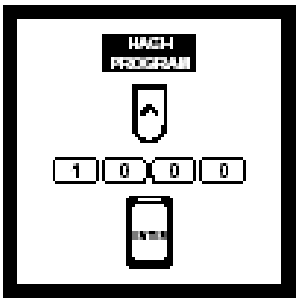
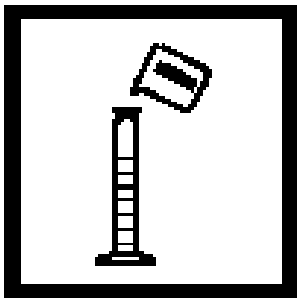
# DR4000UV 分光光度计
# 分 析 操 作 手 册

# 铝　0 ~ 0.800 mg/L　试铝灵法

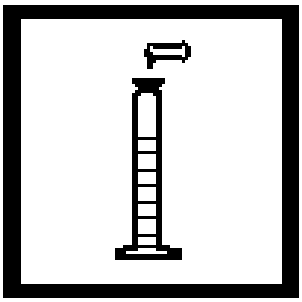



1. 在 HACH PROGRAM下，输入试铝灵法程序编号1000，按ENTER。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 1000 Aluminum, Aluminon，波长自动调节为535 nm。

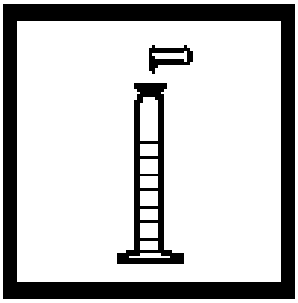


3. 往50mL混合量筒中装入样品至50mL刻度线。

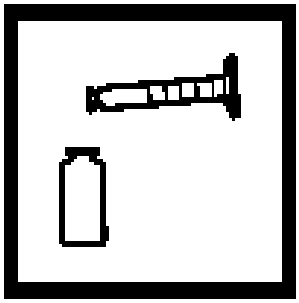


4. 加入一包抗坏血酸粉末，塞好塞子，倒转多次使粉末溶解。

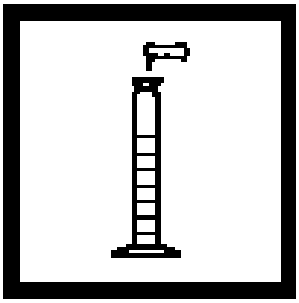
注：使用前用1：1的盐酸和去离子水冲洗量筒以避免由于玻璃吸收的污染物导致结果出错。
注：为了验证精确性，用0.4 mg/L的铝标准溶液代替样品溶液。



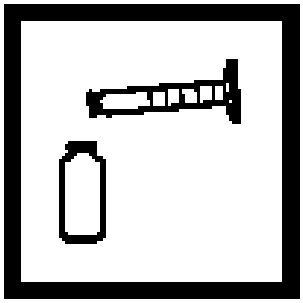
5. 加入一包AluVer3 铝试剂粉包，按START TIMER，反复倒转1分钟使粉末溶解。
注：如果有铝存在将呈橙色到橙红色。
注：如粉末未完全溶解，将影响结果的一致性。



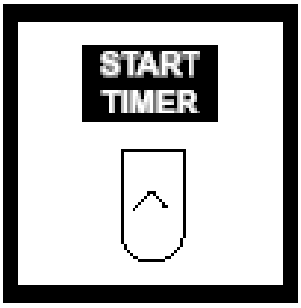
6. 倒出25 mL混合液到25mL的比色瓶中（待测试样）。



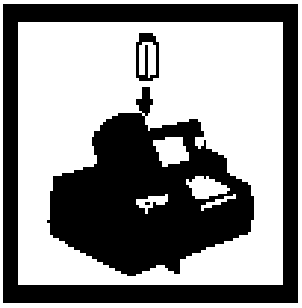
7. 加入一包Bleaching3试剂粉包到混合量筒剩余的25mL溶液中，塞好塞子，按START TIMER,强烈摇晃30秒。
注：由于漂白作用，溶液将变成浅到中等的橙色（不是无色）。



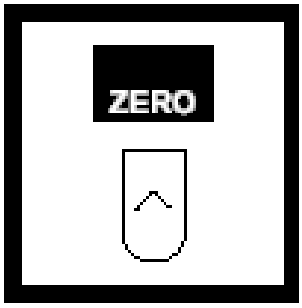
8. 倒出量筒中剩余的25mL混合液到另一个25mL的比色瓶中（空白试样）。



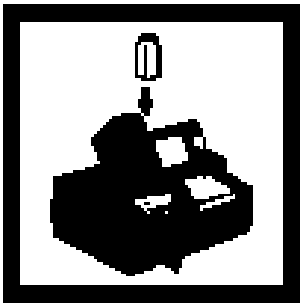

9. 按START TIMER，并开始15分钟计时。



10. 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。




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



12. 迅速将待测样品放入样品槽，关上遮光盖，屏幕将显示铝的含量，单位是mg/L。

注：结果还可以用 $Al_2O_3$ 的含量表示。

干扰

| 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。倒转多次使溶液混合均匀，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，倒转使溶液混合均匀。如果仍然呈现黄色，继续倒转混合，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，所以不能允许其存在。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。

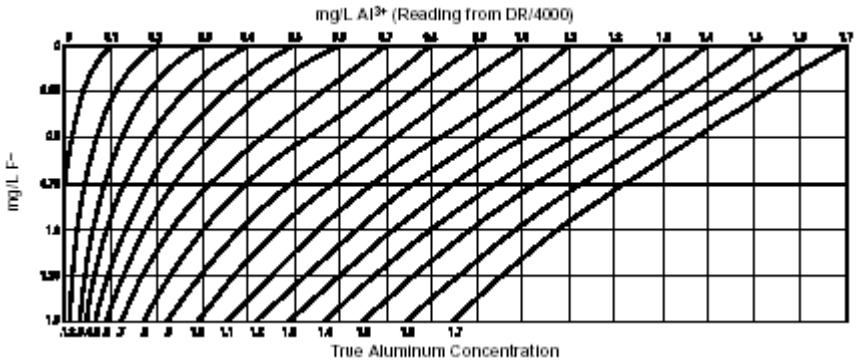
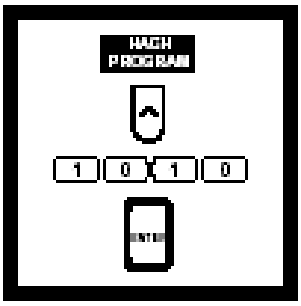



图1 氟化物干扰曲线图

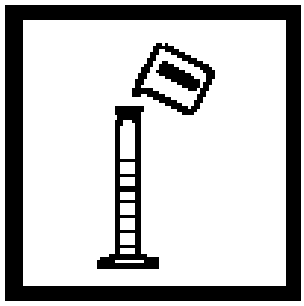
# 铝 0 ~ 0.250 mg/L $Al^{3+}$ 羊毛铬花青R法

## 粉包

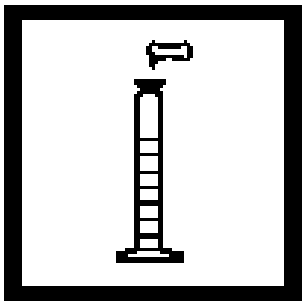



1. 在 HACH PROGRAM下，输入羊毛铬花青R法程序编号1010，按ENTER。

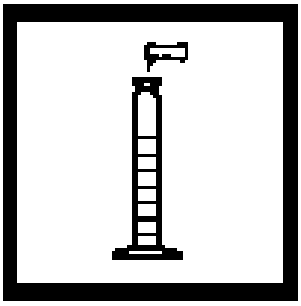
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 1010 Aluminum, ECR，波长自动调节为535 nm。



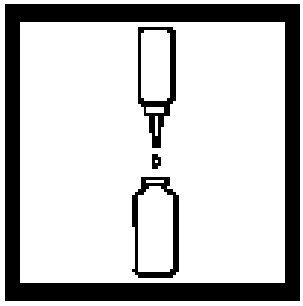
3. 往25mL混合量筒中装入20mL样品。
注：使用前用1：1的盐酸和去离子水冲洗量筒以避免由于玻璃吸收的污染物导致结果出错。
注：为了验证准确度，用0.1 mg/L的铝标准溶液代替样品溶液。



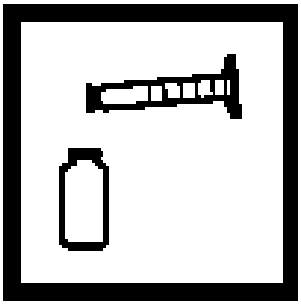
4. 加入20mL样品所需用量的羊毛铬花青R 试剂粉包，塞好塞子，倒转多次使粉末溶解。然后按START TIMER，并开始30秒计时。



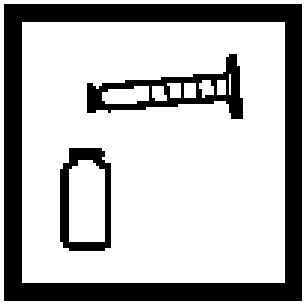
5. 加入20mL样品所需用量的六甲基四胺缓冲试剂粉包，塞好塞子，反复倒转直到粉末溶解。
注：如有铝存在将会呈现红-橙色。



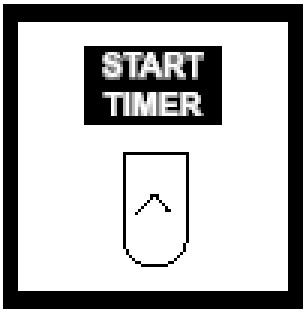
6. 将一滴ECR Masking试剂溶液滴入一个干净的比色瓶中，以此作为空白。



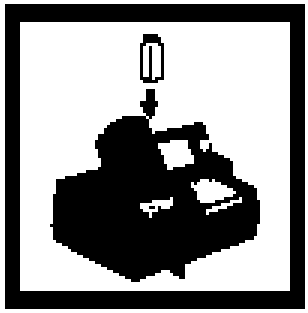
7. 从量筒中倒出10mL混合液到已滴有ECR Masking试剂溶液的比色瓶（空白试样）中，离心混合。
注：溶液将开始变黄。



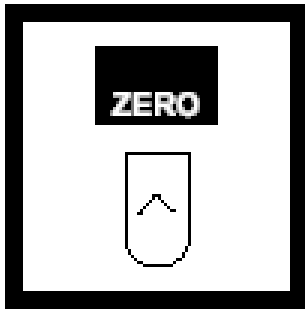
8. 将量筒中剩余的10mL溶液倒入另一个比色瓶中（待测样品）。



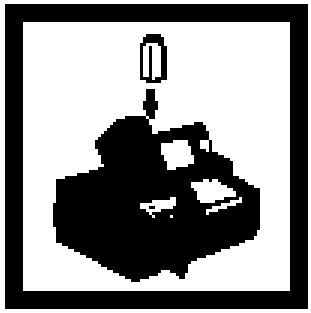

9. 按START TIMER，并开始15分钟计时。



10. 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。




11. 按 ZERO，屏幕显示：0.000 mg/L $Al^{3+}$。



12. 迅速将待测样品放入样品槽，关上遮光盖。屏幕显示铝的含量，单位是mg/L。

注：如存在氟化物，铝的实际浓度值需根据表2进行测定。
注：结果还可用$Al_2O_3$的含量表示。

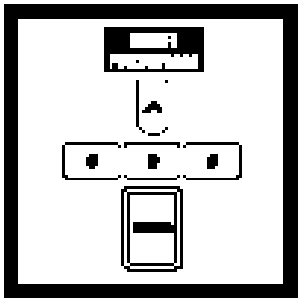
干扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 酸度 | 酸度大于62 mg/L 的 $CaCO_3$。 |
| 碱度 | 碱度大于 750 mg/L 的 $CaCO_3$。 |
| $Ca^{2+}$ $Cl^-$ $SO_4^{2-}$ | 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。 |
| $Zn^{2+}$ | 大于10 mg/L。 |

按如下步骤将多磷酸盐转化为正磷酸盐可减少多磷酸盐的干扰：
a. 用6N的盐酸冲洗一个50mL的混合量筒和一个125mL的带磁搅拌子的锥形瓶。再用去离子水冲洗。这样可除去所有存在的铝。
注：如果使用试剂空白，要冲洗两个锥形瓶，并参看下面的步骤b。
b. 用量筒量取50mL去离子水到125mL的锥形瓶中，此为试剂空白。根据测试的灵敏度，在以下的预处理过程中如果所涉及的试剂被替换，该步骤就是必须的，即使该替换的新试剂与原试剂是同一批号。

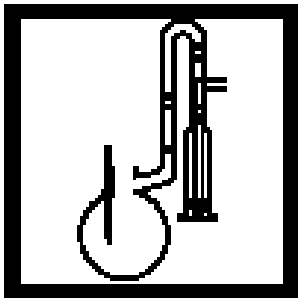
当经过预处理的样品被分析以后，用试剂空白校正铝的浓度，按OPTIONS，然后MORE，接着BLANK：OFF。输入试剂空白值，按ENTER。
c.用量筒量取50 mL样品液到125mL的锥形瓶中。用少量去离子水将量筒中的剩余物冲洗到锥形瓶中。
d.加入4.0mL5.25N的硫酸标准溶液。
e.用带搅拌器的轻便电炉煮沸并搅拌样品液至少30分钟。必要时加入去离子水使样品液体积保持在20-40mL。注意不要煮干。
f.冷却溶液至接近室温。
g.加入2滴溴酚蓝指示剂溶液。
h. 用校准过的塑料点滴器加入1.5 mL12.0 N的氢氧化钾溶液。旋转混合。溶液颜色将呈现黄色或绿色而不是紫色。如果颜色是紫色，重做步骤a，多加1mL步骤d中所述的硫酸标准溶液。
i. 一边旋转锥形瓶，一边加入1.0N的氢氧化钾溶液，一次一滴，直到溶液变成深绿色。
j. 将溶液倒入量筒，用去离子水冲洗锥形瓶中的内容物并将冲洗液倒入量筒，定容50mL。
k. 使用羊毛铬花青R方法中的步骤3的溶液。氟化物干扰可用表2校正。
例子：
如果已知氟化物浓度是1.00 mg/L $F^-$，羊毛铬花青R方法给出铝的DR/400读数是0.060mg/L，铝的实际浓度是多少mg/L？
注：通过添写可以找到中间值，不要使用其他出版物中的校正曲线或图表。
答案： 0.183 mg/L

# 砷 0 ~ 0.200 mg/L 二乙基二硫代氨基甲酸银法

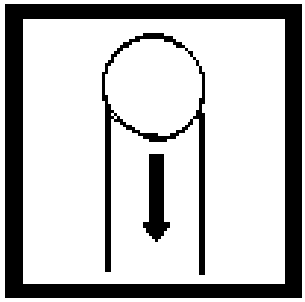


1. 该程序对每批新的砷吸收溶液都需要用户输入校准。按USER PROGRAM，选择二乙基二硫代氨基甲酸银法程序编号，按ENTER。

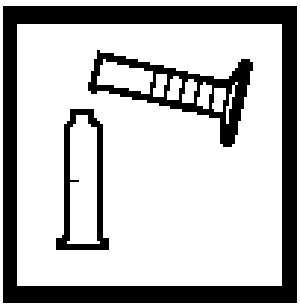
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: ### Arsenic As，波长自动调节为520 nm。
注：###为校准指定的编号。



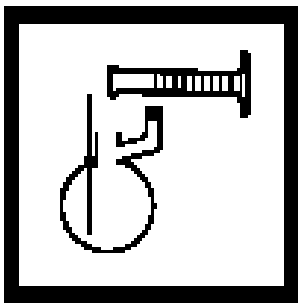
3. 准备Hach的砷回收蒸馏装置，将它放置在通风橱中以抽走有毒气体。



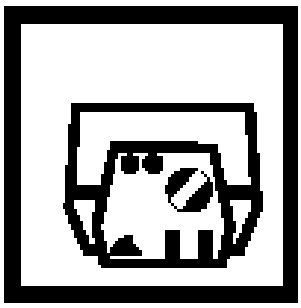
4.用10%醋酸铅溶液湿润棉球，将它放入气体清洗器。确保棉球能密封玻璃容器。



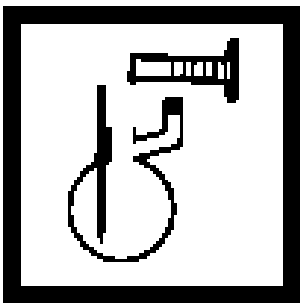
5.量取25mL的待测砷吸收溶液到带量筒的气体bubbler，将它与蒸馏装置相接。
注：按下面的“试剂制备”准备砷吸收溶液。



6. 用量筒量取250mL试样到蒸馏瓶中。



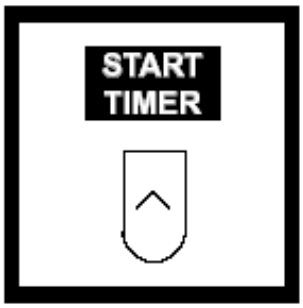
7. 打开开关，将转速调到5，加热调到0。



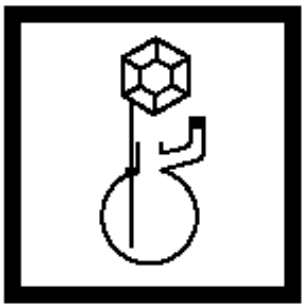
8. 用量筒加入25 mL盐酸ACS到蒸馏瓶中。

9. 加入 1 mL 氯化砷溶液到蒸馏瓶中。注：使用移液管量取溶液。

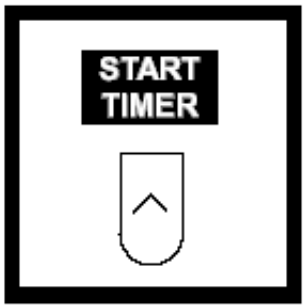
10.加入3 mL碘化钾溶液到蒸馏瓶中，盖上盖子。
注：使用移液管量取溶液。



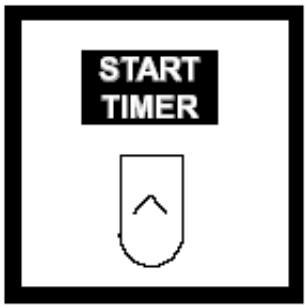

11. 按START TIMER，并开始15分钟计时。



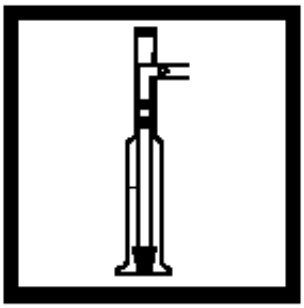
12.当计时器鸣叫时，加入6.0克20目的锌到蒸馏瓶中。立即盖上盖子。



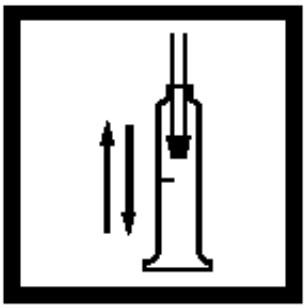

13. 将加热调节到3。按START TIMER，开始第2个15分钟计时。




14. 当计时器鸣叫时，将加热调节为1。按START TIMER，开始第3个15分钟计时。



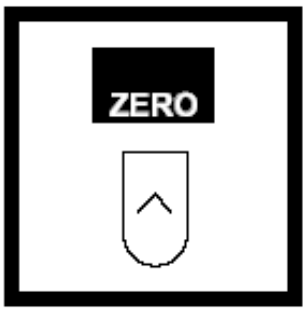
15. 当计时器鸣叫时，关加热器。取走整个带量筒的气体 bubbler 。



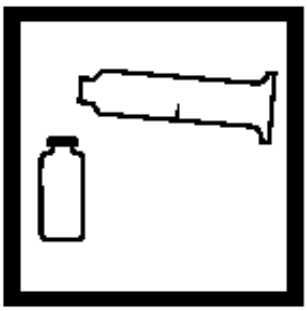
16. 在砷吸收溶液中上下移动气体 bubbler来清洗。

17. 往一个干的比色瓶中装入还没有反应的砷吸收溶液（空白溶液）。盖上盖子。将它放入比色瓶槽。

18. 将空白试样放入比色瓶槽，盖上遮光盖。




19. 按ZERO，屏幕将显示：0.000 mg/L As。



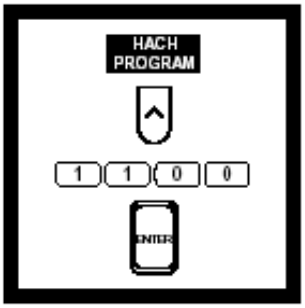
20.将已反应的砷吸收试样倒入比色瓶，盖上盖子。
注：如果溶液少于25mL，加入吡啶定容到刚好25mL，混合。

21.将已反应的试样放入比色瓶槽，盖上遮光盖。屏幕将显示砷的含量，单位是mg/L。
注：关于妥善处理含砷溶液，参阅步骤后之“污染防治与废物管理”。

干扰
锑盐对颜色干扰

## 钡 0~ 100 mg/L 比浊法

## 粉包



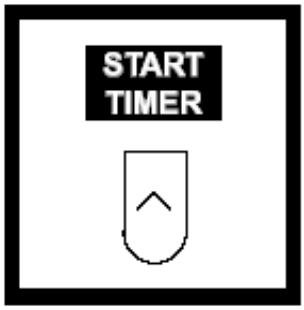

1. 在 HACH PROGRAM下，选择钡比浊法程序编号1100，按ENTER。
注：分析前调节贮存试样的 pH 值。

2.屏幕显示：HACH PROGRAM: 1100 Barium，波长自动调节为450 nm。

3.往样品比色瓶中装入25mL样品。
注：过滤深色或浑浊的样品。深颜色或浑浊会干扰并引起读数偏高。使用步骤3到6中过滤过的样品。

4. 加入一包 BariVer 4 钡试剂粉包到比色瓶（待测试样）中，混合。
注：如存在钡将出现白色浑浊。

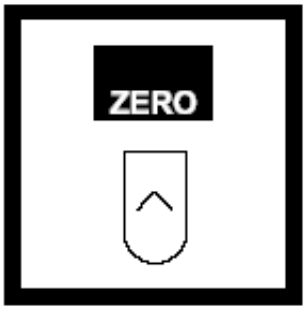
注：须按下方对每批新试剂测量试剂空白：重复步骤 3 到 5，制备试剂空白，以去离子水作为测试样品。以去离子水调零，按 ZERO。放入试剂空白，屏幕将显示空白值。按 OPTIONS(MORE)，校正试剂空白，然后按 BLANK：OFF。输入试剂空白值，按 ENTER。




5.按START TIMER，开始5分钟计时。

6.往另一个比色瓶中加入25mL样品（空白试样）。

7.当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。




8. 按ZERO，屏幕显示：0.0 mg/L Ba。

注：在生成浑浊的5分钟期间，不要搅动样品。如果BariVer 4 钡试剂不易溶于样品，将试剂与样品先在25mL的混合量筒中混合，然后再倒入比色瓶中。

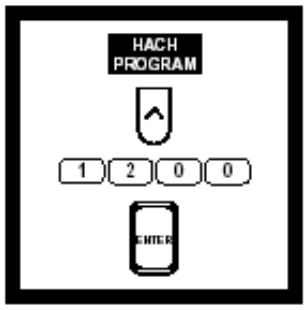
9. 计时器鸣叫后10分钟内，将待测试样放入比色瓶槽，盖上遮光盖。屏幕显示钡的含量，单位是mg/L。
注：每次测试完后立即用肥皂、水和刷子清洗比色瓶，防止管内壁上生成硫酸钡层。

干扰
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 |
| 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）。然而这样并不能区分钡和锶，只是给出两者精确的比例倾向。 |
| 高缓冲样品或pH值极端的样品 | 可能超过试剂的缓冲能力而需要进行样品预处理。 |

## 苯并三唑或甲苯基三唑　0 ~ 16.0 mg/L UV光分解法

## 粉包




1.在HACH PROGRAM下，选择苯并三唑法程序编号1200，甲苯基三唑法程序编号3600，按ENTER。

2.屏幕显示：HACH PROGRAM: 1200 Benzotriazole 或 HACH PROGRAM: 3600 Tolyltriazole，波长自动调节为425 nm。

3. 往比色瓶中装入25 mL样品。
注：为了验证准确度，用5.0 mg/L的苯并三唑标准溶液代替样品。
注：如样品含有亚硝酸盐或硼砂（硼酸钠），先用1N的硫酸将pH值调到4-6。

4.加入一包三唑试剂粉包，混合使粉末完全溶解。
注：如样品的硬度大于500 mg/L的$CaCO_3$，加10滴罗氏盐溶液。

5.往比色瓶中放入紫外灯。
注：紫外灯开时，要戴上紫外防护镜。

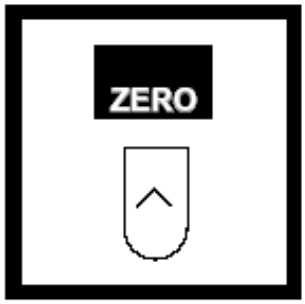
6. 打开紫外灯。按START TIMER，并开始5分钟计时。
注：如有三唑存在，将呈黄色。

7. 当计时器鸣叫时，关紫外灯。从比色瓶中取出紫外灯（待测试样）。旋转比色瓶使内容物充分混合。

8.往另一个比色瓶中装入25mL样品（空白试样）。

注：如果光分解(紫外灯开着)超过或少于5分钟，结果偏低。
注：避免在灯的石英表面上印上指纹。两次不同的测试间冲洗灯并用柔软干净的纸巾拭擦。

9.将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。




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

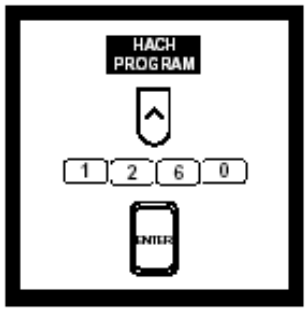
11. 将待测试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕显示苯并三唑或甲苯基三唑的含量，单位是mg/L。

干扰

| 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（$Cl_2$），铁 | 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 $CaCO_3$。 |
| Lignosulfonates | 大于40 mg/L。 |
| 镁 | 大于300 mg/L 的 $CaCO_3$。 |
| 钼（钼酸盐），硫酸盐 | 大于200 mg/L。 |
| 亚硝酸盐 | 大于4000 mg/L。 |
| 膦酸盐（AMP or HEDP） | 大于100 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 0~1.50 mg/L 的硼 甲亚胺-H法

