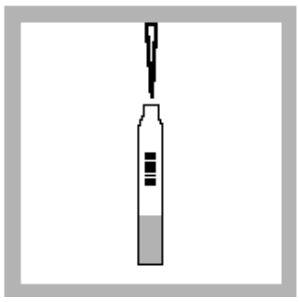
当存在以下物质且浓度超过表中所列时，将会引起干扰。

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 铝 | 大于6mg/L。 |
| 镉 | 大于0.5mg/L。 |
| 铜 | 大于5mg/L。 |
| 铁（三价） | 大于7mg/L。 |
| 锰 | 大于5mg/L。 |
| 镍 | 大于5mg/L。 |
| 有机物 | 高含量干扰。 |
| 高缓冲或极端样品pH | 可能超出试剂的缓冲能力而需要样品预处理。调节pH至4-5。 |

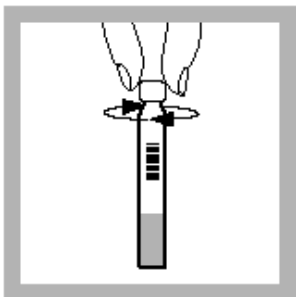
## 锌 PAR UniCell™ Vials (0.10 to 6.00 mg/L Zn*)

1.在HACH PROGRAM下，选择程序编号809，屏幕显示：809 Zinc HCT170, 按Start。

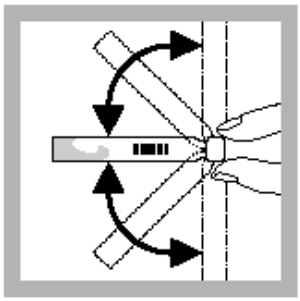
2.吸2mL样品到反应管。



3.吸0.4mL溶液A（HCT170A）到反应管



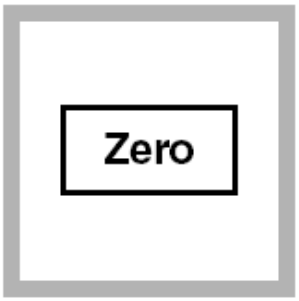
4. 立刻盖上橙色盖UniCap 170 B.



5. 盖好反应管，倒转多次混合至完全溶解。

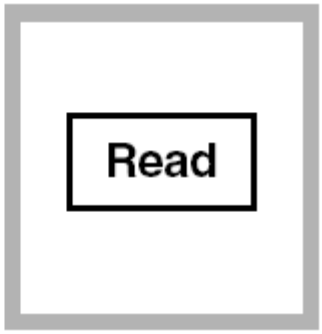
6. 按timer icon, 按OK，5分钟反应计时。继续摇晃。

7. 安装好16-mm样品适配器，反应时间到，擦干净反应管，放入。




8. 按ZERO，显示 **0.00 mg/L Free Zn Underrange**。

9. 擦干净比色管，放入样品适配器。




10. 按READ，结果显示mg/L Zn。



安恒公司 http://www.watertest.com.cn Tel:010-88018877(北京) 021-63176770(上海)

北京安恒测试技术有限公司

北京市海淀区车公庄西路乙19号华通大厦B座北楼12层

邮政编码：100044

电话：010-88018877

传真：010-88018288

上海市天目中路428号凯旋大厦

邮政编码：200070

电话：021-63176770

传真：021-63177618

HTTP://WWW.watertest.com.cn

© 哈希公司，2000．保留所有权利