粉包 LR

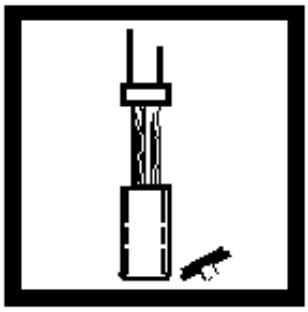



1.在 HACH PROGRAM 下，选择甲亚胺-H 法程序编号 1260，按 ENTER。

2.屏幕显示：HACH PROGRAM： 1260 Boron, LR，波长自动调节为 410nm。

3.往干净的塑料比色瓶中加入25mL高纯水至刻度，贴上“空白”标签。

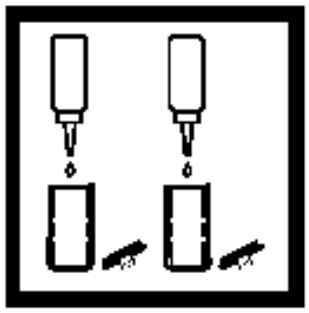
注：为了得到更佳的结果，使用一对匹配的比色瓶。



4.往另一个干净的塑料比色瓶中加入25mL水到刻度，待测。

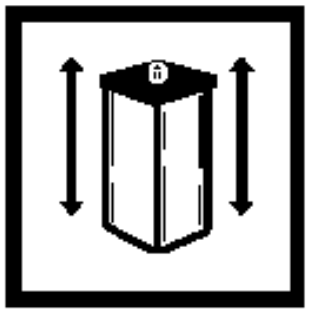
注：如果样品颜色很深，浑浊或者含有干扰物，参阅样品前处理的“干扰部分”。

注：为得到准确结果，样品温度须在 *22~24° C* 之间。超出该温度范围，测量并记录样品的温度。



5.各加入10滴1M的EDTA 溶液到每个比色瓶中，分别盖好盖子并倒转两次使溶液混合。

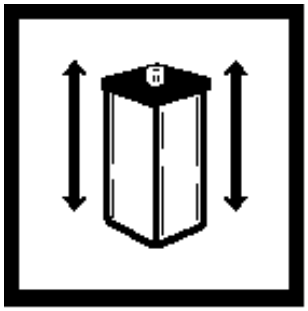
6. 加入一包 BoroTrace #2 试剂粉包到加有样品的比色瓶中。



7. 盖好盖子并开始摇晃直到粉末溶解。

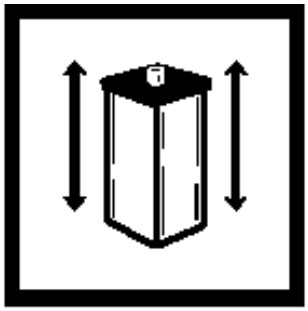
注：立即进行步骤 8 和 9。

8. 按 START TIMER，并开始 10 分钟计时。



9. 继续剧烈摇晃 30 秒，使比色瓶在计时过程中保持密封。

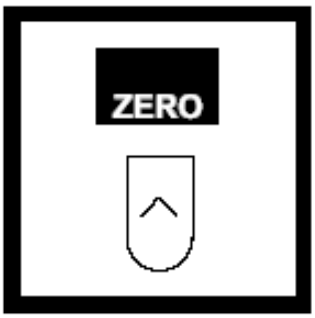
10. 在计时过程中，加入另一包 BoroTrace #2 试剂粉包到“空白”的比色瓶。



11. 盖好“空白”的比色瓶，剧烈摇晃直到粉末溶解。

12. 计时器鸣叫后，各加入一包 BoroTrace #3试剂粉包到每个比色瓶。盖好盖子并摇晃使粉末溶解。
注：加 *BoroTrace #3* 试剂使反应“停止”。

13. 将“空白”比色瓶放入比色瓶槽，盖上遮光盖。
注：在放入比色瓶槽前用一张柔软的纸巾拭擦管壁擦去指纹。




14. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L

15. 将待测样品放入比色瓶槽，盖上遮光盖，屏幕将显示硼的含量，单位是 mg/L。
注：如样品温度超出 *22–24 °C*，对结果进行校正。

干扰

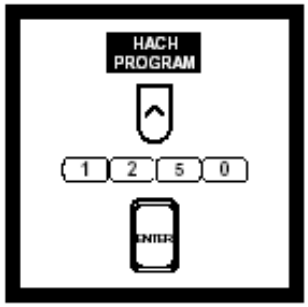
以下物质经过测试，结果表明在低于所示水平时不干扰(mg/L)：

| 干扰物质 | | 干扰水平 |
|---|---|---|
| 铝($^{3+}$)铜（$^{2+}$） | | 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, 膦酸盐, AMP, 膦酸盐, , HEDP, Tolyltriazole | | 2500 |
| 镁 | | 1000 (如 $CaCO_3$) |
| 锰($^{7+}$) | | 5 |
| 钼酸盐($Mo^{6+}$) | | 60 |
| Polyacrylates | | 20 (as Acumer 1000, 1100) |
| Polymaleic Acid | | 40 (as Belcene 200) |
| 硅 | | 120 |
| 硫酸盐 | | 1800 |
| 亚硫酸盐 | | 40 |
| 锌($^{2+}$) | | 10 |

| 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, polyimino-type, 所有水平(+或 -) | 某些含氮的长链聚合物生物灭杀剂化合物会在加入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。 |

| | |
|---|---|
| | 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 $Fe^{2+}$), 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，将加入到每个比色瓶中的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3μm 滤膜过滤样品。不要使用玻璃纤维过滤器。 |

硼　0~ 14.0 mg/L 胭脂红法
粉包



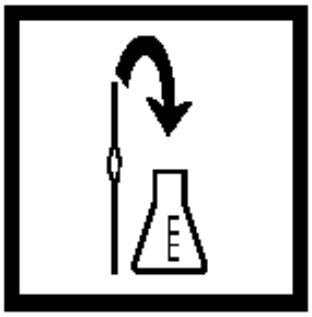

1. 在 HACH PROGRAM下，选择胭脂红法的程序编号1250，按ENTER。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 1250 Boron，波长自动调节为605 nm。

3.用100mL量筒量取75 mL浓硫酸到250 mL的塑料锥形瓶中。

4. 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。

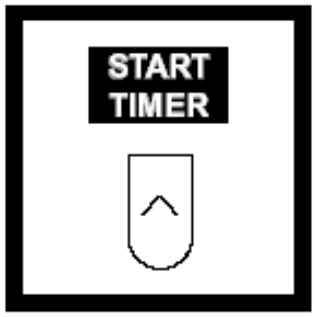
注：所有的器具须完全干燥。多余的水分会引起结果偏低。
注：为了验证准确度，使用 4.0 mg/L 的硼标准溶液代替样品。



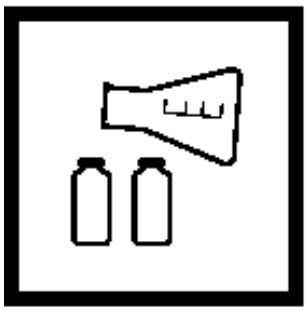
5.准确量取2.0 mL去离子水到125mL的塑料锥形瓶中（空白试样）。

6.准确量取2.0 mL样品到另一个125mL的塑料锥形瓶中（待测样品）。

7. 用50mL量筒分别量取35 mLBoroVer 3/硫酸试剂溶液加入每个锥形瓶中，充分混合。

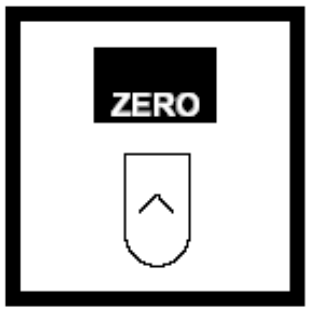



8. 按START TIMER，并开始25分钟计时。



9. 当计时器鸣叫时，分别从锥形瓶中倒出至少10mL溶液到1英寸比色瓶中。

10. 将空白试样放入比色瓶槽。盖上遮光盖。

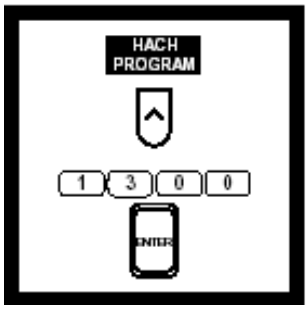



11. 按ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L B。

12. 将待测样品放入比色瓶槽。盖上遮光盖。屏幕将显示硼的含量，单位mg/L 。

## 溴 0 ~ 4.50 mg/L DPD 法

## 粉包和安培瓶



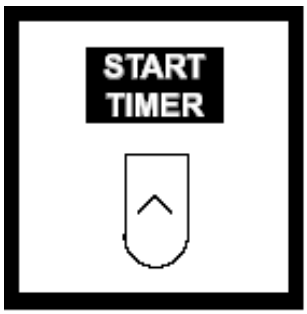

1.在HACH PROGRAM下，选择溴法程序编号1300，按ENTER。
注：样品必须立即进行分析。

2.屏幕显示：HACH PROGRAM: 1300 Bromine，波长自动调节为530 nm。

3.往比色瓶中加入10mL样品。

4.加入一包 DPD 总氯粉包到比色瓶（待测试样），混合。
注：如有溴存在，将呈粉红色。

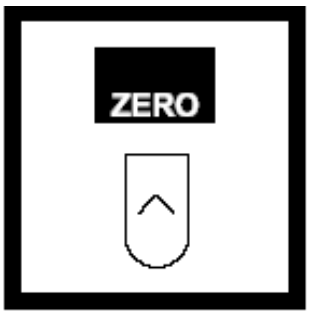
注：为了得到最佳结果，按如下方法对每批新试剂测量试剂空白：重复步骤3到9，制备试剂空白，以去离子水作为测试样品。以去离子水调零，按ZERO。放入试剂空白，屏幕将显示空白值。按OPTIONS（MORE），校正试剂空白，然后按BLANK：OFF。输入试剂空白值，按ENTER。




5.按START TIMER，并开始3分钟计时。
注：在3分钟期间内完成步骤6-8。

6.往另一个比色瓶中加入10mL样品（空白试样）。

7.将空白试样放入比色瓶槽。盖上遮光盖。




8. 按ZERO，屏幕显示：0.000 mg/L $Br_2$。

9.计时器鸣叫后3分钟内，将待测试样放入比色瓶槽。关上遮光盖。屏幕将显示溴的含量，单位是mg/L。

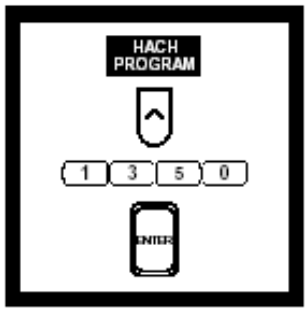
注：如果加入试剂后，样品瞬间变成黄色或者屏幕显示：OVER！，将新制样品稀释并重复测试。由于稀释会引起溴的少量损失。用适当的稀释因子修正结果。

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，二氧化氯，碘，一氯胺，臭氧 | 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。 |
| 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。 |
| 过氧化物 | 可能干扰。 |
| 极端样品pH，高缓冲样品 | 调节pH6－7。 |

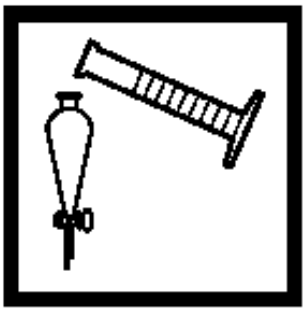
## 镉　0 ～ 80.0 µg/L 双硫腙法

## 粉包

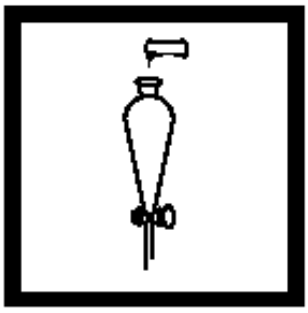



1.在HACH PROGRAM下，选择双硫腙法程序编号1350，按ENTER。
注：分析前调节贮存试样的 pH 值。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM：1350 Cadmium，波长自动调节为515 nm。
注：为了验证精确性，用40 µg/L的镉标准溶液代替样品。
注：为了得到最佳结果，按如下方法对每批新试剂测量试剂空白：重复步骤3到14，制备试剂空白，以去离子水作为测试样品。以氯仿调零，按ZERO。放入试剂空白，屏幕将显示空白值。按OPTIONS（MORE），校正试剂空白，然后按BLANK：OFF。输入试剂空白值，按ENTER。



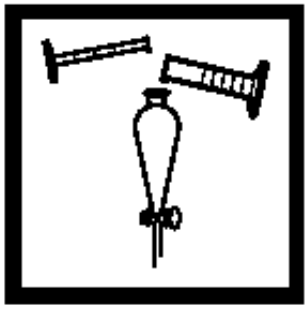
3. 用250mL量筒量取250mL样品，将样品倒入500mL的分液漏斗中。
注：用6N的盐酸清洗所有玻璃仪器，并用去离子水冲洗。
注：浑浊的样品在测试前要过滤，结果显示为可溶的镉（µg/L）。过滤用玻璃膜滤纸以防止滤纸吸收而损失镉。



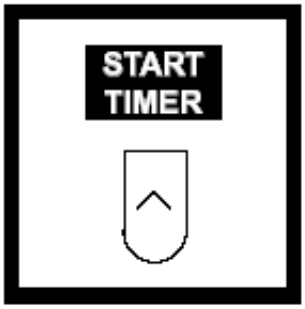
4. 加入一包柠檬酸盐重金属缓冲粉包，盖好漏斗盖并摇晃使溶解。

5. 加入30 mL 氯仿到50mL混合量筒中，加入一包DithiVer Metals试剂粉包。盖好量筒，倒转多次混合（此为DithiVer溶液）。

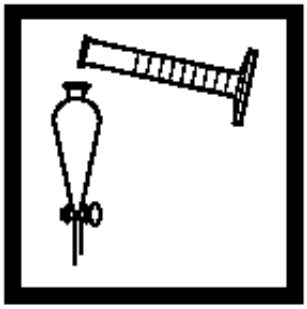
注：DithiVer 粉末不完全溶于氯仿。



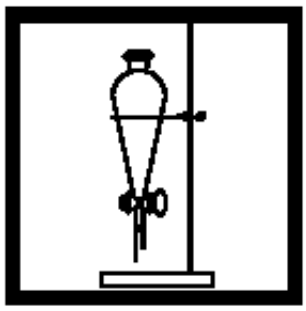
6. 加入 20 mL 50%的氢氧化钠溶液和0.1g氰化钾到漏斗。盖好盖子，强烈振荡15秒。
注：溢出的试剂会影响测试准确性并对皮肤等有害。



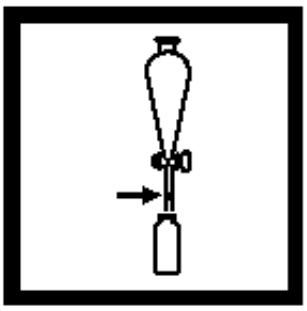

7. 取走盖子，按START TIMER，并开始1分钟计时。



8. 加入 30 mL 的DithiVer 溶液到500mL分液漏斗。盖好盖子，倒转，打开活塞通气，关上活塞，摇晃漏斗一到两次，再通气。按START TIMER。关上活塞，并在 1 分钟的反应计时期间中强烈摇晃漏斗。



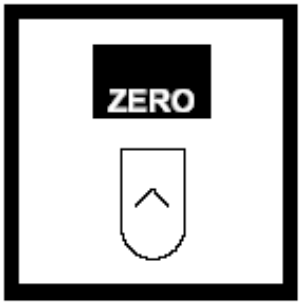
9. 按START TIMER，让漏斗静置直到计时器鸣叫。
注：如有镉存在，下层（氯仿）呈橙色到粉红色。



10. 往漏斗的出液管中塞入黄豆大小的棉花，慢慢让下层（氯仿）溶液流出到一个干的25mL的比色瓶中（待测试样）。盖好盖子。
注：如比色瓶保持密封并避免光照，镉的双硫腙络合物可保持稳定1小时以上。

11. 往一个干的25mL比色瓶装入氯仿（空白试样），盖好盖子。

12. 将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。




13.按ZERO，屏幕显示：0.0 µg/L Cd。

14. 将待测试样放入比色瓶槽，盖上遮光盖。屏幕将显示镉的含量，单位是µg/L。

干扰

以下物质不干扰：

铝、钴、锰、锑、铁、镍、砷、铅、 锡、钙、镁、锌、铬

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 高缓冲样品或pH值极端的样品 | 可能超过试剂的缓冲能力而需要进行样品预处理。 |
| 铋 | 大于80 mg/L。参阅如下处理。 |
| 铜 | 大于2 mg/L。参阅如下处理。 |
| 汞 | 所有水平。参阅如下处理。 |
| 银 | 大于2 mg/L。 参阅如下处理。 |

按如下处理方法去除表中的金属干扰，从步骤5开始。

a. 量取约 5mL DithiVer 溶液到分液漏斗。盖好漏斗的盖子，倒转，打开活塞通气。关上活塞，剧烈摇晃溶液15秒。让漏斗静置直到溶液分层（约30秒）。下层（氯仿）溶液呈黄色、红色或棕色证明有干扰金属存在。分出上层溶液并收集下层（氯仿）溶液作妥善处理。

b.再用总量5mL新的DithiVer 溶液连续萃取三次（每次弃去下层溶液），直到下层溶液呈暗绿色。萃取可重复多次而不会很大程度影响样品中镉的总量。

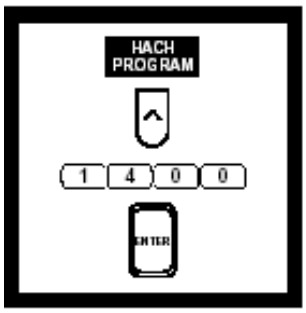
c.用2到3mL氯仿萃取溶液几次以除去残留的DithiVer，每次都收集下层溶液作妥善处理。

d. 继续该程序的步骤6。

e. 在步骤8，将28.5 mL的 DithiVer 溶液换成 30 mL。

f. 继续该程序的步骤9。

# 氯化物 0 ~25.00 mg/L Cl－　硫氰酸汞法




1.在HACH PROGRAM下，选择硫氰酸汞法程序编号1400，按ENTER。

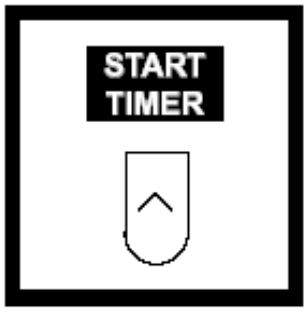
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 1400 Chloride，波长自动调节为455 nm。

3. 往比色瓶中装入25 mL样品（待测样品）。
注：分析前用中速滤纸过滤浑浊的样品。
注：为了验证精确性，用10.0 mg/L的氯化物标准溶液代替样品。

4. 往另一个25 mL的比色瓶中装入去离子水（空白试样）。

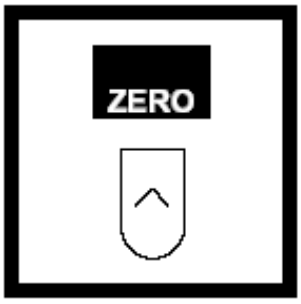
5. 分别量取 2.0 mL 硫氰酸汞溶液到每个比色瓶中，混合。

6. 分别量取1.0 mL铁离子溶液到每个比色瓶中，混合。
注：如有氯化物存在将出现橙色。




7. 按START TIMER，并开始2分钟计时。
注：计时器鸣叫后 5 分钟内对样品读数。

8. 将空白试样放入比色瓶槽。盖上遮光盖。




9. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L Cl－。

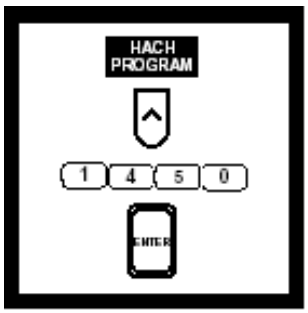
10. 将待测样品放入比色瓶槽。盖上遮光盖。屏幕将显示氯化物的含量，单位是mg/L。

干扰

极端的pH，约2。

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。

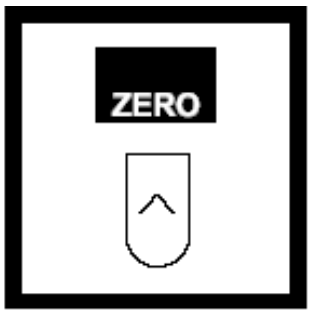
## 余氯 0~2.00mg/L DPD法




1.在HACH PROGRAM下，输入自由余氯法程序编号1450，按ENTER。

2.屏幕显示 HACH PROGRAM：1450 Chlorine, F&T，波长自动调节为530nm。

3.往一个比色瓶中装入10ml样品（空白试样），将它放入比色瓶槽，关上遮光盖。



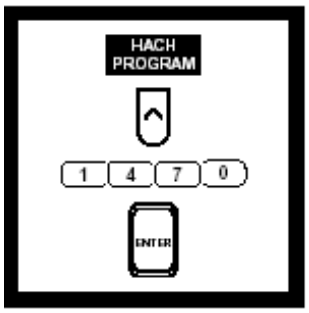

4.按ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L $Cl_2$

5.往另一个比色瓶中装入10mL样品。

6. 加入一包DPD余氯粉包到比色瓶中（待测试样），旋转混合20秒，立即进行步骤7。
注：如果存在余氯，将呈现粉红色。

7.将待测试样放入比色瓶槽，关上遮光盖，试剂加入后1分钟内读数，得到氯的含量，单位为mg/L。
注：如样品中氯的浓度超过测试的最大限度，颜色会褪去或屏幕显示 OVER！用不含氯的高纯水稀释样品，重复测试。稀释会使氯损失，用适当的稀释因子修正结果。

# 余氯 0~5.00mg/L DPD 法

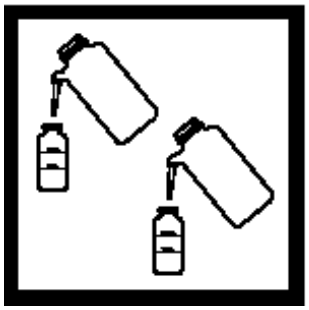



1.HACH PROGRAM 下，输入程序编号 1470 自由余氯法，按 ENTER。

2.屏幕将出现 HACH PROGRAM：1470 Chlorine, DPD-HR. 且自动调整波长至 530nm。

3.将 10ml 试样装入两个 Dual-graduate Cell。
注：试样需立即测试。

4.将 DPD 自由余氯试剂药包加入一个试样，盖上瓶口摇晃均匀。注：使用 25ml 试剂药包，Cat. No.14070。注：若有氯存在，会呈红紫色。



5.加入试剂后 1min 之内，将两个试样槽以去离子水加至 25ml。盖上盖子翻转两次。

6.将空白试样置入 DR/4000，盖上遮光盖。
注：置入时刻度朝前。

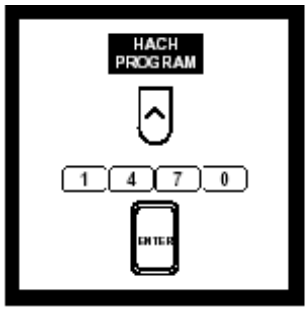
7.按 ZERO 归零，屏幕将出现“0.0mg/L $Cl_2$”。

8. 将试样置入 DR/4000，盖上遮光盖，即可测得 mg/L 余氯。

干扰

<table>
<tr><td>干扰物质</td><td colspan="5">干扰水平和处理</td></tr>
<tr><td>溴，二氧化氯，碘，臭氧</td><td colspan="5">所有水平上均干扰</td></tr>
<tr><td>氯胺，有机氯胺，过氧化物</td><td colspan="5">可能干扰</td></tr>
<tr><td>锰，氧化锰($Mn^{4+}$, $Mn^{7+}$)或铬，氧化铬($Cr^{6+}$)</td><td colspan="5">1. 调节 pH 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 ($NH_2Cl$)</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。<br>典型的$NH_2Cl$对HR 余氯测试的干扰水平(1分钟测试时间，干扰的 mg/L $Cl_2$):</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>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>

# 总氯 0~5.00mg/L DPD 法

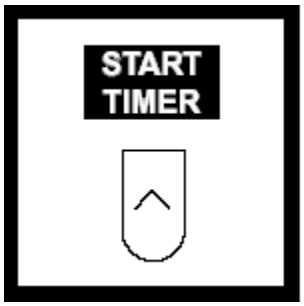



1、在 HACH PROGRAM 下输入程序编 1470 按 ENTER。

2、屏幕将出现 HACHPROGRAM：1470 Chlorine,DPD-HR 且自动调整波长至 530nm。

3、注两个比色瓶注入样品至10ml刻度。

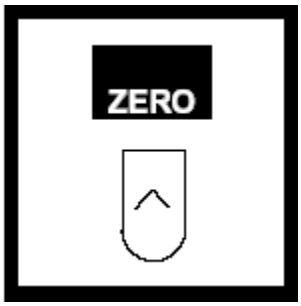
4、加入DPD总氯预制试剂到一个比色瓶中，摇均匀。
注：如果样品中有氯，有紫红色产生。




5、按 START TIMER 开始计时 2 分钟，让试剂反应。

6、反应完三分钟内，向两比色瓶加入去离子水到 25ml 刻度，加盖倒置两次。

7、将没加预制试剂的瓶放入 DR/4000，盖上遮光盖。

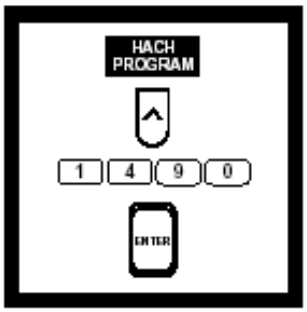



8、按 ZERO 归零，屏幕会出现 0.00 mg/L Cl2。

9、将试样置入 DR/4000，盖上遮光盖，
即可测得 mg/L 总氯。
注：测总氯药剂 TNT 法 0-5.00mg/L,使用哈希程序 1480.

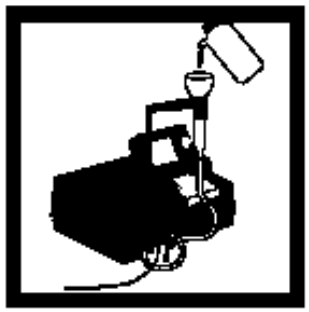
干扰参照余氯 DPD 法。

## 总氯 0 ～ 500 µg/L 的 $Cl_2$ ULR



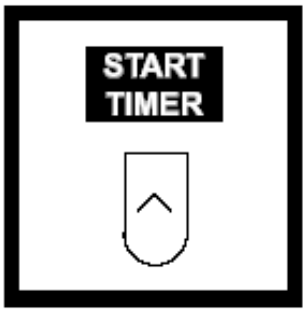

1. 在HACH PROGRAM下，选择低含量氯的程序编号1490，按ENTER。
注：收集后马上分析样品，因为氯在溶液中不稳定。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 1490 Chlorine, Tot. ULR，波长自动调节为515nm。注：至少每天测定一次指示剂/缓冲试剂溶液的试剂空白。如果样品颜色或浊度波动，对每种样品测定试剂空白。

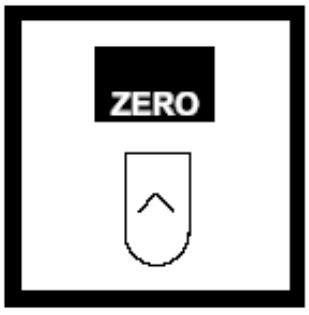


3. 在仪器中放入1英寸Flow-Thru或Sipper Cell Module，用至少50mL去离子水冲洗。

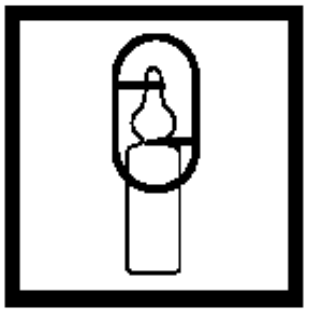
4. 倒出至少50 mL样品到Flow-Thru或Sipper Cell中。



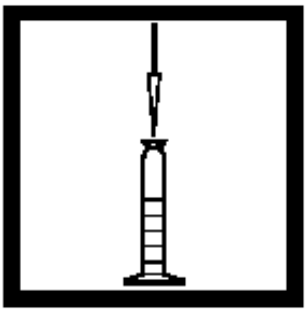

5. 去离子水冲洗完后，按START TIMER，开始3分钟计时。
注：调零前等3分钟让样品液中的固体沉淀，可得到稳定的结果。



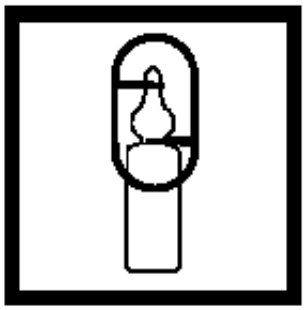

6. 计时器鸣叫时，按ZERO。屏幕显示：0 µg/L $Cl_2$



7. 打开一安培瓶的ULR 氯缓冲溶液。



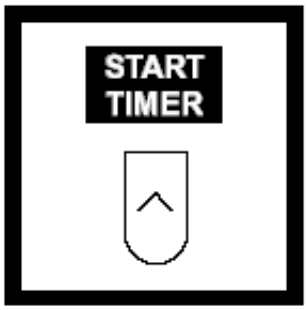
8.用TenSette移液管从安培瓶中移取1.0 mL缓冲溶液到一个干净的50mL的混合量筒中。
注：安培瓶中的溶液应不少于1.0mL，可方便移取，弃去安培瓶中多余的试剂。



9. 打开一安培瓶用于极低含量氯的DPD 指示剂溶液。

10. 用TenSette移液管从安培瓶中移取1.0 mL指示剂溶液到量筒中。混合试剂，1分钟内进行步骤11。

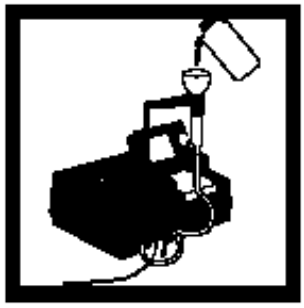
11. 不要过分搅动，小心往量筒中装入样品至50mL刻度线，盖上盖子。轻轻反转两次混合（待测试样）。




12. 按START TIMER，开始3分钟计时。
注：样品和试剂混合后3—4分钟测量样品。如果少于3分钟，氯的反应不完全，超过4分钟，产生高的试剂空白值。

13. 将量筒的内容物倒入Flow-Thru或 Sipper Cell。

14. 计时器鸣叫时，屏幕显示氯的含量，单位为μg/L。



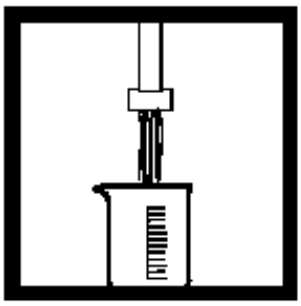
15. 使用后立即用至少50mL去离子水冲洗Flow-Thru或Sipper Cell。

注：如果存在脱氯试剂（如亚硫酸盐或二氧化硫），用试剂空白校正过的测试结果将显示为“0”或负值。

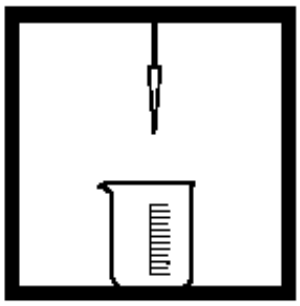
注：如输入试剂空白值，不需要校正；如没有输入，用试剂空白校正结果。

测定试剂空白

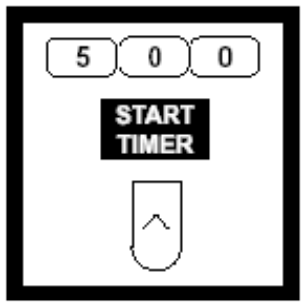
1. 按步骤1-3处理DR/4000分光光度计。



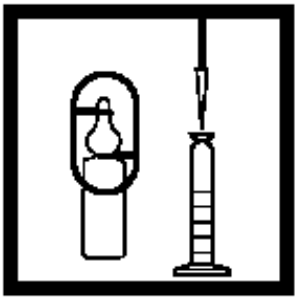
2. 用250mL大口杯收集约100 mL去离子水或自来水。



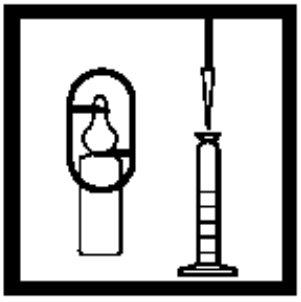
3. 用TenSette移液管，加入1.0 mL Blanking试剂到大口杯中，混合。
注：Blanking试剂除去水中的氯和氯胺。




4.按START TIMER后，按500，开始5分钟脱氯反应计时。

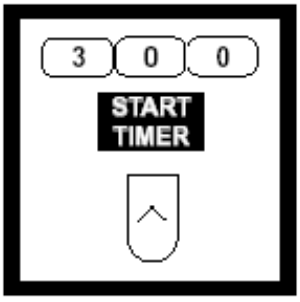


5. 计时器鸣叫后，打开一安培瓶的ULR 氯缓冲溶液，用TenSette移液管从安培瓶中移取1.0 mL缓冲溶液到一个干净的混合量筒中。



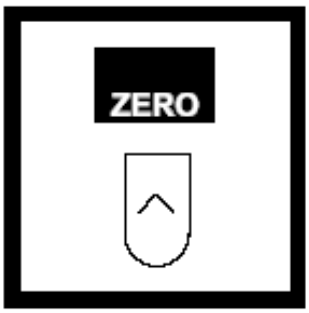
6. 打开一安培瓶用于极低含量氯的DPD 指示剂溶液。用TenSette移液管从安培瓶中移取1.0 mL指示剂溶液到量筒中。混合试剂，1分钟内进行步骤7。

7. 往量筒中装入步骤3的脱氯的水至50mL刻度线，盖好盖子，混合。余下的水留到步骤9。



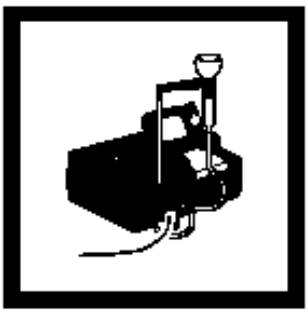

8. 按START TIMER后，按300，开始3分钟计时。

9. 反应期间，用步骤7剩下的脱氯水冲洗Flow-Thru或Sipper Cell。




10. 冲洗后，按ZERO，屏幕显示：0 μg/L $Cl_2$。
注：确保OPTIONS, (MORE)下的 Blank 处于OFF状态。

11. 计时器鸣叫后，将量筒的内容物倒入Flow-Thru Cell或Sipper Cell。



12. 冲洗后，屏幕显示试剂空白值，以μg/L氯表示。

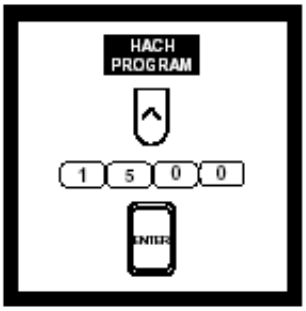
注：按OPTIONS,(MORE),然后BLANK：（OFF），输入试剂空白值，按ENTER，保存试剂空白值。每天重复一次，或对不同的试剂组合进行测定。
注：试剂空白值通常低于5μg/L。如果大于5μg/L, 可能是blanking 水中存在干扰物质或DPD指示剂失效。如果对试剂有怀疑，用不含氯的水重复试剂空白测试。可输入10 μg/L以内的空白。

13. 使用后立即用至少50mL去离子水冲洗Flow-Thru或Sipper Cell。

干扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 溴，二氧化氯，碘，臭氧 | 所有水平上均干扰 |
| 氯胺，有机氯胺，过氧化物 | 可能干扰 |
| 铜，二价 | 大于1000μg/L |
| 铁，三价 | 大于1000μg/L |
| 锰，氧化锰(Mn4+, Mn7+)或铬，氧化铬(Cr6+) | 1. 调节 pH to 6－7.<br>2. 加入6滴碘化钾(30 g/L)到50-mL 样品中.<br>3. 混合并等待3分钟。<br>4. 加入6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。 |
| 亚硝酸盐 | （干净水中不应有） |
| 极端样品pH值或高缓冲样品 | 用酸或碱调节pH6-7 |

## 二氧化氯 0 ~ 1.00 mg/L氯酚红法LR



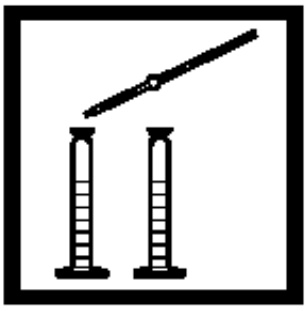

1.在 HACH PROGRAM 下，选择低含量二氧化氯程序编号1500，按ENTER。
注：立即分析样品，因为二氧化氯不稳定和易挥发。
注：为得到更准确的结果，在相同温度下分析样品。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM ： 1500 Chlor: Dioxide, LR，波长自动调节为575nm。

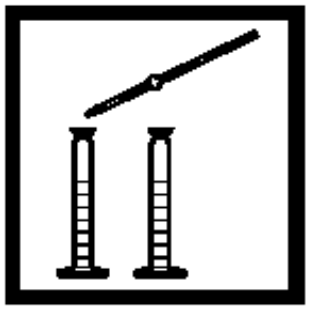
3.分别往两个50mL混合量筒中装入样品至刻度。
注：对于极端pH的样品，参阅“干扰”部分。

4.各加入 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。
注：加入该试剂时使用 体积移液管和精确移液管。

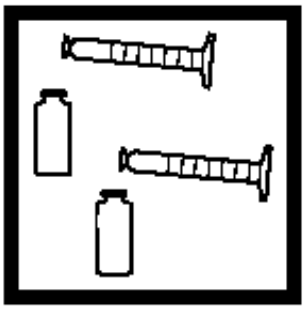
5. 加入一包脱氯试剂粉包到其中一个量筒中，盖上盖子，倒转多次直到粉末溶解。此为空白试样，另一量筒中的溶液为待测样品。



6. 精确加入 1.00 mL 二氧化氯试剂 2 到每个量筒中，盖上盖子，反转多次混合。
注：使用移液管精确量取该试剂。

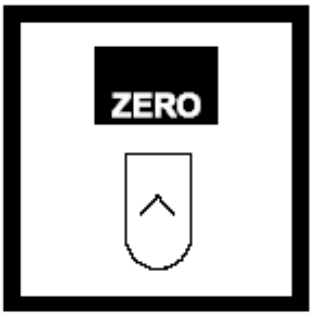


7. 加入 1.0 mL二氧化氯试剂3到每个量筒。盖上盖子，反转多次混合。
注：加入该试剂时使用体积移液管或精确移液管。



8. 从每个量筒中各倒出 25 mL 溶液到相应的比色瓶中。

9. 将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。



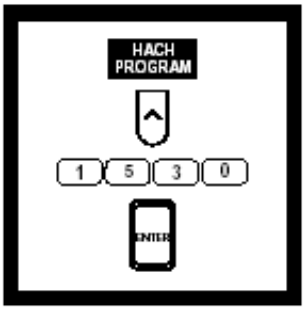

10. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L $ClO_2$。

11. 将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示 $ClO_2$ 的含量，单位 mg/L 。

干扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 高酸性或碱性溶液 | 将需要二氧化氯试剂1和试剂2各2.0ml而不是1.0ml。 |
| $ClO^-$ | 大于5.5mg/L。 |
| $ClO_2^-$ $ClO_3^-$ | 大于6mg/L。 |
| $CrO_4^{2-}$ | 大于3.6mg/L。 |
| $Fe^{3+}$ | 大于5mg/L。 |
| 硬度 | 大于1000mg/L。 |
| 臭氧 | 大于0.5mg/L。 |
| 浑浊度 | 大于1000NTU。 |

## 二氧化氯 0 ～5.00 mg/L DPD 法

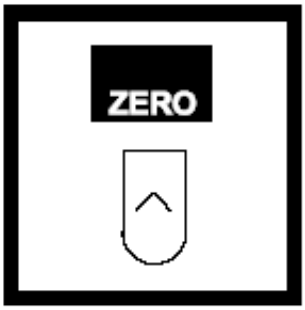



1. 在HACH PROGRAM下，选择二氧化氯的程序编号1530，按ENTER。
注：样品必须立即分析。

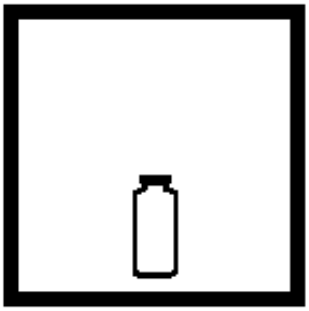
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 1530 $ClO_2$ DPD，波长自动调节为530 nm。

3. 往比色瓶中装入10 mL样品（空白试样）。将它放入比色瓶槽，盖上遮光盖。

注：将比色瓶放入仪器前擦掉管外的液体或指纹。




4. 按ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L $ClO_2$。



5. 加入4滴氨基乙酸试剂到样品中。混合。此为待测样品。

6. 加入一包 DPD自由氯试剂粉包到待测样品的比色瓶中。旋转比色瓶20秒混合。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。
注：将比色瓶放入仪器前擦掉管外的液体或指纹。

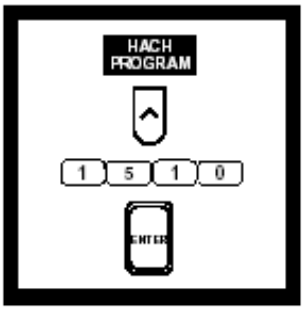
7. 将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。加入试剂1分钟内读数，屏幕将显示二氧化氯的含量，单位为mg/L。
注：如样品中二氧化氯的含量超过测试的最大限度，颜色将褪去或屏幕显示OVER!。用不含氯的高纯水稀释样品，重复测试。由于稀释可引起氯的损失。用适当的稀释因子修正结果。

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。 |
| 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。 |
| 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。 |

## 二氧化氯 0 ~ 50 mg/L 直读法 MR

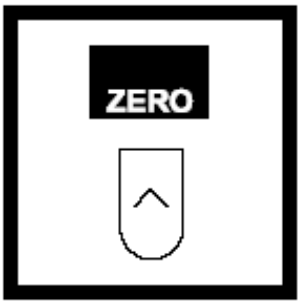



1.在HACH PROGRAM.下，选择中浓度二氧化氯程序编号1510，按ENTER。

2. 屏幕将显示：HACH PROGRAM: 1510 Chlor: Dioxide, MR，波长自动调节为360 nm。

3. 往比色瓶中装入去离子水至10ml刻度线（空白试样）。

4. 将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。




5. 按 ZERO，屏幕显示：0.0 mg/L $ClO_2$。

6.往另一个比色瓶中装入样品至10mL刻度线（待测样品）。

7. 将待测样品放入比色瓶槽。关上遮光盖。屏幕将显示$ClO_2$的含量，单位是mg/L。

注：直读法 HR 使用程序 1520。

## 叶绿素-A 丙酮提取法

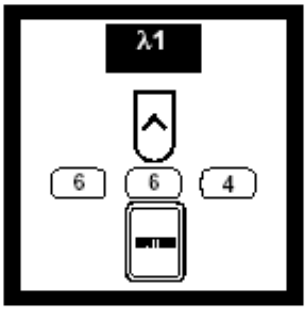
1.将 1cm 比色瓶适配器放入到 single cell module中。
注：该程序在用DR/4000分析前需要专用的设备和样品预处理。

2. 按主程序下的MORE。

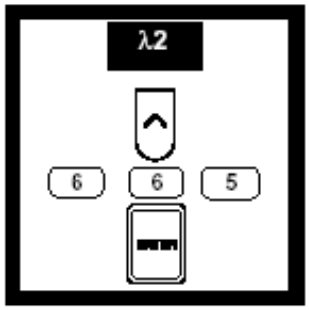
3. 按MULTI-λ。

4. 按GOTO-λ。

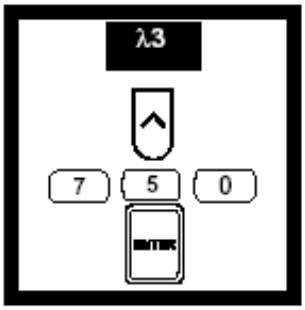
5.按NEXT FORMULA直到屏幕出现方程式：$A = K_1A_1 + K_2A_2 + K_3A_3$。



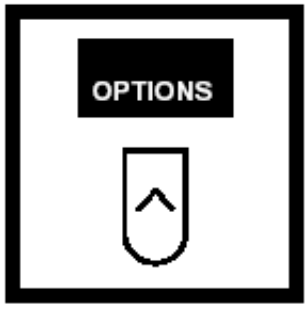

6. 按λ1下的键，用键盘输入664并按ENTER。



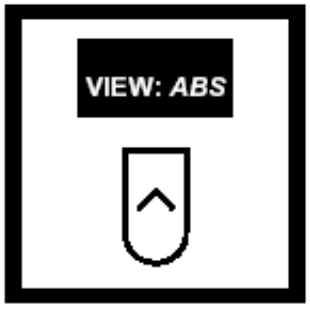

7. 按λ2下的键，用键盘输入665并按ENTER。



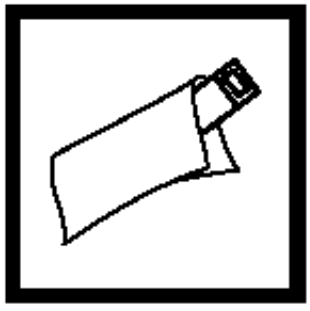

8. 按λ3下的键，用键盘输入750并按ENTER。再按ENTER。



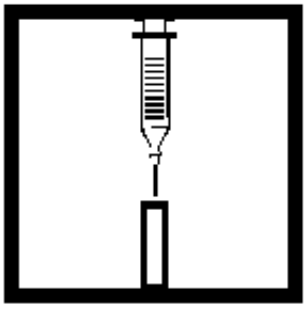

9. 按OPTIONS。
注：如软件版本低于2.01，按 VIEW: CONC，直到屏幕显示 VIEW:ABS。跳过步骤 10。




10. 按 VIEW: ABS，屏幕显示 ABS。按 EXIT。



11. 用一块不含麻柔软的毛巾拭擦一个1x1cm 的玻璃管外壁。
注：不要使用塑料玻璃管，因为丙酮会溶解塑料玻璃管。

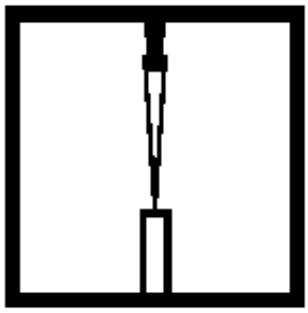


12. 用装有提取溶液的注射器加入3 mL溶液到玻璃管中。此为空白试样。
注：用一块柔软的湿毛巾拭擦玻璃管，接着用一块干毛巾擦去指纹或其他痕迹。

13. 将空白试样放入比色瓶槽，使玻璃管刻有字的部分朝右。盖上遮光盖。
注：不要溅出丙酮到DR/4000分光光度计。
注：在所有的测量中使玻璃管的朝向一致。

14. 按ZERO。A1, A2, 和A3的读数均为0.00。忽略大的ABS读数。
注：如软件版本低于2.01，忽略0.00 mg/L值。

15. 从比色瓶槽中取出空白试样。

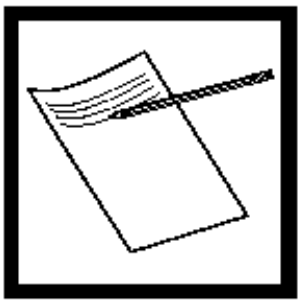


16.用100到2000µL的正取移液管精确量取3 mL样品提取物到干净的1x1cm玻璃管中。盖好玻璃管。
注：该1x1cm的玻璃管应与空白试样所使用的玻璃管匹配。
注：重新再盖上样品提取物管。

注：以丙酮作溶剂很容易挥发，该步骤将引入吸量误差。按以下优先顺序选择吸量管。
1. 正取移液管， 100 到 2000µL, 对丙酮溶剂最精确。
2.注射器, 3 to 10 mL。
3.空气移液管，如 TenSette 移液管,1.0 到 10.0 mL。

17. 将装有样品提取物的玻璃管放入比色瓶槽。盖上遮光盖。

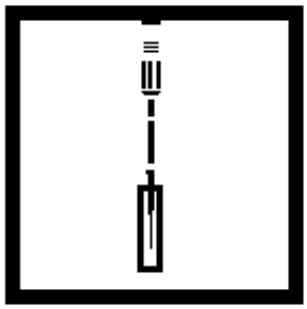
18. 按READ。屏幕显示A1, A2, 和A3的吸收值。忽略大的ABS 值。
注：如软件版本低于2.01，按START。
注：屏幕将显示A1, A2, 和A3的ABS值。忽略大的mg/L 值。



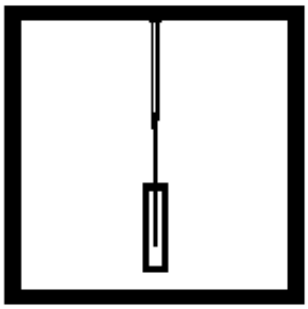
19. 记录A1、A3的值。
注：665nm（A2）的吸收值显示在仪器上，但是该读数在此时不被记录。
注：664（A1）的吸收值应在0.1到1.0之间。

20.调计时器计时1分30秒。
注：调计时器时，在键盘上输入130。

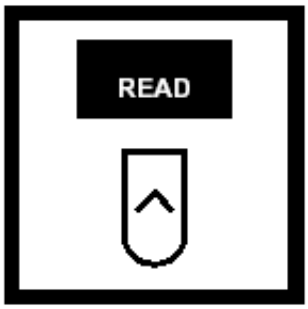
注：如果吸收值太低，重复整个程序并过滤大量的水或在制备提取物时使用少量的提取溶液。
如果吸收值太高，将剩余的样品提取物稀释并用稀释因子计算浓度。



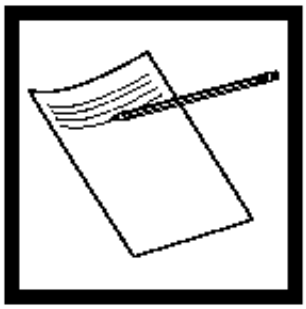
21. 用换上干净吸头的TenSette 移液管量取0.1 mL的0.1 N的盐酸到装样品提取物的玻璃管中。立即按START TIMER启动计时器。
注：当玻璃管置于DR/4000时，小心量取盐酸溶液。
注：每次用后，盖紧盐酸溶液。长时间暴露在空气中会引起溶液强度变化。



22.混合样品提取物和盐酸，重复两次以上。不要溅出溶液。重新盖上玻璃管。马上用吸头混合样品提取物和酸。
注：混合时让吸头浸入溶液中。




23. 1分30秒后，按READ，屏幕将显示A1, A2, 和 A3的吸收值，去掉大的ABS读数。
注：如软件版本低于2.01，按 START。

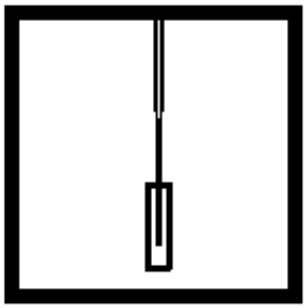


24.记录A2和A3的结果。
注：仪器显示 664 nm (A1) 的吸收值，但不同时记录。

25. 从664 nm （A1）的吸收值中减去750 nm (A3)的吸收值，参阅步骤19。将此结果记录为A664c 。
注：该值(A664c)是664 nm下的校正吸收值。

26. 从665 nm(A2)的吸收值中减去750 nm (A3)的吸收值，参阅步骤24。将此结果记录为A665c。
注：该值(A665c)是665 nm下的校正吸收值。

27. 将空白试样和样品提取物的管中内容物倒入丙酮废液缸。



28. 用丙酮多次洗刷样品提取物管直到完全干净。将丙酮洗刷液倒入丙酮废液缸。清洗所有仪器。
注：不要使用提取溶液来冲洗。

计算结果

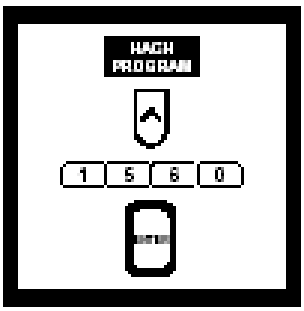
1. 测量样品提取物中叶绿素A含量（mg/L）：
2. 测量样品提取物中脱镁叶绿素A含量（mg/L）：
3. 测量脱镁率：
4. 测量水样中叶绿素A含量（mg/L）：

VEX = 样品提取物的体积
VW = 过滤水的体积，通常为1升。

5. 测量水样中的海藻生物数（mg/L）。

例如：
当：
A664 = 0.421 酸化前读数
A750 = 0.012
A665 = 0.312 酸化后读数
A750 = 0.010
A664c = 0.409
A665c = 0.302
VW = 0.85 L
VEX = 0.0063 L = 6.3 mL

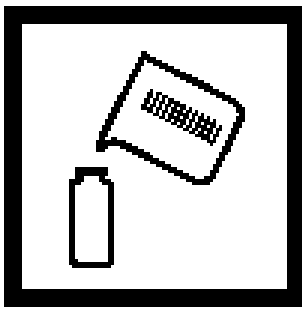
# 六价铬离子 0~0.700mg/L $Cr^{6+}$ 1，5-Diphentlcarbohydrazide 药包



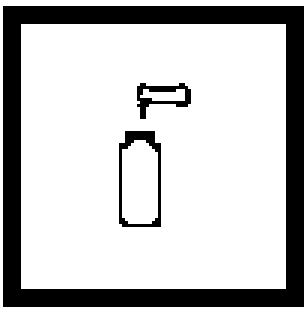

1、在 HACH PROGRAM 下，输入程序编号 1560 六价铬法，按 ENTER。

注：本方法可使用 Flow Cell and Sipper Modules。使用时将试样及度剂体积改为 25ml。

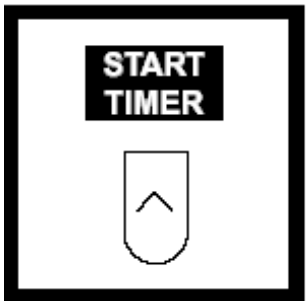
2、屏幕将出现 HACH PROGRAM ： 1560 Chromium，Hex 且自动调整波长至 540nm。注：每一批试剂使用前，先以去离子水由步骤 3 至 9 作测试。按 ZERO 将去离子水归零，再放入添加试剂的去离子水，屏幕会显出读值，由 OPTIONS 下的 BLANK：OFF 按 ENTER 修正。



3、将 10ml 试样装入 Cell 。注：可以 0.25mg/L 标准试样确认测试结果的精确度。



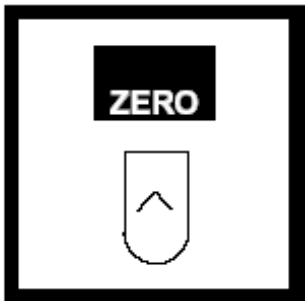
4、将 ChromaVer3 试剂药包（Cat. no.25050-25）加入试样，摇晃均匀。
注：若有六价铬存在，溶液将呈现紫色。



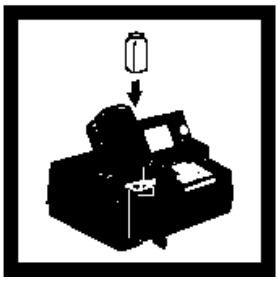

5、按 START TIMER。开始计时八分钟。

6、另倒 10ml 试样（空白试样）至另一个 Cell。
注：若试样浊度高，加一颗 Acid Reagent 粉末药包到空白试样，以确保溶入 ChromaVer3 酸性溶入空白试样中。

7、计时终了，将空白试样置入 DR/4000，盖上遮光盖。




8、按 ZERO 归零，屏幕将出现“0.000 mg/L $Cr^{6+}$”。
注：若作试剂空白修正，屏幕显示修正值。

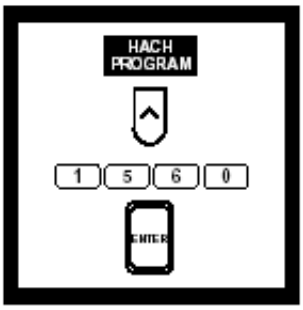


9、将试样置入 DR/4000，盖上遮光盖，即可测得 mg/L 六价铬浓度。

干扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
| --- | --- |
| 铁 | 超过1 mg/L可能干扰 |
| 汞和汞离子 | 轻微干扰 |
| pH | 超过试剂的缓冲能力并需要样品预处理。 |
| 钒 | 超过1 mg/L可能干扰，读数前等待10分钟。 |

# 六价铬，土中 0 ～ 0.700 mg/L $Cr^{6+}$ 1,5-Diphenylcarbohydrazide法



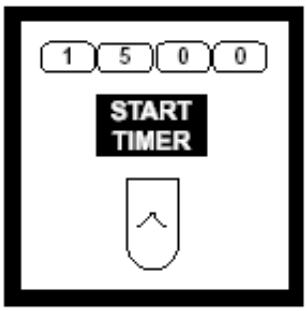

1. 在HACH PROGRAM下，选择六价铬程序编号1560，按ENTER。

2. 屏幕显示：1560 Chromium, Hex，波长自动调节为540 nm。

3. 根据所需的$Cr^{6+}$水平，精确称取所需的样品。将土样放入whirl-pak bag或样品杯中。

4. 制备提取溶液：加入一包六价铬提取剂粉包到 50-mL 量筒中，加入 40mL 去离子水，盖上盖子，混合使粉末溶解。

5.将提取溶液加到whirl-pak bag或样品杯内的土样中，盖严实。摇晃，确保土壤完全悬浮在溶液中。




6. 开始15分钟计时，按START TIMER。15分钟反应期间，每隔两分钟摇晃土壤/提取剂混合液15秒。
注：如使用土壤混合器，在200 rpm下摇晃15分钟。
注：设定的8分钟反应时间不适用于土壤，仅适用于水中的铬。

7. 往50mL量筒中放入漏斗，并放上一张已折叠好的滤纸，过滤土壤/提取剂混合液，收集滤液。

8.按照测量所需用量的滤液，将它从50mL 量筒中移取到另一个 25mL 量筒中。

表 1 土样大小

| 期望的 $Cr^{6+}$浓度 | 样品大小 |
|---|---|
| 500-5000ppb | 20g |
| 1.0-10ppm | 20g |
| 2.50-50ppm | 20g |
| 50-1000ppm | 1g |
| 500-10，000ppm | 1g |

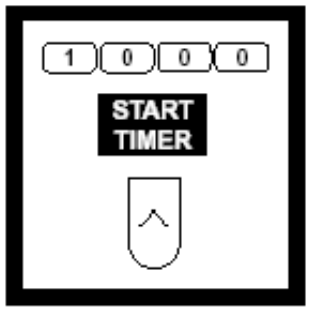
表 2 所需体积

| 期望的 $Cr^{6+}$浓度 | 体积 |
|---|---|
| 500-5000ppb | 10mL |
| 1.0-10ppm | 5mL |
| 2.50-50ppm | 1mL |
| 50-1000ppm | 1mL |
| 500-10，000ppm | 0.1mL |

9. 稀释量筒中的滤液到25mL刻度线，盖好盖子，混合。

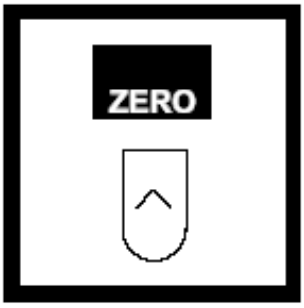
10.往一个比色瓶中装入稀释后的滤液至10mL刻度线，（空白试样）。

11. 往另一个比色瓶中装入量筒中余下的稀释后的滤液至10mL刻度线，并加入一包ChromaVer 3铬试剂粉包，混合。此为待测试样。
注：如存在铬，将呈现紫色。




12. 按START TIMER，开始10分钟计时。
注：如果加入试剂后溶液变浑浊，并且10分钟内不澄清，所用的样品量应减少，使10分钟的反应时间内不再出现浑浊。

13.将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。




14.按ZERO，屏幕显示：0.000 mg/L $Cr^{6+}$。

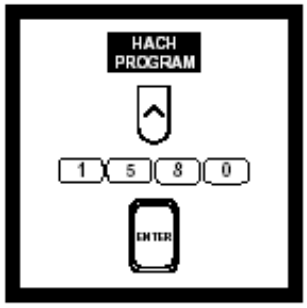
15. 将待测试样放入比色瓶槽，关上遮光盖，屏幕将显示表观六价铬的含量，单位为mg/L。用以下方程式计算土样中实际的六价铬浓度：

$Cr^{6+}$（ppb）= $\frac{\text{DR4000 读数（mg/L）X}10^6}{\text{体积（mL）X 样品大小}}$

干扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 铁 | 为了避免铁的干扰，尽可能用最少量的样品和提取体积。铁干扰使颜色不能生成。如果得到$Cr^{6+}$ 的浓度几乎为0，检查样品是否有铁干扰：加入0.1 mL 50 mg/L 的$Cr^{6+}$ 标准溶液到样品中，再多反应10分钟。如果出现粉红色，不存在铁，并且样品中不含有六价铬。如果没有颜色生成，存在干扰，必须减少提取体积或样品用量，直到不出现干扰。 |
| pH | 极端样品pH值或高缓冲样品可能超过试剂的缓冲能力而需要样品预处理。 |
| 矾 | 1 mg/L。读数前等10分钟。 |

# 总铬 0 ～0.700 mg/L 次溴酸铝法

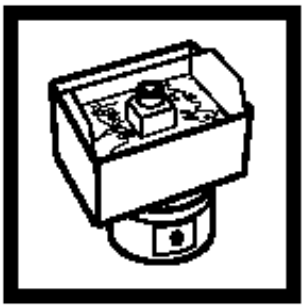



1.在HACH PROGRAM下，选择总铬程序编号1580，按ENTER。
注：分析前调节样品的 pH 值。

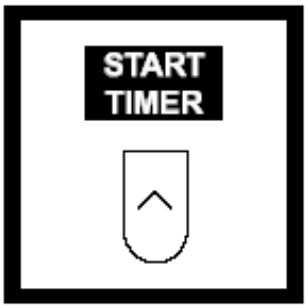
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 1580 Chromium, Total，波长自动调节为540nm。

3. 往比色瓶中装入25mL样品。
注：为了验证精确性，用0.25mg/L的三价铬标准溶液代替样品。
注：为了得到最佳结果，对每批试剂均测量试剂空白。

4. 加入一包铬1号试剂粉包（待测样品）。混合。



5. 将待测样品放入沸水浴。



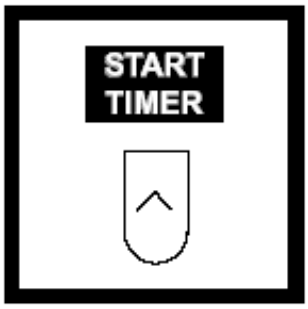

6. 按 START TIMER，并开始 5 分钟的计时。

7.当计时器鸣叫时，取走待测样品。用流动的水冷却管至25 °C.

8.加入一包铬 2 号试剂粉包，混合。

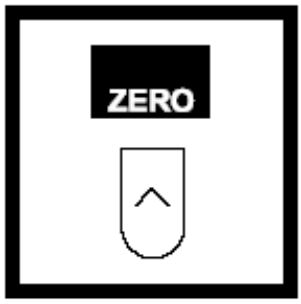
9. 加入一包酸试剂粉包，混合。

10. 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。

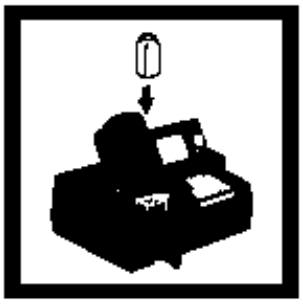



11. 按START TIMER，开始5分钟计时。

12. 当计时器鸣叫时，往另一个比色瓶中装入25mL样品（空白试样）。将它放入比色瓶槽。关上遮光盖。
注：对于浑浊的样品，按照步骤3到9处理空白试样。




13. 按ZERO，屏幕显示：0.000 mg/L Cr。

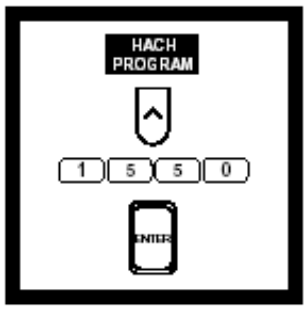


14. 将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示铬的含量，单位为mg/L。

干扰

| 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 | 超过试剂的缓冲能力，需要样品预处理。 |
| 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。 |

## 三价铬 0 ~ 20.0 g/L $Cr^{3+}$ 比色法




1. 在 HACH PROGRAM下，选择三价铬程序编号1550，按ENTER。
注：该程序需要进行样品消化。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 1550 Chromium, Trival。波长自动调节为595 nm。

3. 往比色瓶（空白试样）中装入消化过的样品至25ml刻度线。

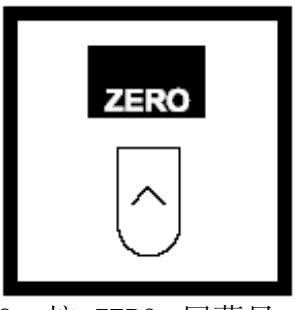
4. 将5.0 mL未消化的样品转移到一个干净的100mL带刻度的瓶中。

5. 用一个10mL的量筒小心加入10.0mL浓缩的高氯酸到瓶中。

6. 倒入去离子水 至100mL刻度线，盖上盖子，倒转多次使溶解。

7. 往另一个比色瓶（待测样品）中装入步骤6中的溶液至25mL刻度线。

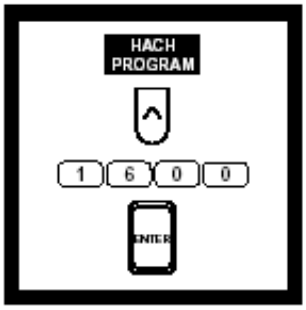
8. 将步骤3的空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。




9. 按 ZERO，屏幕显示：0.0 g/L $Cr^{3+}$。

10. 将步骤7的待测样品放入比色瓶槽。关上遮光盖。屏幕显示三价铬的含量，单位为g/L。

## 钴 0 ~ 2.00 mg/L  PAN法

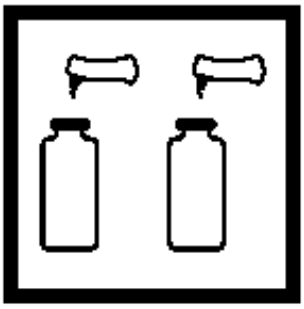



1.在HACH PROGRAM.下，选择钴法程序编号1600，按ENTER。
注：分析前调节样品的pH值。

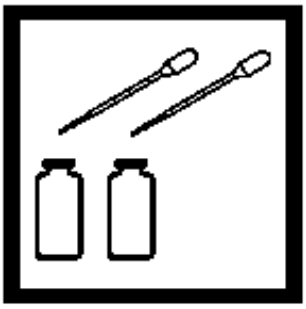
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 1600 Cobalt，波长自动调节为620nm。

3. 往带玻璃塞的比色瓶中装入样品至10mL刻度线（待测样品）。
注：如果样品低于10°C,分析前加热到室温。
注：为了验证精确性，用1.0mg/L的钴标准溶液代替样品。

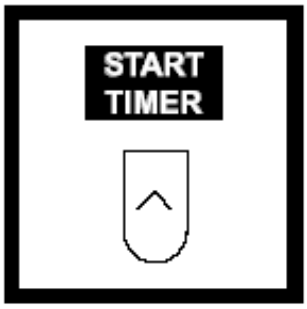
4. 往另一个带玻璃塞的比色瓶中装入去离子水至10mL刻度线（空白试样）。



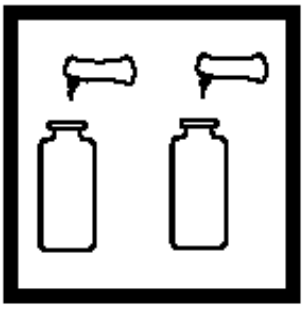
5. 各加入一包邻苯二甲酸盐-磷酸盐试剂粉包到每个管中，盖上盖子。立即摇晃使粉末溶解。
注：如果样品含有$Fe^{3+}$，在进行步骤6之前必须使所有的粉末完全溶解。



6. 加入0.5 mL的0.3%的PAN 指示剂溶液到每个管中。盖好每个管。倒转多次混合。




7. 按START TIMER，开始3分钟计时。
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。



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

9. 将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。

10. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L Co。

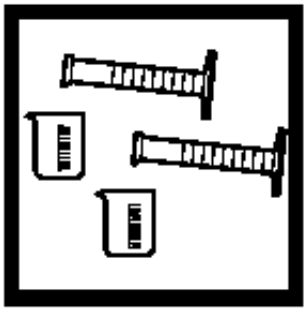
11.将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示钴的含量，单位为mg/L。

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 2370。测量镍的程序中必须有试剂空白。

干扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| $Al^{3+}$ | 32 mg/L |
| $Ca^{2+}$ | 1000 mg/L 的 $CaCO_3$ |
| $Cd^{2+}$ $Cr^{3+}$ $F^-$ $Pb^{2+}$ | 20 mg/L |
| $Cl^-$ | 8000 mg/L |
| $Cr^{6+}$ | 40 mg/L |
| $Cu^{2+}$ | 15 mg/L |
| $Fe^{2+}$ | 直接干扰，不能允许存在。 |
| $Fe^{3+}$ | 10 mg/L |
| $K^+$ | 500 mg/L |
| $Mg^{2+}$ | 400 mg/L |
| $Mn^{2+}$ | 25 mg/L |
| $Mo^{6+}$ | 60 mg/L |
| $Na^+$ | 5000 mg/L |
| $Zn^{2+}$ | 30 mg/L |
| 高缓冲样品或极端样品pH值 | 需要样品预处理。 |

## 色度 0 ~ 250 units Pt-Co  ADMI Weighted Ordinate法



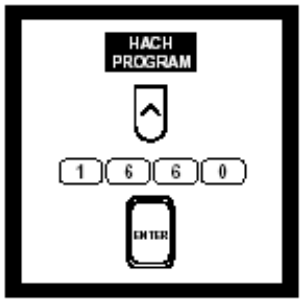
1. 如果样品不浑浊，省略步骤2-5。往两个大口杯中各倒入100ml样品，调节其中一个杯中的溶液至pH为7.6，另一个不作调整。
注：用10N氢氧化钠或浓硫酸调节pH，在接近终点时用0.1N的酸或碱。

2. 装配过滤装置（膜过滤器，过滤器架，滤瓶和吸气瓶）。

3. 用大约50mL的原始样品溶液冲洗过滤器，弃去冲洗液。

4. 倒出大约50mL原始样品溶液过滤，收集滤液，在过滤瓶上标记“原始液”。

5. 对调节过 pH 的样品重复步骤 2-4。在过滤瓶上标记“调整过 pH 的溶液”。

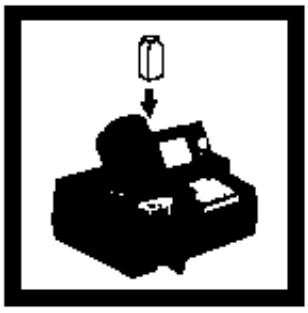



6. 在 HACH PROGRAM 下，选择 ADMI 色度法的程序编号 1660，按 ENTER。

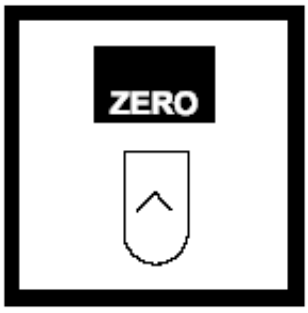
7. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 1660 Color, ADMI，波长自动调节为 700nm。

8. 往1英寸正方形比色瓶中装入调节过 pH 的过滤样品（样品），弃去多余液体。
注：为了验证精确性，用 100 个单位的 Co-Pt 标准溶液代替样品。

9. 往另一个比色瓶内装入去离子水（空白试样）。

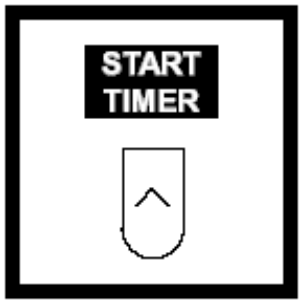


10. 将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。




11. 按 ZERO，从700nm开始到400nm，仪器将以10nm的间隔读出透光度。

12. 得到提示后，将样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。



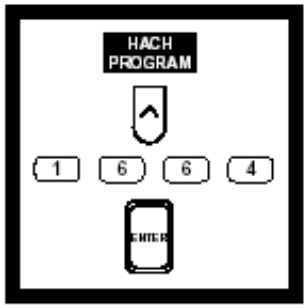

13. 按 START，从700nm开始到400nm，仪器将以10nm的间隔读出透光度。读数完后，仪器将显示调节过pH值的样品的ADMI色度。

14. 对原始过滤液，重复步骤8-13，报告两个结果。

干扰

浑浊带来直接干扰，必须过滤。

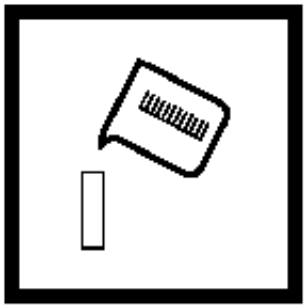
## 加纳尔色度（对透明液体）1~ 18 加纳尔色度单位 ASTM 法




1.在HACH PROGRAM.下，选择加纳尔色度程序编号1664，按ENTER。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 1664 Color, Gardner，起始波长自动调节为780nm。

3. 往1cm的比色皿中装入样品待测。
注：其他规格的比色皿可用于颜色很浅的样品。放入相应的比色瓶槽，并按OPTIONS，然后PATH。输入所要的管路径长，按ENTER。屏幕将显示所选的管路径长为多少cm。

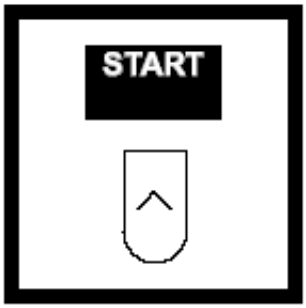


4.如果有的话，往另一个比色皿中装入空白溶液。
注：空白溶液应与样品的成分相匹配，但不含有任何有颜色的组分。

5. 将1cm 比色皿适配器放入比色瓶槽，将空白放入1cm适配器，关上遮光盖。
注：如果没有无色的空白溶液，留空比色瓶槽，关上遮光盖。

6. 按ZERO，从780nm开始，仪器将以5nm的间隔为空白建立100%透光值，直到380nm。屏幕显示：0.0 Gardner Units。

7. 得到提示后，将样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。

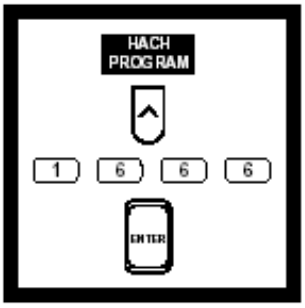



8. 按 START ， 从780nm开始，仪器将以5nm的间隔读出百分透光值(%T)，直到380nm。完成以后，仪器将显示样品的加纳尔色度值。
注：可以三色值或染色值表示结果。

干扰

浑浊带来直接干扰，必须通过过滤除去。带荧光组分的样品可干扰。为得到一致的结果，应控制温度和pH值。泡沫会干扰，应除去。

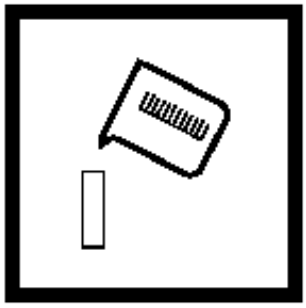
## 三色激励色度和染色值 0~ 0.800 mg/L  ASTM




1. 在 HACH PROGRAM下，选择三色激励色度程序编号1666，按ENTER。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 1666 Color, Tristimulus，起始波长自动调节为780nm。

3. 往1cm 比色皿中装入样品，待测。
注：其他规格的比色皿可用于颜色很浅的样品。放入相应的比色瓶槽，并按OPTIONS，然后PATH。输入管路径长，按ENTER。屏幕将显示路径长。

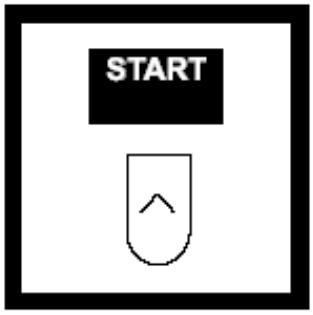


4. 如果有的话，往另一个比色皿中装入空白溶液。
注：空白溶液应与样品的成分相匹配，但不含有任何有颜色的组分。

5. 将1cm 比色皿适配器放入比色瓶槽，将空白放入1cm适配器，关上遮光盖。
注：如果没有无色的空白溶液，留空比色瓶槽，关上遮光盖。

6. 按ZERO，从780nm开始，仪器将以5nm的间隔为空白建立100%透光值，直到380nm。屏幕显示：
X:  Y:  Z:
0.0  0.0  0.0

7. 得到提示后，将样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。




8. 按 START，从780nm开始，仪器以5nm间隔读出百分透光值（%T），直到380nm。完成后，仪器显示样品的三色激励色度值。

干扰

浑浊带来直接干扰，必须通过过滤除去。带荧光组分的样品可干扰。为得到一致的结果，应控制温度和pH值。泡沫会干扰，应除去。

用于对仪器调零的溶液直接影响结果，为了得到准确的吸收值，调零溶液应尽量配成与样品相近，但是不含任何颜色。当使用空气调零，结果相对比较准确。

# 真色度和表观色度 0~ 500 单位 APHA Pt-Co标准法

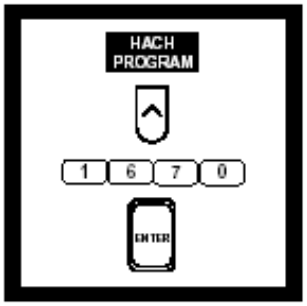
1. 在400 mL大口杯中收集200-mL样品。看需要，用1.0N的HCl或1.0N的NaOH调节pH到7.6。
注：NCASI 程序需要调节pH。
注；当调节pH时，如总体积增加大于1%，转用强酸或强碱。

2. 装配过滤装置（0.45微米膜过滤器，过滤架，过滤瓶和吸气瓶）。NCASI指定0.8微米过滤器。
注：测量表观色度，不用过滤，省略步骤2-4和步骤8。

3. 用大约50mL的去离子水冲洗过滤器，弃去冲洗液。

4. 再倒出大约50mL去离子水过滤。

5. 往比色瓶（空白试样）中装入10mL过滤过的去离子水，弃去多余的液体。
注：测量表观色度使用未过滤的去离子水。



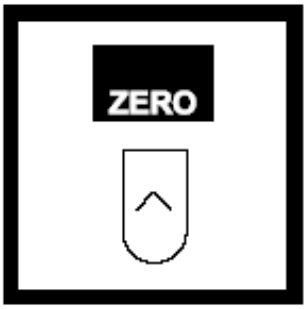

6. 在 HACH PROGRAM下，选择455nm下色度程序编号1670或465nm下色度程序编号1680，按ENTER。

7. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 1670 Color, 455 nm 或 HACH PROGRAM: Color, 465 nm，相应波长分别自动调节为455或465 nm。

8. 倒出约 50 mL样品过滤。

9. 往另一个比色瓶中装入10mL过滤过的样品(待测样品)。注：为了验证精确性，用250单位的Pt-Co色度标准溶液代替过滤液。

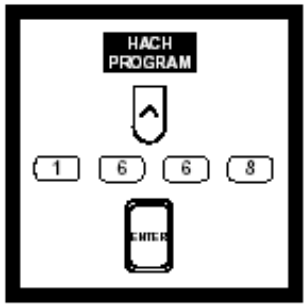
10.将空白放入比色瓶槽，关上遮光盖。




11. 按ZERO，屏幕显示：0 units Pt-Co。

12.将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示Pt-Co的单位数。

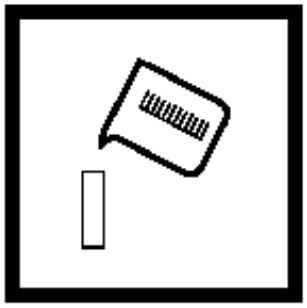
## 泛黄度色度 ASTM




1. 在HACH PROGRAM下，选择泛黄度色度程序编号1668，按ENTER。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 1668 Color, Yellowness，起始波长自动调节为780nm。

3. 往1cm 的比色皿中装入样品，待测。注：其他规格的比色皿可用于颜色很浅的样品。放入相应的比色瓶槽，并按OPTIONS,然后PATH。输入管路径长，按ENTER。屏幕将显示路径长。

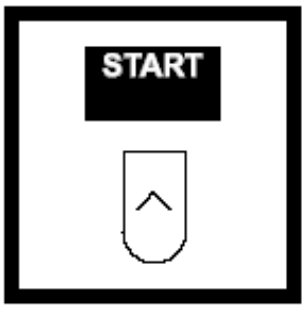


4.如果有的话， 往另一个比色皿中装入空白溶液。

5. 将1cm 比色皿适配器放入比色瓶槽，将空白放入1cm适配器，关上遮光盖。注：如果没有无色的空白溶液，留空比色瓶槽，关上遮光盖。

6. 按 ZERO，从780nm开始，仪器将以5nm的间隔为空白建立100%透光值，直到380nm。屏幕显示：0 YI。

7. 得到提示后，将样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。

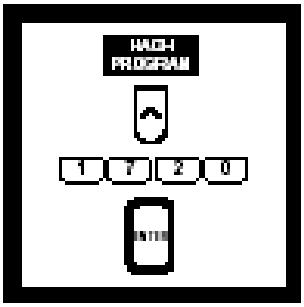



8. 按 START，从780nm开始，仪器将以5nm的间隔读出百分透光值(%T)，直到380nm。完成以后，仪器将显示样品的泛黄度色度值。

注：要看三色值或染色值，按 OPTIONS,然后按 VIEW，直到屏幕显示 TRISTIM 或CHROM。

干扰参照三色激励色度和染色值ASTM。

# 铜　0 ~210.0 µg/L 卟啉法

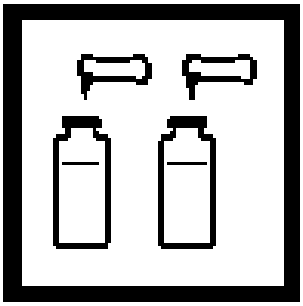



1、在HACH PROGRAM下，选择铜的卟啉法程序编号1720，按ENTER。

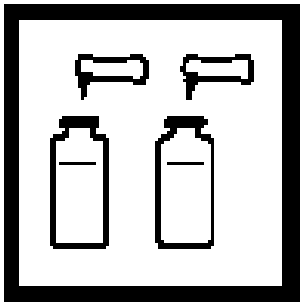
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM : 1720 Copper, Porphyrin，波长自动调节为425 nm。

3. 往比色瓶中倒入10mL样品。
注：为了验证精确性，用150 µg/L铜标准溶液代替样品。
注：对没有经过保存的极端pH的样品，参阅“干扰”部分。

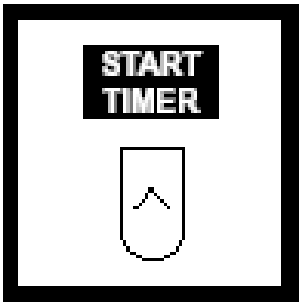
4. 加入一包铜掩蔽剂试剂粉包到其中一个比色瓶中（空白试样），混合使粉末溶解。
注：另一个比色瓶为待测样品。



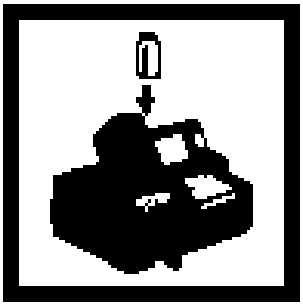
5.各加入一包卟啉1试剂粉包到每个比色瓶中，混合使粉末溶解。



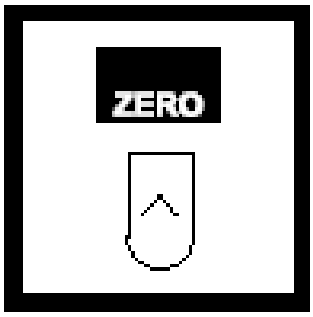
6.各加入一包卟啉2试剂粉包到每个比色瓶中，混合使粉末溶解。
注：黄色会立即变成蓝色。如存在铜，样品会重新变回黄色。



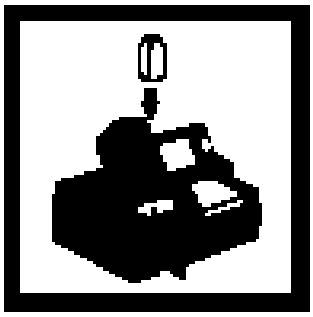

7.按START TIMER，开始3分钟计时。



8.当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。




9.按 ZERO，屏幕显示：0.0 µg/L Cu。

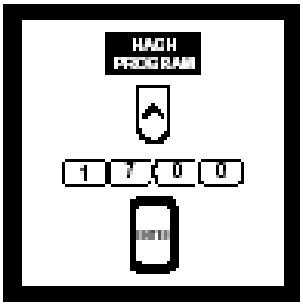


10. 将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示铜的含量，单位为µg/L 。
注：如果所分析的样品含高水平的金属，在管壁上会出现少量的金属沉淀物或黄色的聚集物。用步骤3所述的清洗方法将其除去。

干扰
以下物质超过所列范围引起干扰。

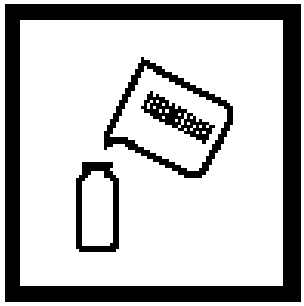
| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| $Al^{3+}$ | 60 mg/L |
| $Ca^{2+}$ | 1500 mg/L |
| $Cd^{2+}$ | 20 mg/L |
| 螯合剂 | 所有水平上干扰，除非进行强烈消化。 |
| $Cl^{-}$ | 90，000 mg/L |
| $Co^{2+}$ | 100 mg/L |
| $Cr^{6+}$ | 110 mg/L |
| $F^{-}$ | 30，000 mg/L |
| $Fe^{2+}$ | 6 mg/L |
| $Fe^{3+}$ | 10 mg/L |
| $K^{+}$ | 60，000 mg/L |
| $Mg^{2+}$ | 10，000 mg/L |
| $Hg^{2+}$ | 3mg/L |
| $Mn^{2+}$ | 140 mg/L |
| $Mo^{6+}$ | 11 mg/L |
| $Na^{+}$ | 90，000 mg/L |
| $Pb^{3+}$ | 3 mg/L |
| $Zn^{2+}$ | 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。 |

# 铜0 ~ 5.000 mg/ 双辛克宁酸盐法 L



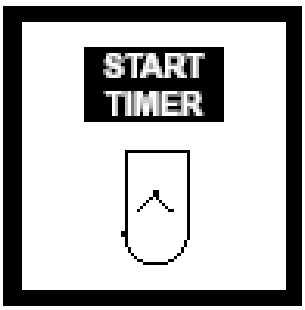

1.在HACH PROGRAM下，选择双辛克宁酸盐法程序编号1700，按ENTER。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 1700 Copper, Bicin，波长自动调节为560 nm。

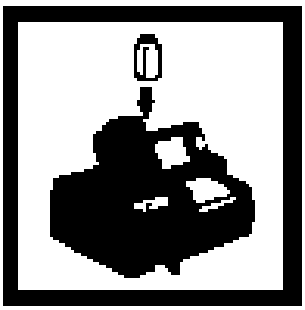


3. 往比色瓶中装入10mL样品。
注：为了验证精确性，用4.00mg/L的铜标准溶液代替样品。
注：物质对pH敏感。分析前，将酸性下保存之样品的pH，用8N KOH调节到4-6。

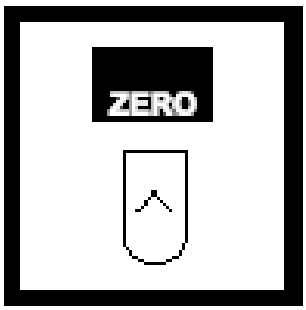
4. 往比色瓶中加入一包CuVer 1 铜试剂粉包(待测样品)，混合。
注：如果存在铜，将呈紫色。



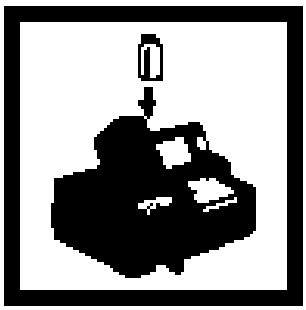

5.按START TIMER，开始2分钟计时。



6. 当计时器鸣叫时，往另一个比色瓶（空白试样）中装入10mL样品。将空白试样放入比色瓶槽。




7. 按 ZERO，屏幕显示：0.000 mg/L Cu。



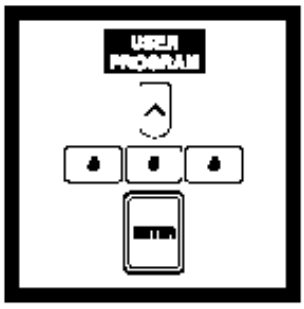
8. 计时器鸣叫后30分钟内，将待测样品放入比色瓶槽。关上遮光盖。屏幕将显示铜的含量，单位为mg/L。

干扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
| --- | --- |
| 酸度 | 如果样品是强酸性（pH 2或以下 ），会形成沉淀。边摇边滴加8 N氢氧化钾标准溶液使沉淀溶解。继续步骤3。 |
| 铝，$Al^{3+}$ | 按照上面的程序进行，但是在步骤4将 CuVer 2铜试剂粉包换成 CuVer 1 粉包。所得结果为总的溶解的铜（游离的和结合的）。 |
| 氰化物，$CN^-$ | 阻止颜色完全生成。在加入 CuVer 1试剂粉包前，往10mL样品中加入 0.2 mL甲醛。读数前等待4分钟。扩大测试结果1.02倍，以校正用甲醛稀释带来的样品损失。 |
| 硬度 | 按照上面的程序进行，但是在步骤4将 CuVer 2铜试剂粉包换成 CuVer 1 粉包。所得结果为总的溶解的铜（游离的和结合的）。 |
| 铁，$Fe^{3+}$ | 按照上面的程序进行，但是在步骤4将 CuVer 2铜试剂粉包换成 CuVer 1 粉包。所得结果为总的溶解的铜（游离的和结合的）。 |
| 银，$Ag^+$ | 如果还有浑浊并变黑，很可能是银干扰。加入10滴饱和的氯化钾溶液到75mL样品中，然后过滤。在程序中使用过滤过的样品。 |

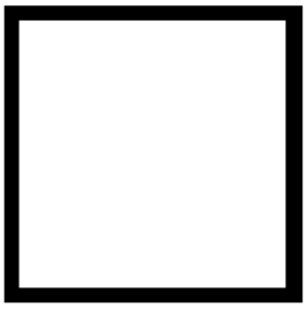
为了区分自由铜离子和与EDTA或其他络合剂络合的铜离子，在步骤4使用自由铜试剂粉包代替 CuVer 1 粉包。步骤10所得的结果仅是游离铜。在相同样品中加入次硫酸盐试剂粉包，重新读数。结果将包括总的可溶解的铜（游离的和结合的）。

# 铜，自身催化 0 ~ 3.00 g/L比色法




1. 该程序需要用户对每个电解质试样输入校准。输入最初的校准之后，按USER PROGRAM，选择自身催化铜的程序编号，按ENTER。
注：该程序的编号是由用户输入最初的校准值时指定的。

2. 屏幕显示：USER PROGRAM:Copper, Autocat. 波长自动调节为810 nm。

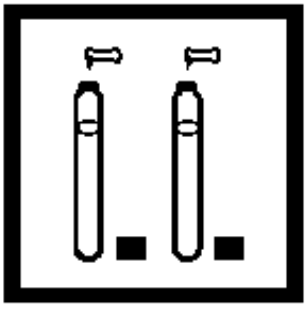


3. 将测试管适配器放入比色瓶模块，并用翼形螺钉固定。
注：为了得到最佳结果，对每批新试剂均测定试剂空白。

4. 量取3.0 mL 电解质试样和 2.0 mL 去离子水到16mm的管中（待测样品）。

注：由于电镀槽之间的差异，对每个电镀槽使用新的校准值。
注：为得到最好的结果，立即分析样品。

5. 量取 5.0 mL去离子水到另一个管中（空白试样）。



6. 各加入一包酸试剂粉包到每个管中。轻轻混合。
注：如使用默认试剂空白，不要加入试剂（水）到空白试样的管，仅用水调零并对样品读数。

7. 等到泡沫（冒泡）停止。盖上盖子并摇晃管，使所有的粉末溶解。

8. 将空白试样放入管适配器，关上遮光盖。

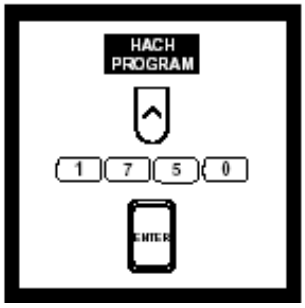
9. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 g/L Cu。

10. 将待测样品放入管适配器，关上遮光盖。屏幕将显示铜的含量，单位为g/L。

干扰

某些蓝色的电解质组分会引起结果偏高。

## 氰化物　0 ～ 0.240 mg/L $CN^-$ 吡啶-吡唑啉铜法

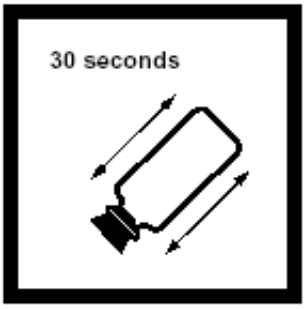



1.在HACH PROGRAM下，选择氰化物法程序编号1750，按ENTER。
注；分析前调节样品的pH值。

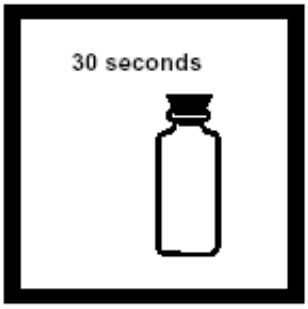
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM ： 1750 Cyanide，波长自动调节为612 nm。

3. 用量筒量取10mL样品到比色瓶中。
注：为了验证精确性，用0.10mg/L氰化物标准溶液代替样品。

4. 加入一包CyaniVer 3 氰化物试剂粉包。盖上比色瓶。

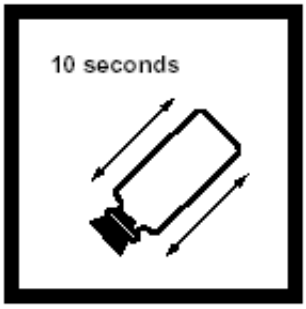



5. 摇晃比色瓶30秒。




6. 再等待30秒，让比色瓶静置。

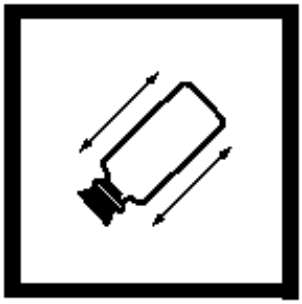
7. 加入一包CyaniVer 4氰化物试剂粉包，盖上比色瓶。



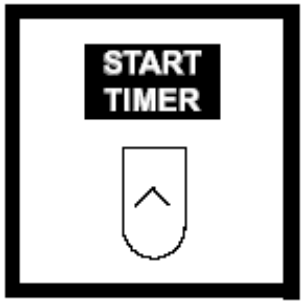

8. 摇晃比色瓶10秒。立即进行步骤9。

注：加CyaniVer 4氰化物试剂粉包30秒内不加入CyaniVer 5氰化物试剂粉包会导致结果偏低。
注：CyaniVer 4氰化物试剂粉包不溶解不影响精确性。

9. 加入一包CyaniVer 5 氰化物试剂粉包，盖上管。



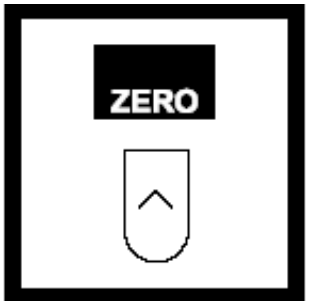
10. 强烈摇晃管。
注：如存在氰化物，将呈粉红色，很快又变成蓝色。




11. 按 START TIMER，开始30分钟计时。
注：样品低于 23 ° C 要反应长些，超过 25 ° C 的样品会有偏低的结果。

12. 当计时器鸣叫时，往另一个比色瓶（空白试样）中装入10mL样品。

13. 将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。



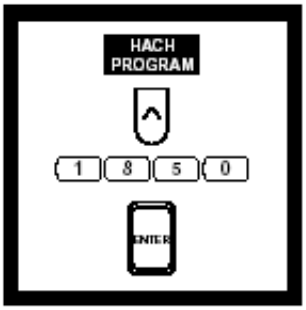

14. 按 ZERO，屏幕显示： 0.000 mg/L Cu。

15. 将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示氰化物的含量，单位为mg/L。

干扰

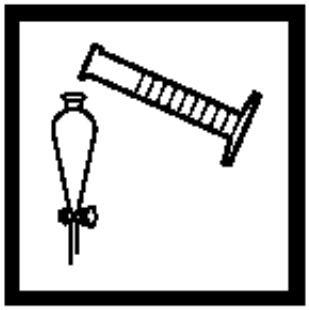
| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
| --- | --- |
| 氯 | 样品内大量的氯会在加入CyaniVer 5试剂后产生乳白色沉淀。如果已知有氯或其他氧化剂存在，测试前预处理样品，使用本表格中对氧化剂的处理方法。 |
| 金属 | 不超过1mg/L的镍或钴不干扰。在步骤4 加入CyaniVer 3氰化物试剂粉包前往样品中加入一包HexaVer螯合试剂粉包并在混合除去20 mg/L以内的铜和5 mg/L以内的铁的干扰。在步骤14准备去离子水试剂空白和试剂对仪器调零。 |
| 氧化剂 | a)用2.5N的盐酸标准溶液调节 25mL 碱性样品到 pH 7 – 9，数出加入多少滴酸。<br>b) 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。 |

# 阴离子洗涤剂（表面活性剂）0 ~0.275 mg/L　紫晶体法

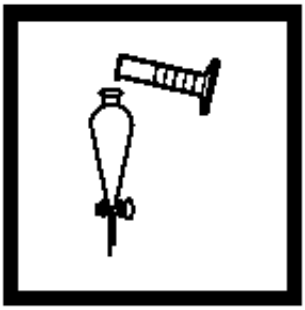



1. 在 HACH PROGRAM下，选择阴离子洗涤剂（表面活性剂） 程序编号1850，ENTER。

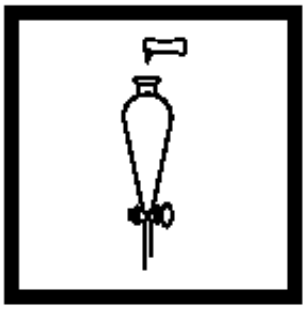
2.屏幕显示：HACH PROGRAM ： 1850 Detergents, Anion。波长自动调节为605 nm。



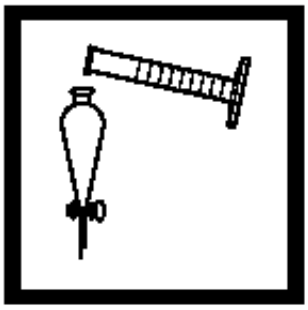
3.用一个干净的500-mL量筒中量取样品至300-mL刻度线。将样品倒入一个干净的 500-mL分液漏斗中。



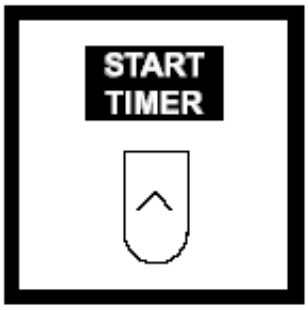
4. 加入10 mL硫酸盐缓冲溶液，盖好漏斗，摇晃5秒。



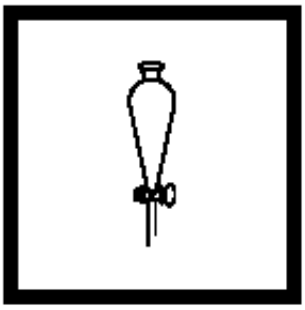
5. 加入一包洗涤剂试剂粉包到漏斗中，盖好漏斗，并摇晃使粉末溶解。



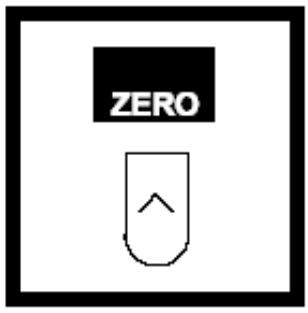
6. 加入 30 mL苯到漏斗中，盖好漏斗。轻轻摇晃一分钟。
注：溢出的试剂会影响结果的精确性，并对皮肤等有害。
注：在通风良好的地方使用苯。




7. 将分液漏斗放架上，按START TIMER，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,关上遮光盖。

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，关上遮光盖。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。

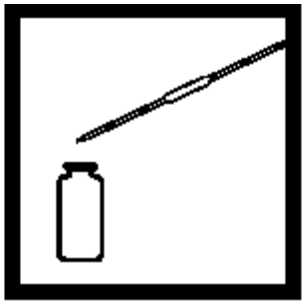
干扰

| 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，高碘酸盐离子 | 所有水平上均干扰。 |

## 氟 0~2.0mg/L $F^-$SPADNS 法

1、在 HACH PROGRAM 下输入程序编 1900 按 ENTER。

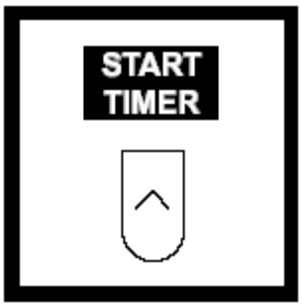
2、屏幕将出现 HACHPROGRAM：1900 Fluoride 且自动调整波长至580nm。



3、将比色瓶注入 10.0ml 的样品。

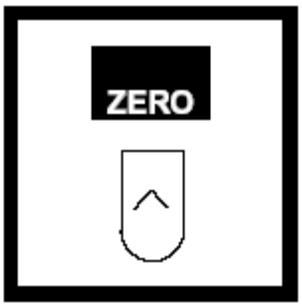
4、加入 10.0ml 去离子水到第二个比色瓶中。

5、在每个比色瓶中加入 2.0ml SPADNS 试剂，摇均匀。

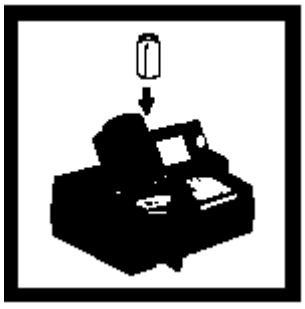



6、按 START TIMER 开始计时 1 分钟，让试剂反应。

7、将试样瓶放入 DR/4000，盖上遮光盖。




8、按ZERO归零，屏幕会出现0.00 mg/L F－。



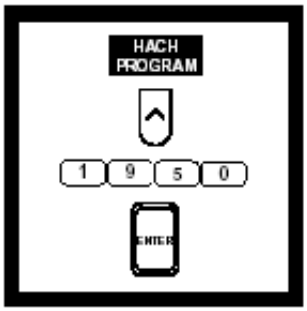
9、将试样置入 DR/4000，盖上遮光盖，即可测得 mg/L F-浓度。

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($CaCO_3$) | 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 | 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。 |

## 甲醛 0~ 500 μg/L MBTH 法




1. 在 HACH PROGRAM下，选择甲醛的程序编号1950，按ENTER。
注：样品需要立即分析。

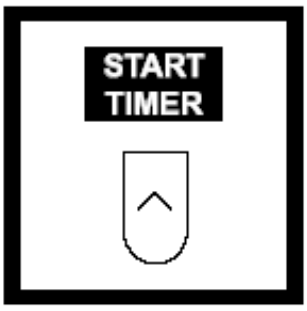
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM ： 1950 Formaldehyde，波长自动调节为630 nm。

3. 在50mL混合量筒中精确量取25mL样品（待测样品）。
注：用铬酸洗液清洗玻璃仪器除去微量污染物。
注：为了验证精确性，用 320 μg/L 甲醛标准溶液代替样品。

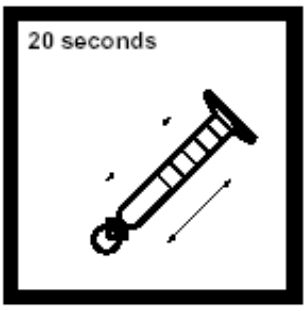
4. 在另一个50mL混合量筒中精确量取25mL不含甲醛的水（空白试样）。
注：蒸馏碱性高锰酸溶液（每500ml水含4g氢氧化钠，2g高锰酸钾）可得到不含甲醛的水，弃去蒸馏开始的50到100mL馏液。

注：该测试中时间和温度参数很重要。样品温度应在 25 ±1 ° C，步骤中所限定的时间应严格遵照。为了结果更准确，推荐使用温控水浴。

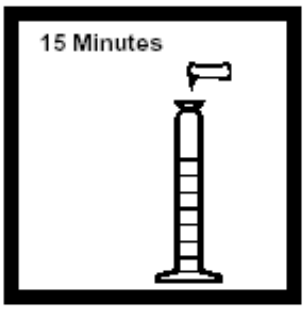
5. 加入一包 MBTH 粉包到空白试样中，盖好量筒。



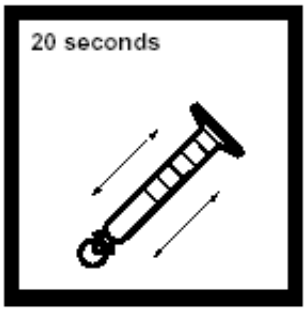

6. 立即按 START TIMER，开始17分钟计时。立即进行步骤7。在该17分钟期间内完成步骤8-12。



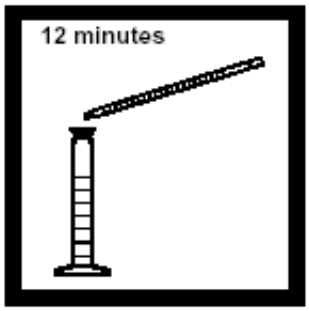

7. 反应计时期间开始后，立即强烈摇晃量筒20秒。
注：不要等待计时器鸣叫才开始。



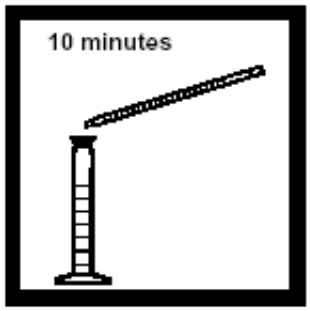

8. 当计时器显示15：00时，加入一包 MBTH 粉包到待测样品中，盖上量筒。




9. 强烈摇晃量筒20秒。

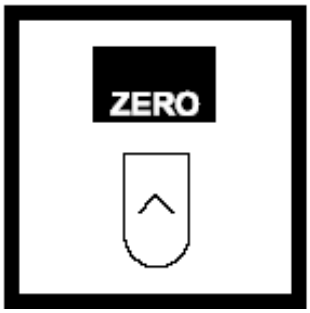



10. 当计时器显示12：00时，加入2.5 ml低量程甲醛的Developing溶液到空白试样中，盖上量筒。 混合。



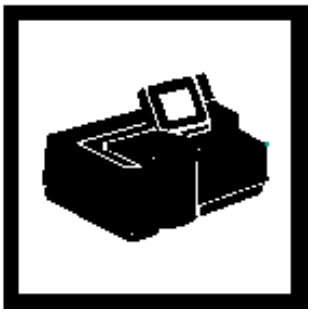

11. 当计时器显示10：00时，加入2.5 ml低量程甲醛的Developing溶液到待测样品中，盖上量筒， 混合。

12. 在计时器显示2：00前，将空白试样倒入比色瓶中，将比色瓶放入管槽中，关上遮光盖。
注：倒溶液到比色瓶时要缓慢，防止在管壁上形成气泡。如果形成气泡，旋转一下管驱除气泡。




13. 当计时器显示2:00,按 ZERO，屏幕显示：0 μg/L $CH_2O$。

14. 将待测样品倒入比色瓶，将瓶放入比色瓶槽。



15. 当计时器鸣叫时，关上遮光盖。屏幕将显示甲醛的含量，单位为μg/L 。

干扰

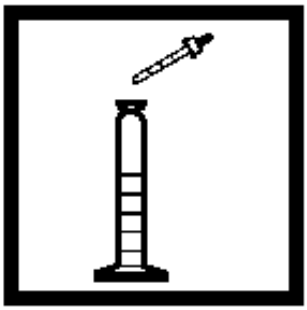
| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
| --- | --- |
| 醋酸盐，葡萄糖，重碳酸盐，氨基乙酸，硝酸盐，尿素,，锌 | 大于1000 mg/L |
| 乙醛 | 所有水平上正干扰 |
| 铵，苯胺 | 大于10mg/L |
| 钙 | 大于3500mg/L |
| 碳酸盐，锰 | 大于500mg/L |
| 氯化物 | 大于5000mg/L |
| 铜 | 大于1.6mg/L |
| 环己胺 | 大于250mg/L |
| 乙醇胺 | 大于33mg/L |
| 乙二胺 | 大于1.5mg/L |
| 铁($Fe^{3+}$) | 大于12mg/L |
| 铅 | 大于100mg/L |
| 汞 | 大于70mg/L |
| 马啉 | 大于0.36mg/L |
| 亚硝酸盐 | 大于8mg/L |
| 苯酚 | 大于1050mg/L |
| 磷酸盐 | 大于200mg/L |
| 硅 | 大于40mg/L |
| 硫酸盐 | 大于10000mg/L |

## 硬度　钙和镁; CLG，0 ～ 4.00 mg/L Ca 和 Mg 以 $CaCO_3$计 比色法

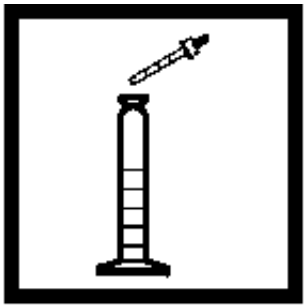
1. 在HACH PROGRAM下，选择镁硬度程序编号2020，按ENTER。
注：分析前调节样品的pH值。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM ： 2020 Hardness, Mg，波长自动调节为522nm。

3. 将 100 mL样品倒入100mL混合量筒中。
注：为得到最准确的测试结果，样品温度应为21-29 ° C。

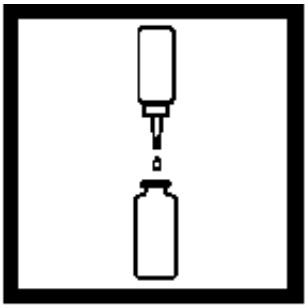


4. 用1.0mL的测量点滴器加入1.0 mL钙镁指示剂溶液 ，盖上盖子，倒转多次混合。



5. 用1.0mL的测量点滴器加入1.0 mL碱溶液 ，盖上盖子，倒转多次混合。

6. 分别在三个比色瓶中倒入 25 mL溶液。

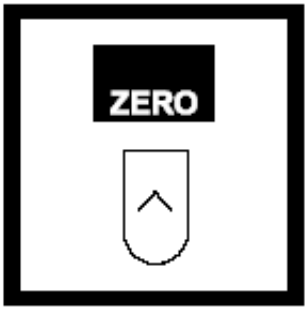


7. 加入一滴1 M的EDTA溶液到比色瓶中（空白试样），混合。

8. 加入一滴1 M的EGTA溶液到比色瓶中（待测样品），混合。

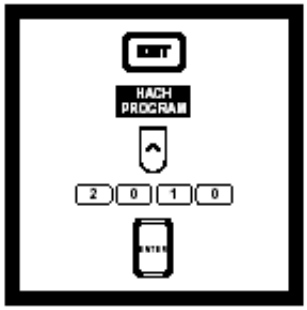
注：结果将检测到在量筒、测量点滴器或比色瓶中的钙镁污染物。为了测试洁净度，多次重复测试直到得到稳定的结果。

9. 将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。




10. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L $CaCO_3$。

11. 将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。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。




12. 不取走比色瓶，按 EXIT，然后按 NEW PROGRAM。当显示程序编号时，选择钙硬度程序编号 2010，按 ENTER。

注：结果还可以以镁($Mg^{2+}$)的形式显示。

13. 屏幕显示：HACH PROGRAM：2010 Hardness, Ca，波长自动调节为522nm。

14. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L $CaCO_3$。

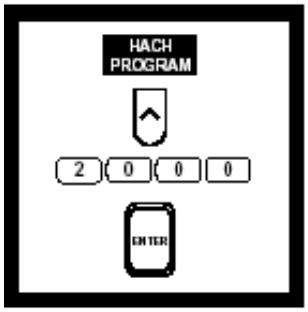
15. 将第三个比色瓶放入比色瓶槽。关上遮光盖。屏幕将显示钙（以碳酸钙的形式）的含量，单位为mg/L。结果为样品中以$CaCO_3$形式表达的钙的含量。

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

| 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 $CaCO_3$ |
| EDTA 或 EGTA | 残留在上次测试的比色瓶中的痕量物质将使结果出错。使用前彻底清洗比色瓶。 |
| 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 | 如果钙超过1.0，镁超过0.25 mg/L 的 $CaCO_3$，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。 |

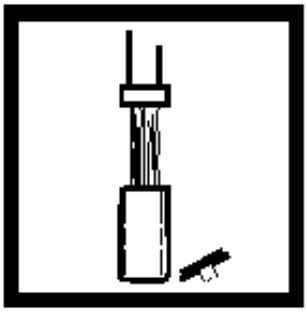
## 总硬度钙和镁 0 ~ 1,000 µg/L Ca & Mg as $CaCO_3$ 偶氮氯磷比色法 ULR



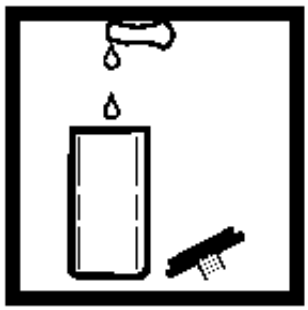

1.在 HACH PROGRAM 下，选择极低范围硬度程序编号2000，按 ENTER。

2.屏幕显示：HACH PROGRAM : 2000 Hardness,Tot. ULR，波长自动调节为669nm。

3. 用待测的水冲洗一个塑料比色瓶和盖子三次，不要让盖子的下部碰到管的表面，以防污染。
注：必须使用塑料比色瓶，玻璃会污染样品。



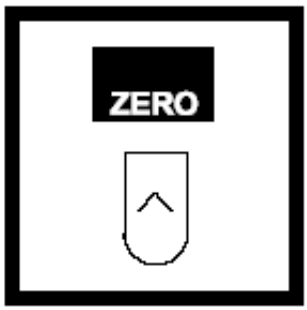
4. 往塑料比色瓶中装入样品至25mL刻度线。



5.加一包偶氮氯磷溶液粉包到比色瓶。
注：粉包里留下少量粉剂，不影响结果。

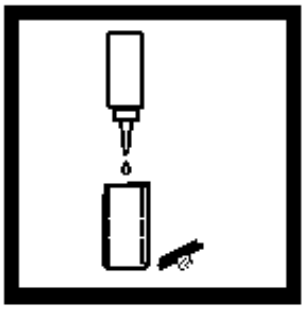
6. 盖上管盖，混合。

7. 将比色瓶放入比色瓶槽，关上遮光盖。




8. 按 ZERO，屏幕显示：0 µg/L $CaCO_3$。

注：用1 mL 偶氮氯磷溶液代替溶液粉包。



9. 从仪器中取出比色瓶。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。

11. 将比色瓶放入比色瓶槽。关上遮光盖。屏幕将显示$CaCO_3$的含量，单位是μg/L。

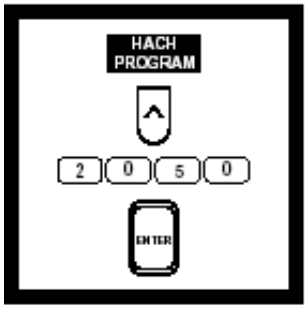
注：结果还可以以钙($Ca^{2+}$)或镁($Mg^{2+}$)的形式显示（μg/L）。按 OPTIONS，然后按FORM:查看可选择的选项。

干扰

对0到500 μg/L的不同的$CaCO_3$硬度水平进行干扰研究。对超纯水水平的不同的阳离子和阴离子进行测试，结果表明，当离子使测试浓度改变±10%，就引起干扰。

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 铝 | 150 μg/L以上，负干扰 |
| 铵 | 1000 μg/L或以下，不干扰 |
| 铜 | 250 μg/L以上，正干扰 |
| 甲醛 | 47,000 μg/L或以下，不干扰 |
| 硝酸盐 | 250 μg/L以上，正干扰 |
| 钾 | 1,000 μg/L或以下，不干扰 |
| 硅 | 1,000 μg/L以上，正干扰 |
| 钠 | 79,000 μg/L以上，负干扰 |

# 联氨　0 ～ 600.0 μg/L 间-二甲氨基苯甲醛法




1. 在 HACH PROGRAM下，选择联氨程序编号2050，按ENTER。
注：需马上分析样品。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM ： 2050 Hydrazine，波长自动调节为455nm。

3. 用量筒量取10 mL 去离子水到比色瓶中（空白试样）。

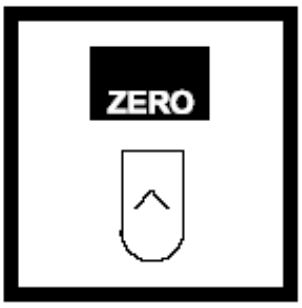
4. 用量筒量取10 mL 样品到另一个比色瓶中（待测样品）。

注:为了验证精确性，用100 μg/L联氨标准溶液代替样品。
注：样品温度应为21±4 ° C。

5.在比色瓶中各加入 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。

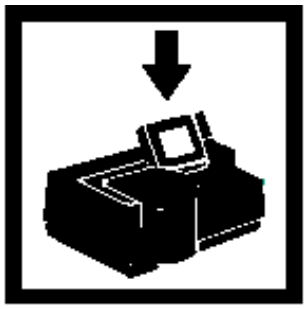
6. 立即按 START TIMER，开始12分钟的反应计时。在此期间，完成步骤7-9。

7. 将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。




8. 按 ZERO，屏幕显示：0.0 μg/L $N_2H_4$。

9. 将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。



10. 计时器鸣叫后，立即读出屏幕上显示的联氨的含量，单位μg/L 。

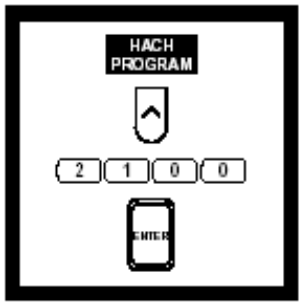
注：结果可表示为联氨硫酸盐的形式($N_2H_4 \cdot H_2SO_4$)（mg/L），按OPTIONS，然后FORM，浏览可选选项，按ENTER 回到读数屏幕。

干扰

10 mg/L 以内的氨不干扰， 20 mg/L时可引起正干扰达到20%。10 mg/L以内的吗啉不干扰。

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 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。 |

# 碘 0 ~ 7.00 mg/L DPD 法

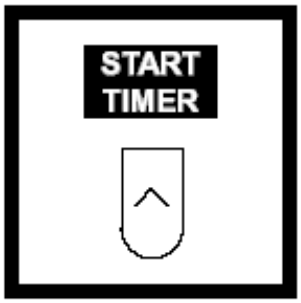



1. 在HACH PROGRAM下，选择碘的程序编号2100，按ENTER。.
注；必须立即分析样品。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM ： 2100 Iodine，波长自动调节为530nm。

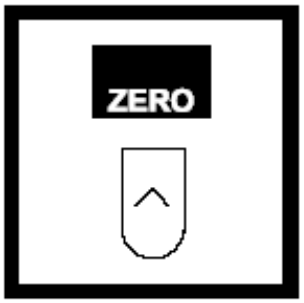
3. 往比色瓶中装入10 mL样品。

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




5. 按 START TIMER，开始3分钟计时。

6.往另一个比色瓶中装入10mL样品（空白试样），将它放入比色瓶槽。




7. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L $I_2$。

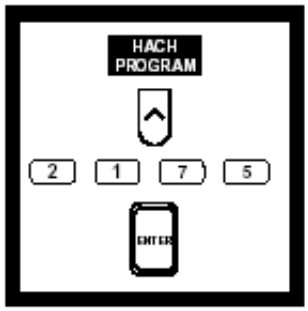
8. 计时器鸣叫后3分钟内，将待测样品放入比色瓶槽。屏幕将显示碘的含量，单位为mg/L 。

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。

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。 |
| 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。 |
| 溴，氯和氯胺，二氧化氯，臭氧 | 所有水平上均干扰。 |
| 有机氯胺，过氧化物 | 可能干扰。 |
| 硬度 | 低于1000mg/L的$CaCO_3$不影响。 |
| 锰，氧化锰($Mn^{4+}$，$Mn^{7+}$)或铬，氧化铬($Cr^{6+}$) | 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。 |
| 极端样品pH，高缓冲样品 | 调节pH到6-7。 |

## 铁 0~ 1.400 mg/L FerroZine 法

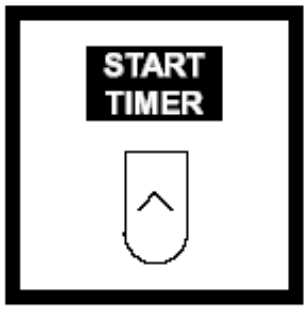



1.在 HACH PROGRAM 下，选择铁的 FerroZine程序编号 2175，按ENTER。
注：尽可能快地分析样品，以防止空气将亚铁氧化为铁。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM ： 2175 Iron, FerroZine，波长自动调节为562 nm。

3. 往一个干净的比色瓶中装入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。
注：为了验证精确度，用0.4 mg/L铁标准溶液代替样品。

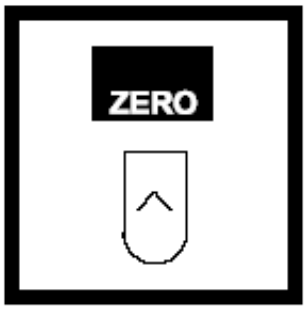
4. 加入一包FerroZine铁试剂粉包到比色瓶中（待测样品），混合。
注： 不要让剪刀碰到粉包的内容物。
注：最好用 0.5 mL 的 FerroZine铁试剂溶液代替溶液粉包。




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

6. 往另一个比色瓶中装入25mL样品（空白试样）。

7. 当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色瓶槽。关上遮光盖。




8. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L Fe。

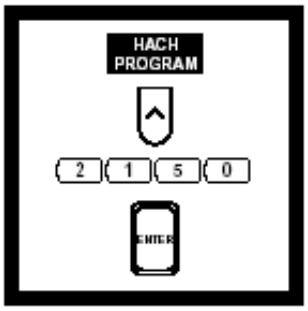
9. 将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示总铁的含量，单位为 mg/L 。

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) 将溶液倒入比色瓶，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。 |

# 亚铁　0~3.000 mg/L 1,10-菲绕啉法

## 粉包

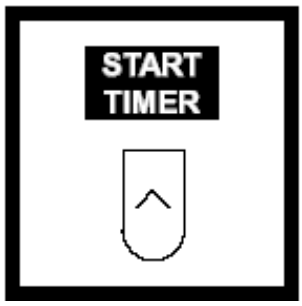



1.在 HACH PROGRAM 下，选择亚铁程序编号2150，按ENTER。
注：尽可能快地分析样品，以防止空气将亚铁氧化为铁。

2.屏幕显示：HACH PROGRAM ： 2150 Iron, Ferrous，波长自动调节为510nm。

3. 往一个干净的比色瓶中装入25mL样品。
注：为了验证精确度，用1.0 mg/L亚铁标准溶液代替样品。

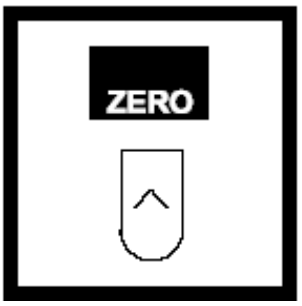
4. 加入一包亚铁试剂粉包到比色瓶中（待测样品），混合。
注：如亚铁存在将呈橙色。




5.按 START TIMER，开始3分钟计时。

6. 往另一个比色瓶中装入25mL样品（空白试样）。

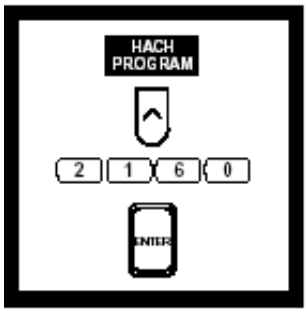
7. 当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色瓶槽。关上遮光盖。




8.按ZERO，屏幕显示：0.000 mg/L $Fe^{2+}$。

9. 将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示亚铁的含量，单位为mg/L 。

## 总铁 0 ~ 1.800 mg/L FerroMo法




1. 在HACH PROGRAM下，选择铁的FerroMo法程序编号2160，按ENTER。
注：尽可能快地分析样品，以防止空气将亚铁氧化为铁。分析前调节保存的样品的pH值。

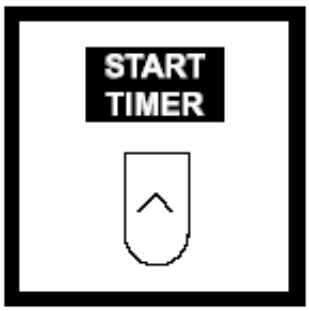
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 2160 Iron, FerroMo，波长自动调节为590 nm。
注：用1：1的盐酸溶液清洗玻璃仪器，然后用去离子水清洗。这样做可除去会引起结果偏高的铁沉淀物。

3. 往50-mL量筒中装入50mL水，待测。
注：该测试中的pH值须在3到5之间。
注：为了验证精确度，用0.4 mg/L铁标准溶液代替样品。

4. 加入一包FerroMo铁试剂1粉包到量筒中，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瓶装入待测样品至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粉包到比色瓶，摇晃使试剂溶解。此为进一步的样品。
注：如存在铁将呈现蓝色。




7. 按START TIMER，开始3分钟计时。

8. 往另一个比色瓶中装入余下的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瓶槽，关上遮光盖。

10. 按ZERO，屏幕显示：0.000 mg/L Fe。

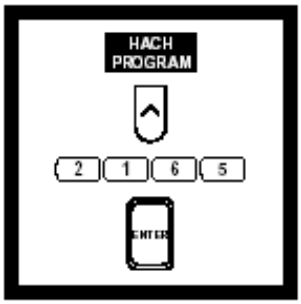
11. 将进一步的样品放入比色瓶槽。关上遮光盖。屏幕将显示铁的含量，单位为mg/L。

注：对于含有高水平钼酸盐(100 mg/L 的$Mo^{6+}$ 或 $MoO_4$)的样品，对空白调零后立即对样品读数。

干扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 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，将样品的pH调节为3到5之间。 |

## 总铁 0 ~ 3.000 mg/L FerroVer 法

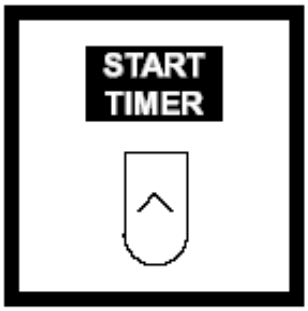



1. 在 HACH PROGRAM下，选择铁的FerroVer法的程序编号2165，按ENTER。
注：分析前调节保存样品的pH。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 2165 Iron, FerroVer，波长自动调节为510 nm。
注：总铁的测定需要消化。

3. 往一个干净的比色瓶中装入10mL样品。
注：为了验证精确度，用1.0 mg/L铁标准溶液代替样品。

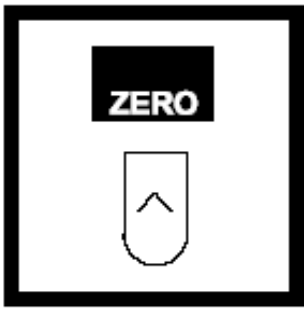
4. 加入一包 10mL样品用的FerroVer铁试剂粉包到比色瓶中（待测样品），混合。
注：如存在铁将呈现橙色。
注：不溶解粉末不影响精确性。




5. 按START TIMER，开始3分钟计时。
注：含有明显铁锈的样品应反应至少5分钟。

6. 往另一个比色瓶中加入10mL样品（空白试样）。

7. 当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。




8. 按ZERO，屏幕将显示：0.000 mg/L Fe。

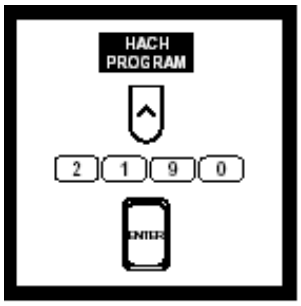
9. 将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示铁的含量，单位为mg/L 。

干扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
| --- | --- |
| 钙，$Ca^{2+}$ | 少于10,000 mg/L的$CaCO_3$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。 |
| 镁 | 少于100,000 mg/L没有干扰。 |
| 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。<br>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。<br>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。<br>2. 用该空白试样对仪器调零。<br>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。<br>4. 用玻璃漏斗过滤或离心。.<br>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。 |

## 总铁 0 ~ 1.800 mg/L  TPTZ法

## 粉包



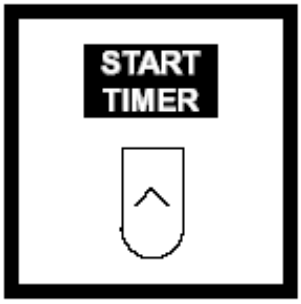

1. 在HACH PROGRAM下，选择铁的TPTZ法程序编号2190，按ENTER。
注：分析前调节保存样品的pH。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 2190 Iron, Total, TPTZ，波长自动调节为590nm。

3. 往一个干净的比色瓶中装入10mL样品。

4. 加入一包TPTZ铁试剂粉包到比色瓶中（待测样品），盖上盖子，摇晃30秒，取走盖子。
注：如存在铁将呈现蓝色。

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。
注：为了验证精确度，用0.4 mg/L铁标准溶液代替样品。

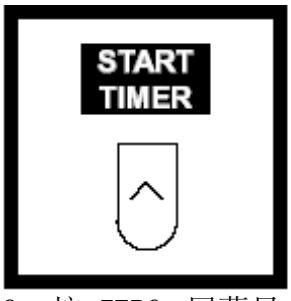



5. 按 START TIMER，开始3分钟计时。
注：计时期间进行步骤 6 和 7。

6. 往另一个比色瓶中装入10mL去离子水。

7. 加入一包10mL TPTZ铁试剂粉包到去离子水中，盖好盖子，摇晃30秒，取走盖子，此为空白试样。

8. 当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色瓶槽。关上遮光盖。




9. 按 ZERO，屏幕显示：0.000 mg/L Fe。

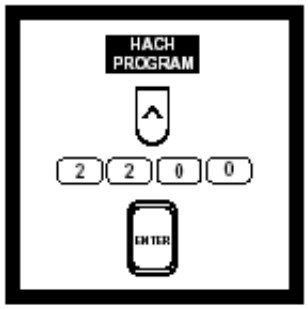
10. 将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示总铁的含量，单位为mg/L 。

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，在加入试剂前，在量筒中逐滴用不含铁的酸或碱，将样品的pH调节为3到8之间。 |

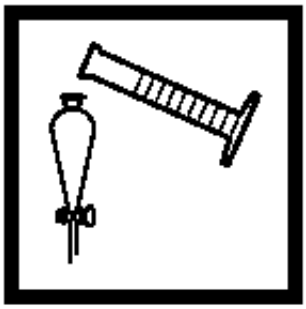
## 铅 0~ 300 μg/L 双硫腙法




1. 在HACH PROGRAM下，选择铅的程序编号2200，按ENTER。
注：分析前调节保存样品的pH。

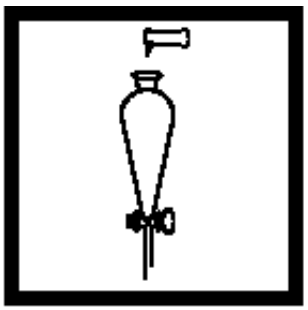
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 2200 Lead, Dithizone，波长自动调节为515 nm。

3. 往250mL量筒中装入样品至250mL刻度线。



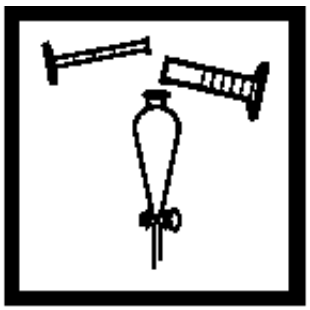
4. 将样品转移到500-mL分液漏斗中。

注：用1：1的硝酸溶液清洗玻璃仪器，然后用去离子水清洗。
注：测试前需要对浑浊样品先过滤。结果表示的为可溶的铅。用玻璃膜过滤器防止铅被滤纸吸收而损失。
注：为了验证精确度，用200 μg/L铅标准溶液代替样品。



5. 加入一包柠檬酸重金属盐形式的缓冲粉包，盖好漏斗，摇晃使粉末溶解。
注：溅出的试剂会影响测试的精确性，并对皮肤等有害。

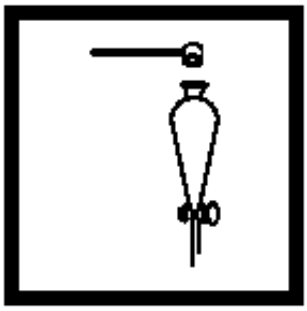
6. 往 50 mL混合量筒中加入 50mL氯仿。加入一包DithiVer金属试剂粉包。盖上盖子，反复倒转混合。往另一个量筒中倒入30mL双硫腙溶液。
注：保证足够通风，如通风橱。DithiVer粉末不完全溶于氯仿中。



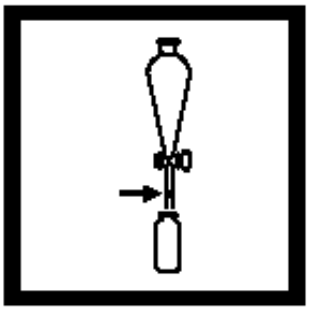
7. 加入30 mL双硫腙到分液漏斗中，盖好盖子，倒转。打开活塞通气。关上活塞，并加入5 mL 的5.0 N氢氧化钠标准溶液，盖上盖子，倒转。打开活塞通气。关上活塞，摇晃漏斗一到两次，通气。

8. 继续逐滴加5.0 N氢氧化钠标准溶液，每加几滴就摇晃漏斗，直到摇晃后溶液的颜色从蓝绿色变成橙色。然后多加5滴 5.0 N的氢氧化钠溶液。
注：下层（氯仿层）呈现粉红色并不表示一定存在铅。只有在下一步用氰化钾摇晃后，氯仿层出现粉红色才能确认存在铅。

注：如果摇晃中溶液变橙色，加入几滴5.25 N的硫酸标准溶液。将出现蓝绿色。
为避免高空白值，用新样品重复该程序，并且在该步骤中使用少一点氢氧化钠。
注：大量锌存在使终点颜色转变不清晰。
注：为了得到更精确结果，调节样品 pH 11.0-11.5（使用 pH 计），不多加 5 滴氢氧化钠。



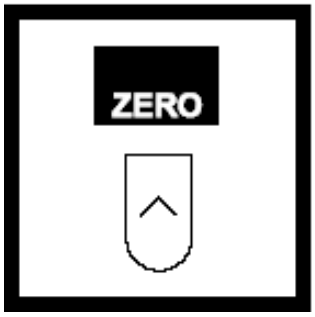
9. 加入 2勺 1.0g量的氰化钾到漏斗中，盖好盖子。强烈摇晃直到氰化钾全部溶解（大约15秒）。
注：静置 1 分钟让溶液分层。如存在铅下层（氯仿层）将呈现粉红色。



10. 在漏斗的出液管中塞入豌豆大小的棉花，慢慢将下层氯仿液放出到一个干的25mL的比色瓶中，盖上比色瓶。
注：如果比色瓶保持密封并避免光照，铅-双硫腙的结合物至少可稳定 30 分钟。

11. 往另一个比色瓶中装入氯仿（空白试样），盖好盖子。

12. 将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。




13. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 µg/L Pb。

14. 将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示铅的含量，单位为µg/L 。

干扰

以下物质不干扰：

铝 钙 镁 锑 铬 锰 砷钴 镍 镉铁锌

在步骤6后，按如下处理方法除去以上所列金属的干扰：

a. 量取大约 5 mL制备过的双硫腙溶液到分液漏斗中。盖上漏斗，倒转并打开活塞通气。关上活塞，剧烈摇晃溶液15秒。让漏斗静置直到分层（大约30秒）。下层（氯仿层）出现黄色、红色或青铜色可确定存在干扰金属。放出下层液体并收集起来妥善处理。

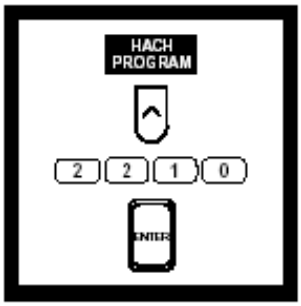
b. 再用5mL新鲜的双硫腙溶液分3次连续萃取（每次均收集下层溶液作妥善废物处理）直到下层呈现澄清深绿色。可多次萃取，不会对样品中的铅的含量有很大的影响。

c.用2或3mL纯氯仿萃取上层溶液，除去残留的双硫腙，也是收集下层溶液作妥善废物处理 。

d. 继续程序的测试，将步骤7中的30mL双硫腙溶液改为28.5 mL。

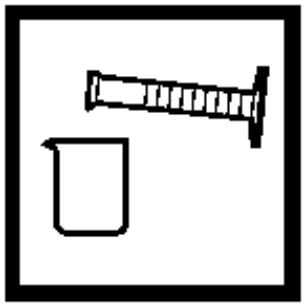
| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
| --- | --- |
| 铋，铜，汞，银，锡 | 所有水平。参阅下面的程序。 |
| 高缓冲样品或极端样品pH | 可能超出试剂的缓冲能力而需要样品预处理。 |

# 铅 0 ~150 µg/L LeadTrak* Fast Column Extraction Method



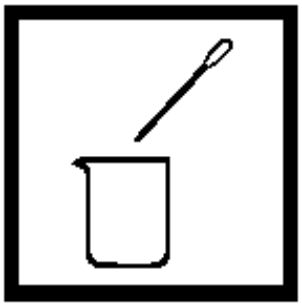

1. 在 HACH PROGRAM下，选择铅的程序编号2210，按ENTER。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 2210 Lead, LeadTrak，波长自动调节为 477nm。



3. 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。

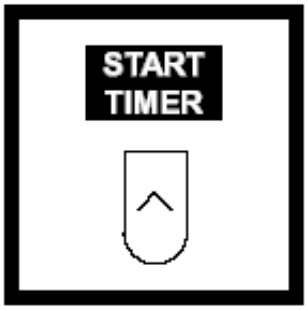
注：为了验证精确度，用 100 µg/L 铅标准溶液代替样品。



4. 用塑料的1-mL点滴器加入 1.0 mLpPb-1 酸防腐剂溶液到样品中，混合。

注：如果样品之前用 pPb-1 酸防腐剂（1.0mL 每 100mL 样品）保存，省略步骤4和5。

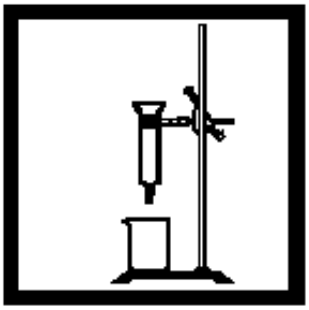
注：用硝酸蒸馏器保存样品需要进行步骤 4 和 5 。




5. 按 START TIMER，开始 2 分钟计时。

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

注：用硝酸保存过的 Field 样品或消化过的样品可能会超过固定溶液的缓冲能力。步骤 6 后检查这些样品 pH，并在步骤 7 前用 5 N 的氢氧化钠调节 pH 到 6.7–7.1。

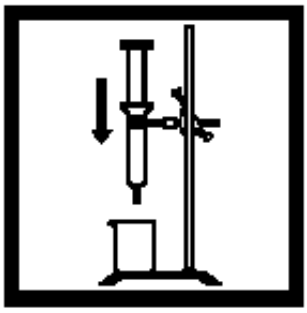


frank7. 将一个新的快速柱式萃取器放在环架上夹好。在萃取器下放置一个150-mL的塑料大口杯。

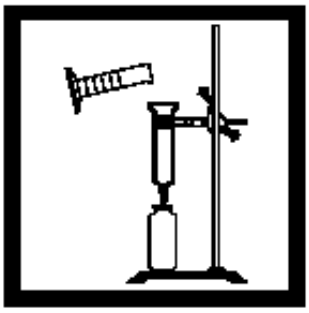
注：快速柱式萃取器包括在 LeadTrak Reagent Set中。

注：每个测试须用新的快速柱式萃取器。

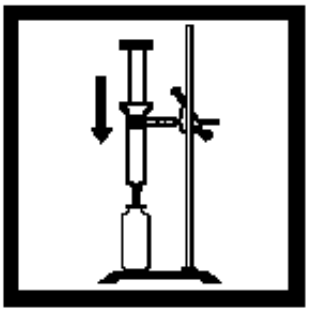
8. 将待测样品缓慢滴加入快速柱式萃取器中，等样品流过萃取器。



9.液体流完后，用活塞紧压萃取器中的吸收垫，弃去大口杯中的溶液，从萃取器中慢慢取出活塞。
注：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。



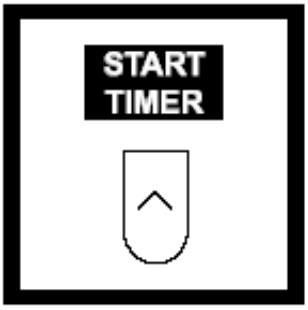
10.将 25-mL的比色瓶放在萃取器下，用25-mL塑料量筒加入25mL pPb-3洗提液洗提液到萃取器中。



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。比色瓶中的溶液体积应为25mL 。

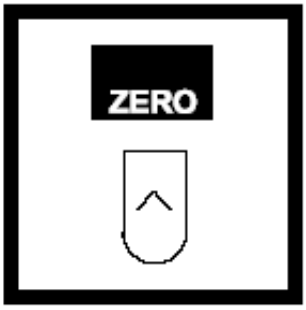
12. 用1-mL塑料点滴器，加入1.0 mL pPb-4 中和溶液到比色瓶中，充分混合，立即进行步骤13。

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START TIMER，开始2分钟计时。

15.当计时器鸣叫时，将比色瓶放入比色瓶槽。关上遮光盖。




16.按 ZERO，屏幕将显示： -2 µg/L Pb。
注：按ZERO 结果显示-2，是由于该程序用非零
y-intercept.

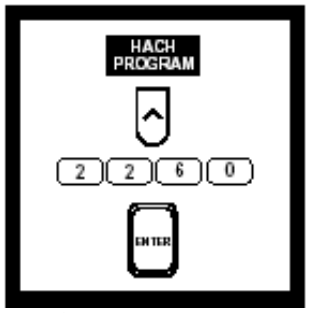
17. 取出比色瓶，加入6滴pPb-6 脱色溶液到比色瓶中，充分混合。
注：待测样品和脱色后的样品有些不同。

18.将样品重新放回比色瓶槽，关上遮光盖。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。
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，$NH_4^+$钙，$Ca^{2+}$镁，$Mg^{2+}$ | 500 mg/L |
| 钡，$Ba^{2+}$ | 6 mg/L |
| 铜，$Cu^{2+}$铁，$Fe^{2+}$ | 2 mg/L |
| 氟化物，$F^-$ | 10 mg/L |
| 锰，$Mn^{2+}$ | 0.5 mg/L |
| 硫酸盐，$SO_4^{2-}$硝酸盐，$NO_3^-$氯化物，$Cl^-$ | 1000 mg/L |
| 锌，$Zn^{2+}$ | 1 mg/L |

## 锰 0 ~ 0.700 mg/L PAN 法 LR



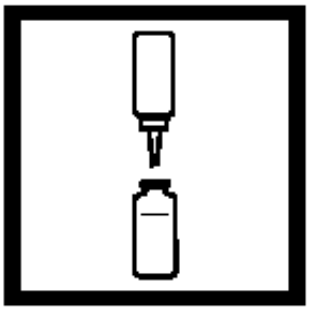

1. 在 HACH PROGRAM下，选择低含量锰程序编号2260，按ENTER。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM : 2260 Manganese, LR，波长自动调节为560 nm。

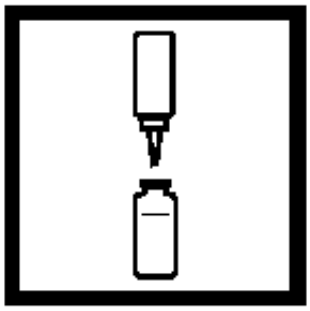
3.将10.0 mL去离子水倒入比色瓶中（空白试样）。
注：用1：1的硝酸溶液清洗玻璃仪器，然后用去离子水清洗。

4. 将 10.0 mL样品倒入另一个比色瓶中（待测样品）。
注：为了验证精确性，用0.500 mg/L的锰标准溶液代替样品。

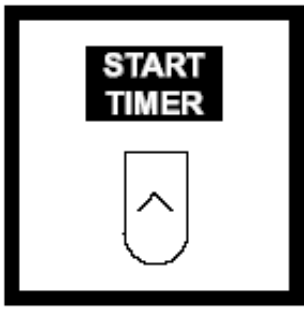
5. 分别加入一包抗坏血酸粉包到每个比色瓶中，混合。
注：对于含有大于300 mg/L $CaCO_3$硬度的样品，加入抗坏血酸粉包后，加入 10 滴罗氏盐溶液到样品中。



6. 分别加入15滴碱性氰化物试剂溶液到每个比色瓶中，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 7 后消失。

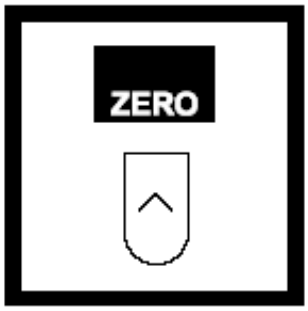


7.分别加入21滴PAN 指示剂溶液，0.1%,到每个比色瓶中，混合。
注：如果存在锰，样品将呈现橙色。




8.按 START TIMER，开始2分钟计时。
注：如样品含有高含量的铁（大于5mg/L），等待 10 分钟让颜色完全生成。

9. 当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色瓶槽中，关上遮光盖。




10. 按 ZERO，屏幕将显示：0.000 mg/L Mn。

11. 将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示锰的含量，单位为 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，钴 | 20mg/L。 |
| 镉 | 10mg/L。 |
| 钙 | 1000mg/L的$CaCO_3$。 |
| 铜 | 50mg/L。 |
| 铁 | 25mg/L。 |
| 铅 | 0.5mg/L。 |
| 镁 | 300mg/L的$CaCO_3$。 |
| 镍 | 40mg/L。 |
| 锌 | 15mg/L。 |

## 锰 0 ~ 20.0 mg/L 高碘酸氧化法 HR

1.在 HACH PROGRAM 下，选择高含量锰程序编号 2250，按 ENTER。
，

2.屏幕显示：HACH PROGRAM： 2250 Manganese, HR，波长自动调节为525 nm。

3. 往比色瓶中装入10 mL样品。
注：为了验证精确性，用5.0 mg/L锰标准溶液代替样品。

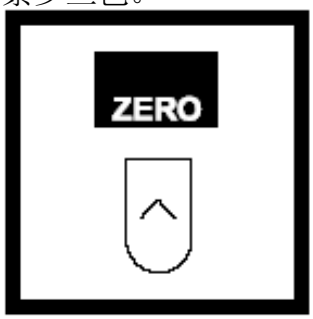
4.加入一包柠檬酸锰缓冲粉包 ，混合。

5. 加入一包高碘酸钠粉包到比色瓶中（待测样品），混合。
注：如存在锰将呈现紫罗兰色。

6. 按START TIMER.，开始2分钟计时。

7.往另一个比色瓶中装入10mL样品。

8. 当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色瓶槽中，关上遮光盖。




9. 按 ZERO，屏幕将显示：0.0 mg/L Mn。

10. 计时器鸣叫后8分钟内，将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示锰的含量，单位为mg/L。

注：结果可用高锰酸($MnO_4^-$)或高锰酸钾($KMnO_4$)形式。

干扰

以下物质在超过下面所列浓度下可能干扰。

| 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 | 超过试剂的缓冲能力而需要预处理。 |

# 汞 0.1~2.5ug/L 冷蒸气浓缩法

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 过硫酸钾，搅拌至溶解。

5. 加入 4.0g 过硫酸钾，搅拌至溶解。

6.盖上玻璃盖，在试剂溶解后，加热至90度。

7.搅拌并 90 度加热两小时。

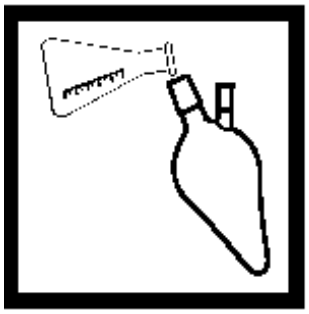
8.冷却至室温。

9.把冷却的样品放在搅拌器上，开动搅拌器。

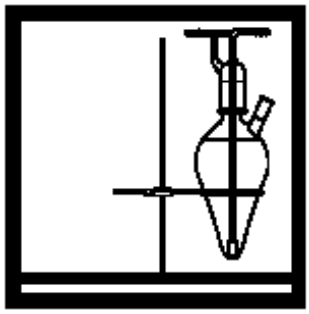
10.分次加入 0.5g 氢氯羟胺直至紫色消失，每次加药等30 秒观察紫色有否消失。

11.移开搅拌子。

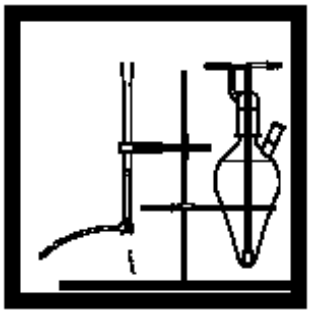
12.样品准备好，进入冷蒸气分离和浓缩程序。



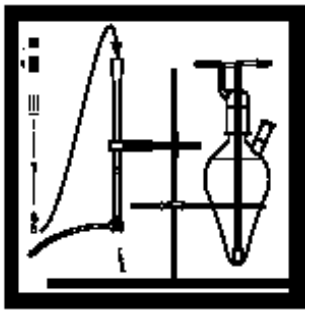
13.把消化后样品倒入冷蒸气洗瓶。
注：样品应含有0.1 to 2.5 µg Hg.



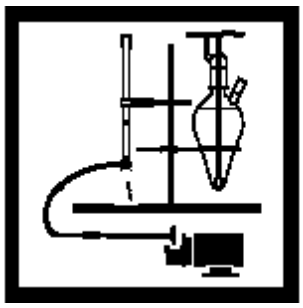
14.把洗瓶放上支架上，盖上盖子，等待连接汞吸收管。



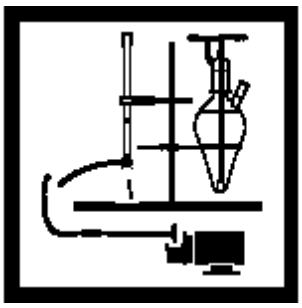
15.将100-mL锥形烧瓶与吸收管相连。



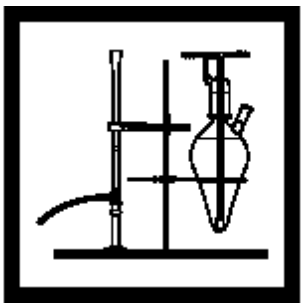
16.吸量8ml HgEx Reagent B到吸收管。



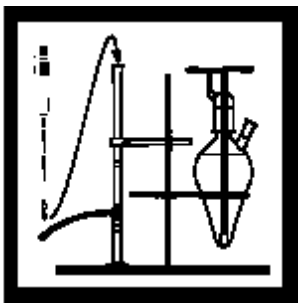
17.开动真空泵，使吸收管真空，加入大部分HgEx Reagent B于锥形烧瓶。



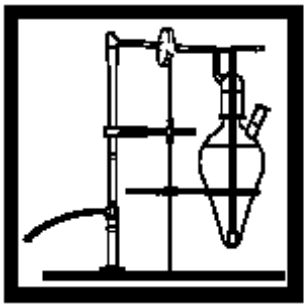
18.当HgEx Reagent B滴入吸收管时，快迅停止抽真空（大约十秒后），不要让太多空气进入吸收管。



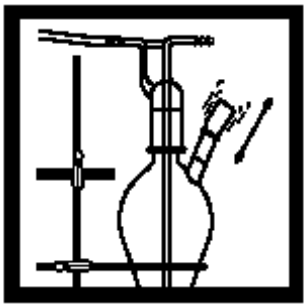
19.移开锥形烧瓶，接上10ml接收器。



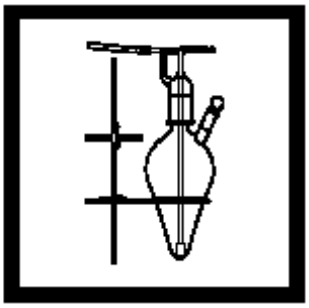
20.吸2mlHgEx Reagent C入吸收管。



21.用一个玻璃弯头连接吸收管和洗气瓶。

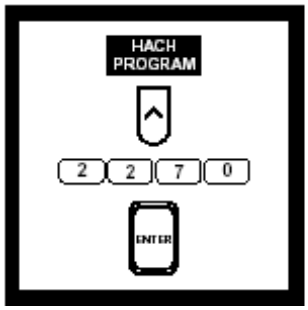


22.摇动HgEx Reagent A试剂瓶，从瓶颈口加入洗气瓶。
注：HgEx Reagent A试剂瓶内没沉淀，不需摇动。



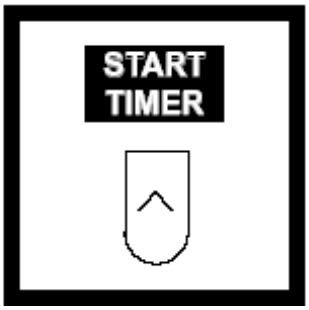
23.塞上加药口。

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。

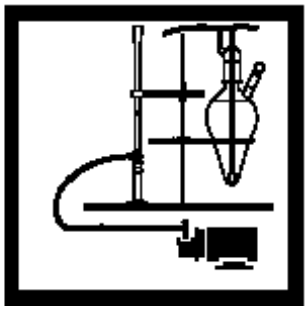



25. 在 HACH PROGRAM 下输入程序编 2270 按 ENTER。

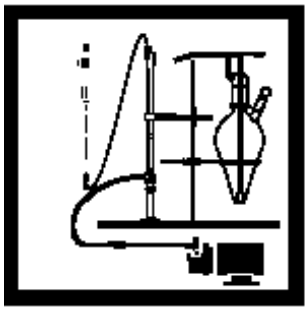
26. 屏幕将出现 HACH PROGRAM: 2270 Cold Vapor Mercury 自动调整波长至 412nm。



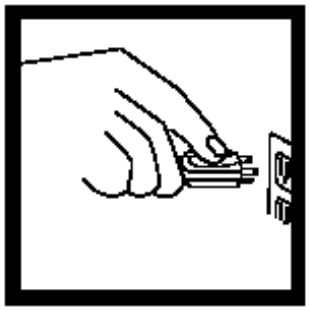

27.按下 5 分钟反应时间，保持气泡产生。(1-5 升/分钟)



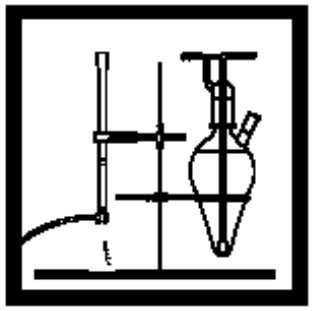
28.反应时间到后，断开玻璃弯头，保持开着真空泵。



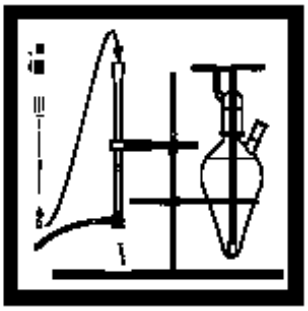
29.加入 8ml HgEX B 试剂到汞吸收柱，将吸附的汞析出，继续抽真空使 HgEX B 试剂析出到接收瓶中。



30. 当接收瓶到达 10ml，停止抽真空。



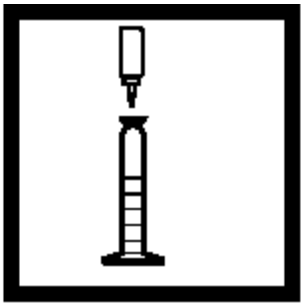
31.将接收瓶移走，改换另一个 100ml 锥形瓶到吸收管下。



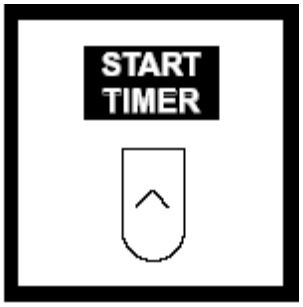
32.加入 3ml 的 HgEX B 试剂到汞吸收管内，利用重力流的方式保持吸收管的湿润。

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。



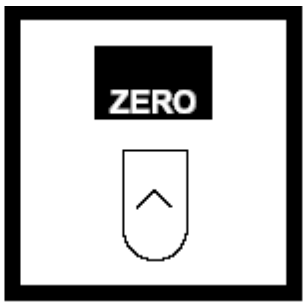
35.加入 8 滴 HgEX 5 试剂，并摇匀。




36. 按下 START TIMER，进行反应 2 分钟。

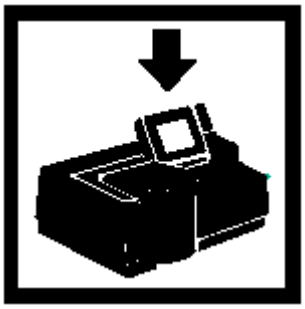
37.将分析水样倒入比色瓶中。

38.当计时完成，将比色瓶放于比色槽，盖上盖。




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。



41.将上一步得水样置于比色槽中，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。

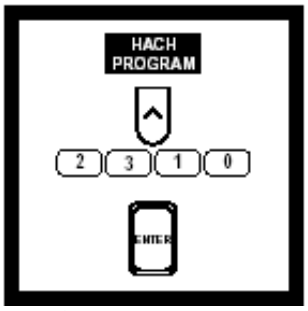
表1 干扰测试溶液矩阵

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

另外，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 ～ 50.0 mg/L 琉醋酸法 HR




1. 在HACH PROGRAM，选择高含量钼程序编号2310，按ENTER。
注：用玻璃或塑料瓶收集样品。必须立即分析样品。

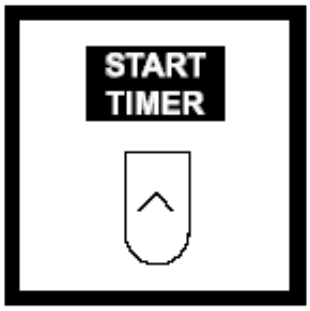
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM： 2310 Molybdenum, HR，波长自动调节为420nm。

3. 往比色瓶中装入10 mL样品。
注：为了验证精确性，用10.0 mg/L钼标准溶液代替样品。
注：过滤浑浊样品。

4. 加入一包MolyVer 1试剂粉包，混合。

5. 加入一包MolyVer 2试剂粉包，混合。

6. 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。




7. 按START TIMER.，开始5分钟计时。

8.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）。

9. 将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。

10. 按 ZERO，屏幕将显示：0.0 mg/L $Mo^{6+}$。

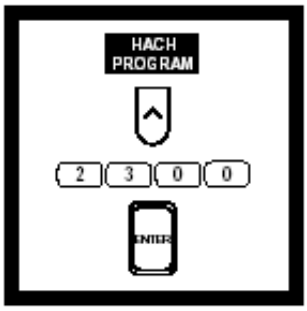
11. 将待测试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示钼（$Mo^{6+}$）的含量，单位为 mg/L。

注：结果可用钼酸盐($MoO_4^{2-}$)或钼酸钠($Na_2MoO_4$)的形式。

干扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
| --- | --- |
| 铝，铁，镍 | 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。 |
| 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 | 超过试剂的缓冲能力而需要样品预处理。 |

## 钼，钼酸盐0 ～ 3.00 mg/L 三元复合法LR




1. 在 HACH PROGRAM下，选择低含量钼、钼酸盐程序编号2300，按ENTER。
注：采样后立即分析样品。

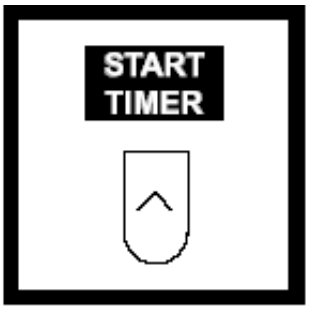
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM： 2300 Molybdenum, LR，波长自动调节为610 nm。

3. 往25-mL混合量筒中装入 20 mL 样品，待测。
注：为了验证精确性，用2.0 mg/L钼标准溶液代替样品。
注：分析前过滤浑浊样品。

4. 加入一包钼1试剂粉包到量筒中，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。
注：量筒中余下的样品用于步骤8和9作为空白试样。

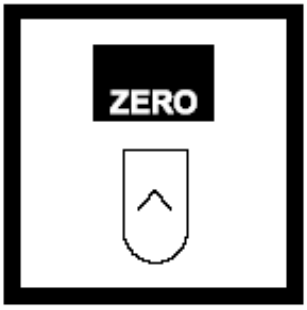
6. 加入0.5 mL钼2试剂到比色瓶中，混合。此为进一步的样品。
注：钼会引起溶液呈现绿色。




7. 按 START TIMER，开始 2 分钟计时。

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，关上遮光盖。




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

11. 将进一步的样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示钼的含量，单位为mg / L。
注：结果可用钼酸盐或钼酸钠表示。

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 (磷酸盐) | 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 |
| 磷酸盐 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 |
| 磷酸盐 | 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

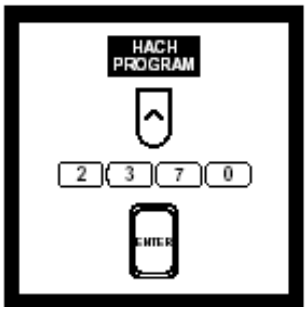
高缓冲样品或极端样品pH　　可能超过试剂的缓冲能力而需要样品预处理。

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 |
| 镁 | 8,000 mg/L |
| 锰 | 1,600 mg/L |
| 镍 | 250 mg/L |
| PBTC（磷酸盐） | 500 mg/L |
| 硫酸盐 | 12,800 mg/L |
| 锌 | 400 mg/L |

# 镍 0～1.000 mg/L 1-(2 Pyridylazo)-2-Naphthol (PAN) 法



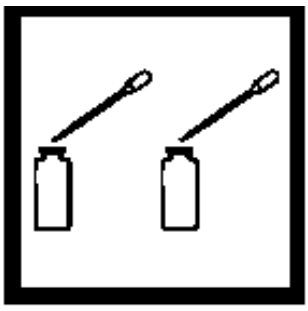

1. 在HACH PROGRAM下，选择镍的程序编号2370，按ENTER。
注：分析前调节保存样品的pH。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 2370 Nickel, PAN，波长自动调节为560 nm。

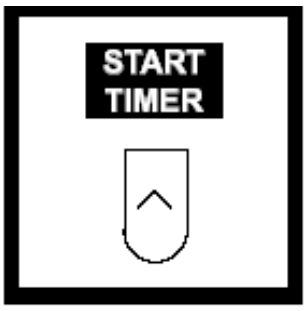
3. 往一个带玻璃塞子的比色瓶中装入样品至25mL刻度。（待测样品）。
注：如果样品温度低于10 ℃,分析前加热到室温。
注：为了验证精确性，用 0.5 mg/L镍标准溶液代替样品。

4. 往另一个带玻璃塞的比色瓶中装入去离子水至25mL刻度。（空白试样）。

5. 往每个管中分别加入一包邻苯二甲酸盐-磷酸盐试剂粉包，盖好盖子，立即摇晃使粉末溶解。
注：如样品含有铁($Fe^{3+}$)，必须待所有粉末完全溶解后才继续步骤6。



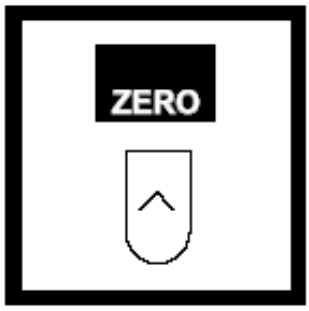
6. 往每个管中分别加入1.0 mL0.3% PAN指示剂溶液，倒转几次，混合。
注：用提供的塑料点滴器。




7. 按 START TIMER，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。

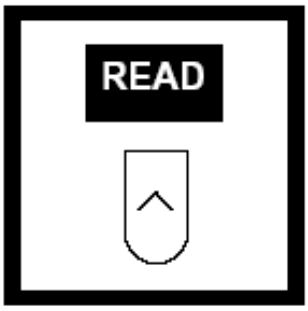
8.当计时器鸣叫时，往每个管中分别加入一包EDTA试剂粉包，盖好盖子，摇晃使粉末溶解。

9. 将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。




10. 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。

11. 将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。

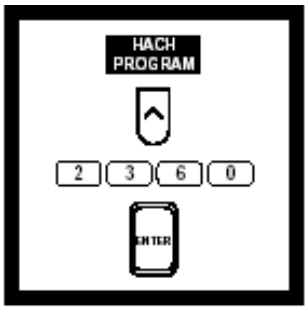



12. 按 READ，仪器将读取560 nm和 620 nm下样品的浓度值。读取完毕，屏幕将显示镍的含量，单位为mg/L。
注：测定钴的浓度可用相同的待测样品，用 HACH METHOD 程序下的 1600 程序。

干扰
以下物质超过表中所列的浓度时会干扰.

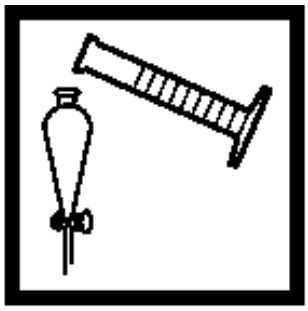
| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| $Al^{3+}$ | 32 mg/L |
| $Ca^{2+}$ | 1000 mg/L(CaCO3) |
| $Cl^{-}$ | 8000 mg/L |
| 螯合剂 | 所有水平上均干扰。用Digesdahl或强烈消化消除干扰. |
| $Cr^{3+}$ $Pb^{2+}$ $Cd^{2+}$ $F^{-}$ | 20 mg/L |
| $Cr^{6+}$ | 40 mg/L |
| $Cu^{2+}$ | 15 mg/L |
| $Fe^{3+}$ | 10 mg/L |
| $Fe^{2+}$ | 直接干扰，不能存在。 |
| $K^{+}$ | 500 mg/L |
| $Mg^{2+}$ | 400 mg/L |
| $Mn^{2+}$ | 25 mg/L |
| $Mo^{6+}$ | 60 mg/L |
| $Na^{+}$ | 5000 mg/L |
| $Zn^{2+}$ | 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 0 ~1.80 mg/L Ni Heptoxime法

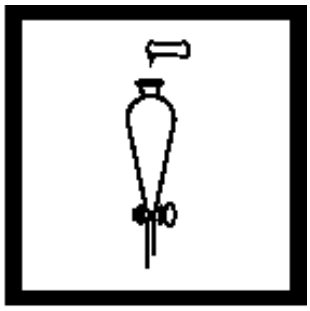



1. 在 HACH PROGRAM下，选择镍的程序编号2360，按ENTER。
注：分析前调节保存样品的pH。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM ： 2360 Nickel,Heptoxime 波长自动调节为430 nm。



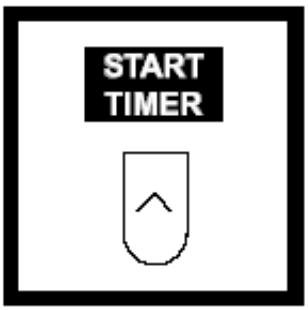
3.用500ml的量筒量取300mL样品，倒入500mL分液漏斗中。
注：如果样品温度低于10 ℃ ，分析前加热到室温。
注：为验证精确性，用 1.0 mg/L镍标准溶液代替样品。



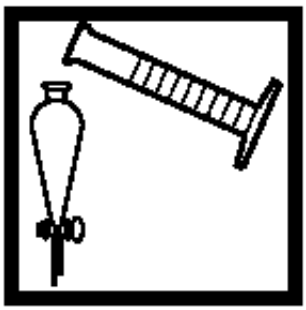
4. 加入一包镍1试剂粉包到漏斗中，盖好盖子，摇晃混合。

5 按 START TIMER，开始5分钟计时。

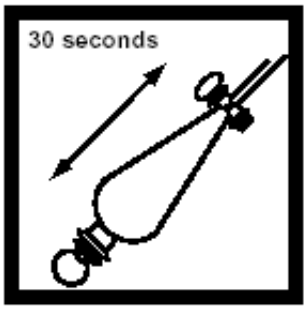
6. 当计时器鸣叫时，加入一包镍2试剂粉包到漏斗中，盖好盖子，摇晃混合。



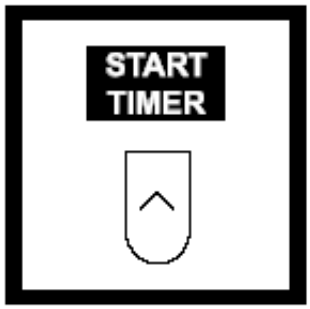

7 按 START TIMER，开始5分钟计时。



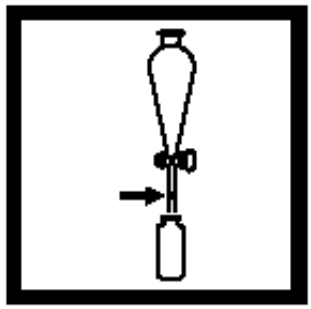
8. 当计时器鸣叫时，加入10 mL 氯仿，盖上盖子，轻轻摇晃，倒转。使尖部朝上并不能对着旁人，打开活塞通气。




9. 关上活塞，摇晃30秒。



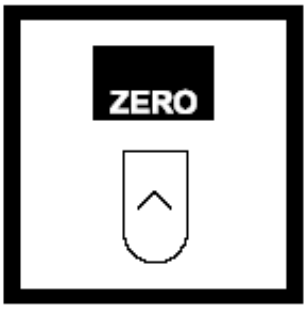

10. 按 START TIMER，开始5分钟计时。在此期间摇晃漏斗几次。



11. 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）到一个比色瓶中（待测样品），盖好盖子。

12. 用10mL氯仿再重复步骤8到11两次。
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。
注：萃取液的最终体积应大约25mL，是由于氯仿在水中微溶。
注：旋转比色瓶混合萃取物。

13. 往另一个比色瓶中装入25mL氯仿（空白试样），盖好盖子。将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。




14. 按ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L Ni。

15. 将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示镍的含量，单位为mg/L。

干扰

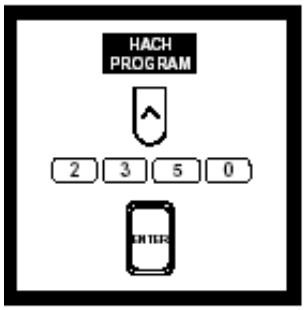
钴，铜和铁的干扰可以通过在步骤4中加入额外的镍1试剂粉包来克服。这些干扰的容忍量列于下表中：

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，自身催化　0 ～ 8.00 g/L 光度法




1. 在 HACH PROGRAM.下，选择自身催化镍的程序编号2350，按ENTER。

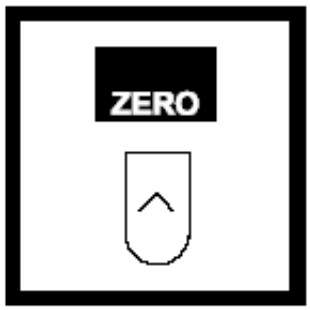
2. 屏幕显示 HACH PROGRAM ： 2350 Nickel,Autocatal 波长自动调节为720nm。

3. 往一个比色瓶中装入10mL去离子水（空白试样）。

4. 往另一个比色瓶中装入10mL电解质试样。
注：过滤浑浊样品。
注：为了验证精确性，用 1000 mg/L (1.00 g/L) 的镍标准溶液代替样品。

5. 加入一包钾1试剂粉包到样品中（待测样品），盖好盖子并摇晃使粉末溶解。

6. 将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。



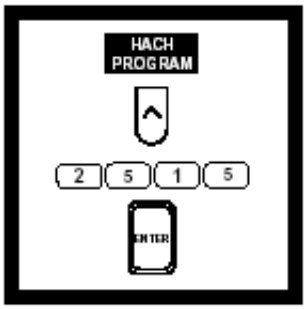

7. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 g/L $Ni^{2+}$。

8. 将待测样品放入样品管槽，关上遮光盖。屏幕将显示镍的含量，单位为mg/L。

注：当加入钾 1 试剂时，看到浑浊生成，用 1：1 去离子水稀释样品并重复步骤 5。将步骤 8 所的的结果乘以 2。

干扰
铜，所有水平上均干扰，显示出蓝色。

## 硝-氮　0 ～ 0.50 mg/L $NO_3$—N 镉还原法

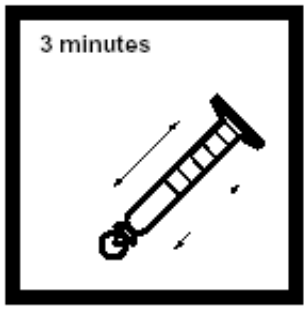



1. 在HACH PROGRAM下，选择低含量硝酸盐程序编号2515，按ENTER。
注：分析前调节样品的pH。

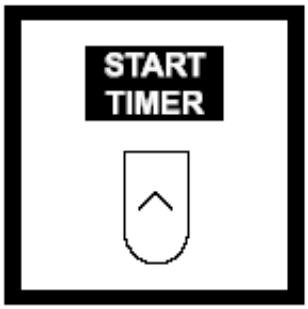
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 2515 N, Nitrate LR，波长自动调节为507nm。

3. 往25mL混合量筒中加入15mL样品。
注：为了验证精确性，用 0.2 mg/L 的硝酸盐-氮标准溶液代替样品。

4. 加入一包NitraVer 6试剂粉包到量筒中，盖好盖子。



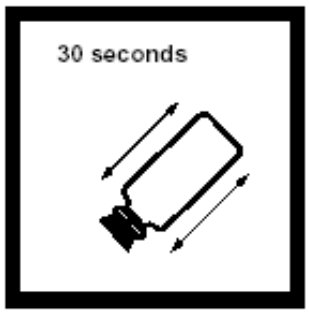

5. 按START TIMER，剧烈摇晃量筒3分钟。



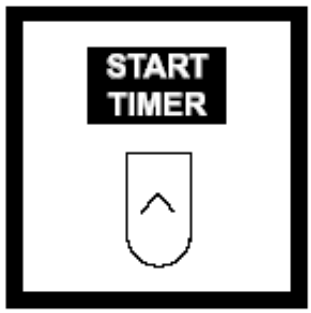

6. 当计时器鸣叫，按START TIMER，开始2分钟计时。
注：NitraVer6溶解后会留下未氧化金属的沉淀物，该沉淀物不影响结果。

7. 当计时器鸣叫时，小心将10mL样品倒入一个干净的比色瓶中。注意不要转移镉的微粒。

8. 加入一包NitriVer 3 亚硝酸盐试剂粉包到比色瓶中（待测试样），盖上盖子。



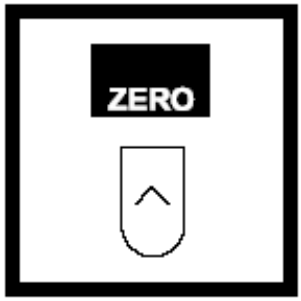

9. 按 START TIMER，轻轻摇晃比色瓶30秒。
注：如存在硝酸盐将呈粉红色。




10. 按 START TIMER，开始 15 分钟的计时。

11. 当计时器鸣叫时，往另一个比色瓶中装入10mL原始样品（空白试样）。

12.将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。




13. 按ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L $NO_3$—N。

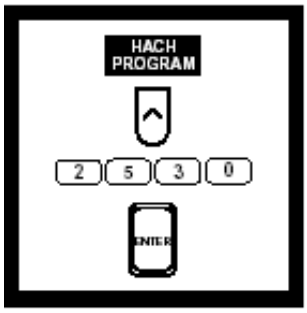
14. 将待测试样放入比色瓶槽并关上遮光盖。屏幕将显示硝酸盐-氮的含量，单位为mg/L。

干扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 钙 | 100 mg/L |
| 氯化物 | 氯化物浓度大于100 mg/L将使结果偏低。该测试可用于高氯化物含量（海水）的测定，但需要用同样氯化物浓度的标准溶液作校准。 |
| 三价铁 | 所有水平。 |
| 亚硝酸盐 | 所有水平。该方法测量样品中存在的硝酸盐和亚硝酸盐。如存在亚硝酸盐，应对样品作亚硝酸盐-氮测试（程序 #2610）。按下法对硝酸盐-氮样品进行预处理，然后从LR硝酸盐-氮测试中减去所测得的亚硝酸盐的总量。<br>1. 在步骤3中逐滴加入30-g/L的溴水到样品中直到呈现黄色。边滴加边混合。<br>2. 加入一滴30-g/L的苯酚溶液使颜色腿去。<br>3. 继续LR硝酸盐-氮程序。 |
| PH | 高缓冲样品或极端样品pH可能超出试剂的缓冲能力而需要样品预处理。 |
| 强氧化或还原性物质 | 在所有水平上均干扰。 |

## 硝酸盐-氮　0～30.0 mg/L $NO_3$ —N　HR镉还原法

## 粉包

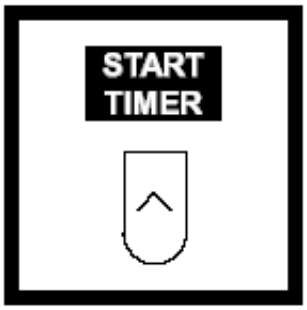



1. 在HACH PROGRAM下，选择高含量硝酸盐程序编号2530，按ENTER。
注：分析前调节样品的pH。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 2530 N, Nitrate HR，波长自动调节为500nm。

3. 往比色瓶中加入10 mL样品。

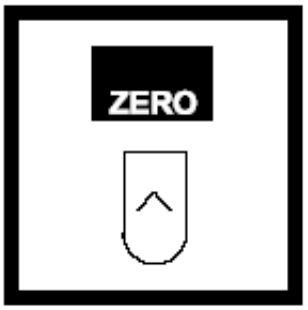
4. 加入一包NitraVer 5硝酸盐试剂粉包（待测试样），盖上盖子。




5. 按START TIMER，强烈摇晃比色瓶直到计时器1分钟的计时结束。

6. 当计时器鸣叫，按START TIMER，开始5分钟的计时。
注：如存在硝酸盐-氮，将呈琥珀色。

7. 当计时器鸣叫时，往另一个比色瓶中装入10mL样品（空白试样），将空白放入比色瓶槽。




8. 按ZERO，屏幕显示：0.0 mg/L $NO_3$—N。

注： NitraVer5溶解后会留下未氧化金属的沉淀物，该沉淀物不影响结果。
注：摇晃的时间和技术影响颜色的生成。为了得到最准确的结果，对10 mg/L的硝酸盐-氮标准溶液进行连续测定，调整摇晃时间得到正确的结果。

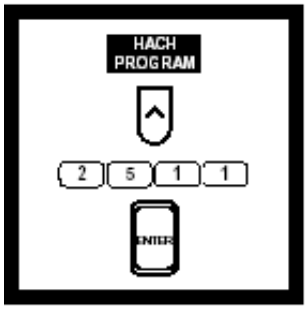
9. 将待测试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示硝酸盐-氮的含量，单位为mg/L。

注：在计时器鸣叫后1分钟内测量样品。
注：结果可用$NO_3^-$（mg/L）来表达，按OPTIONS，然后FORM：浏览可供选择的选项。

干扰

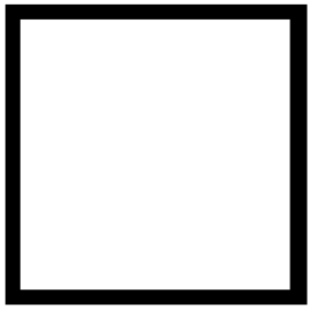
| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 氯化物 | 氯化物浓度大于100 mg/L将使结果偏低。该测试可用于高氯化物含量（海水）的测定，但需要用同样氯化物浓度的标准溶液作校准。 |
| 三价铁 | 所有水平。 |
| 亚硝酸盐 | 所有水平。按下法补偿亚硝酸盐的干扰：<br>1. 步骤3中逐滴加入30-g/L的溴水到样品中直到呈现黄色。边滴加边混合。<br>2. 加入一滴30-g/L的苯酚溶液使颜色腿去。<br>3. 继续步骤4。结果报告为总的硝酸盐和亚硝酸盐。 |
| pH | 高缓冲样品或极端样品pH可能超出试剂的缓冲能力而需要样品预处理。 |
| 强氧化性或还原性物质 | 在所有水平上均干扰。 |

## 硝酸盐-氮 0 ~ 30.0 mg/L $NO_3$—N 铬变酸法Test 'N Tube™ Vials HR

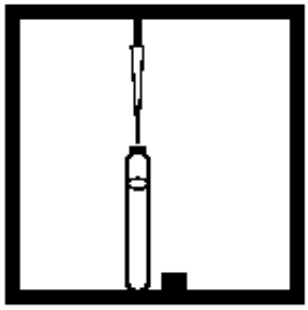



1. 在HACH PROGRAM下，选择硝酸盐，TNT程序编号2511，按ENTER。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM： 2511 N, Nitrate HR TNT，波长自动调节为410 nm。

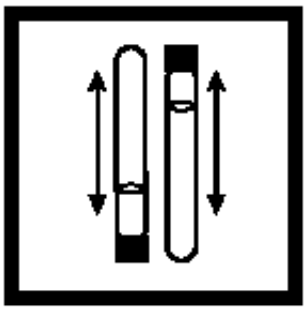


3. 往比色瓶模块中插入测试适配器，并用螺帽固定。



4. 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）。

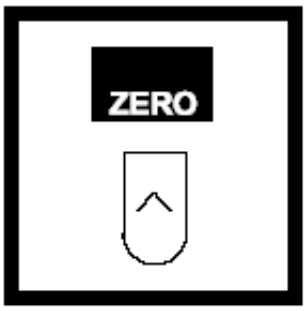
注：为了验证精确性，用15 mg/L硝酸盐-氮标准溶液代替样品。
注：对此测试测定试剂空白。用不含硝酸盐的水代替样品。从所有的测试结果中减去该试剂空白值。每换一种新的试剂测定一次试剂空白。



5.盖上管盖，倒转10次混合。

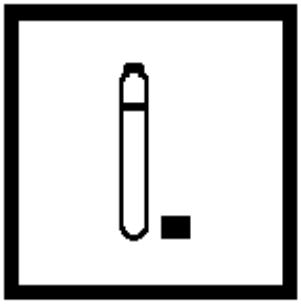
6.用毛巾清洁瓶子的外侧。
注：用湿毛巾擦，然后用干毛巾擦，可除去指纹或其他印痕。

7.将样品空白放入比色瓶槽，关上遮光盖。

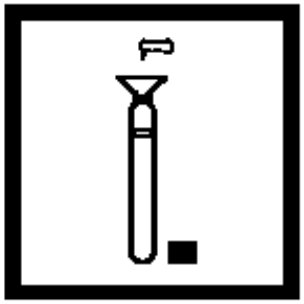



8.按ZERO，屏幕将显示：0.0 mg/L $NO_3$—

注：该测试对操作手法敏感，如果不按照指示，将产生偏低的结果。垂直放置管，让盖子朝上。倒转瓶子使盖子朝下。等所有溶液到达盖子这一端，停止。使瓶子回复到原始状态。等所有溶液到达瓶底。这样完成了一次的倒转，照这样做10次。

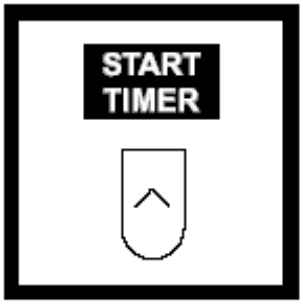


9. 从仪器中取出瓶子，拿走盖子。



10. 用漏斗加入一包NitraVer X试剂B粉包到瓶子中。盖上盖子并倒转10次混合。(待测试样)。

注：有不溶物质。




11. 按 START TIMER，开始5分钟计时。不要再翻动瓶子。
注：如存在硝酸盐-氮，将呈现黄色。
注：计时器鸣叫后5分钟内完成步骤12-13。

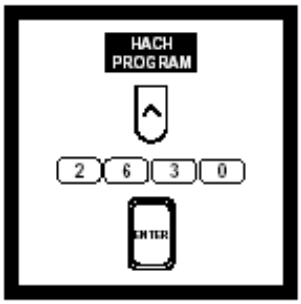
12. 当计时器鸣叫时，用毛巾清洁瓶子的外侧。

13. 将待测试样放入比色瓶槽并关上遮光盖。屏幕将显示硝酸盐-氮的含量，单位为mg/L。
注：计时器鸣叫后5分钟内测量样品。
注：结果可用 $NO_3^-$（mg/L）来表达，按 OPTIONS，然后 FORM：浏览可供选择的选项。

干扰

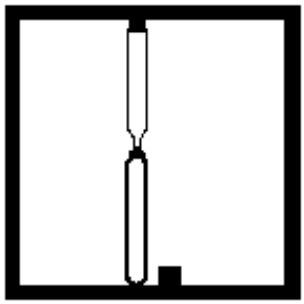
| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 钡 | 浓度大于1 mg/L产生负干扰。 |
| 氯化物 | 低于1000 mg/L不干扰。 |
| 硬度 | 不干扰。 |
| 亚硝酸盐 | 浓度大于12 mg/L产生负干扰。去除100mg/L以内的亚硝酸盐干扰可加入400mg尿素到10mL样品中。混合溶解。继续常规的硝酸盐测试。 |

## 亚硝酸盐 0 ～0.5000 mg/L $NO_2$—N TNT LR重氮化法

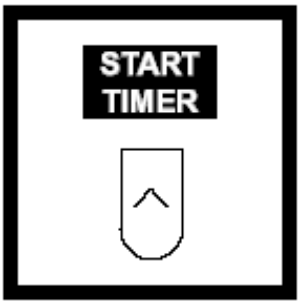



1. 在HACH PROGRAM下，选择TNT法程序编号2630，按ENTER。

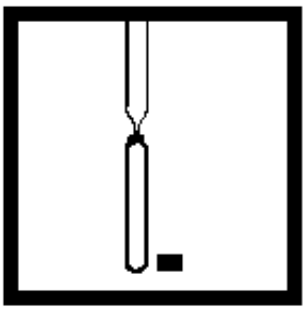
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM： 2630 Nitrite, TNT，波长自动调节为507 nm。



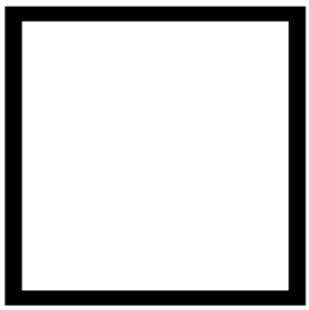
3. 往一个TNT NitriVer 3亚硝酸盐瓶子中装入5 mL样品，盖上盖子，摇晃使粉末溶解。此为待测试样。
注：为了验证精确性，用0.2500 mg/L硝酸盐-氮标准溶液代替样品。
注：如存在亚硝酸盐-氮，将呈现粉红色。




4.按START TIMER，开始20分钟计时。



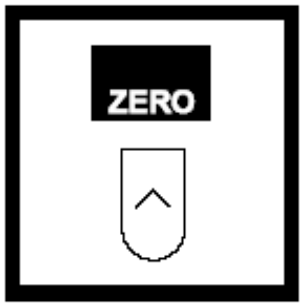
5. 当计时器鸣叫时，往空白的TNT瓶子中装入5 mL样品（空白试样）。



6. 往比色瓶模块中插入TNT适配器，并用螺帽固定。

7. 用毛巾擦瓶子的外侧。
注：用湿毛巾擦，然后用干毛巾擦，可除去指纹或其他印痕。
注：以去离子水调整试样体积。

8. 将空白试样放入比色瓶槽。




9. 按 ZERO，屏幕显示：0.0000 mg/L $NO_2$—N。

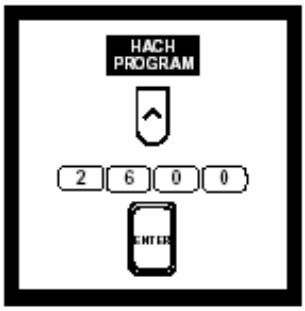
10. 将待测试样放入比色瓶槽并关上遮光盖。屏幕将显示以氮表示的亚硝酸盐的含量，单位为 mg/L。

注：结果可用 $NO_2^-$（mg/L）来表达，按 METHOD OPTIONS，然后 FORM：浏览可供选择的选项。按 ENTER 回到读数屏幕。

干扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 锑离子，金离子，铋离子，氯铂酸盐离子，三价铁离子，铅离子，汞离子，Metavanadate离子，银离子 | 由于引起沉淀而干扰。 |
| 亚铜离子 | 引起读数偏低。 |
| 亚铁离子 | 引起读数偏低。 |
| 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。 |
| 强氧化性和还原性物质 | 所有水平上均干扰。 |

## 亚硝酸盐 0 ~ 250 mg/L $NO_2$–亚硫酸盐 HR 1 mg/L $NO_2$

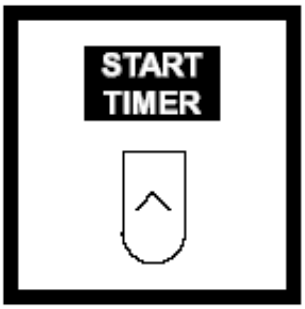



1. 在HACH PROGRAM下，选择高含量亚硝酸盐程序编号2600，按ENTER。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM ： 2600 Nitrite, HR，波长自动调节为585 nm。

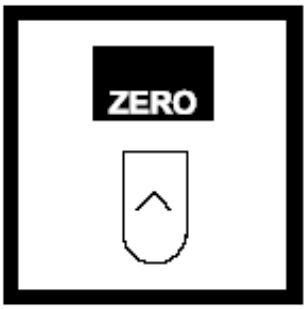
3. 往比色瓶中装入10 mL样品。
注：为了验证精确性，用200 mg/L亚硝酸盐标准溶液代替样品。

4. 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）。
注：如存在亚硝酸盐将呈现棕绿色。

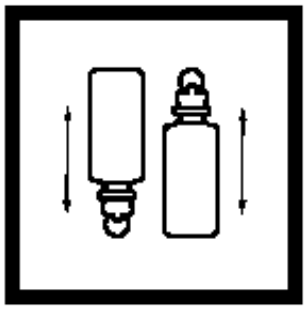



5. 按START TIMER，开始10分钟反应计时。此时必须使样品平放并不再受到搅动，否则将使结果偏低。

6. 往另一个比色瓶中装入10 mL样品（空白试样），将它放入比色瓶槽。




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. 将待测试样放入比色瓶槽并关上遮光盖。屏幕将显示$NO_2^-$的含量，单位为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。

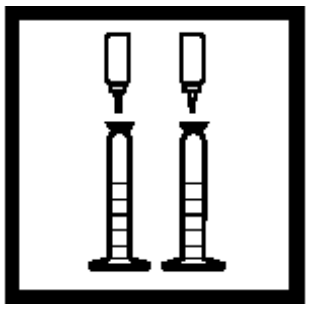
# 氨氮 0 ~ 2.500 mg/L NH3-N Nessler 法

1.按 HACH Program 功能键,再输入 2400 后，按下 Enter 键，即进入氨氮分析程序。

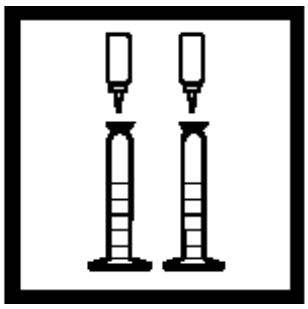
2、屏幕将显示 HACH Program：2400N，Ammcnia Nessler 分析波长自动选择至 425nm。

3、将 25ml 水样装至量筒内，做为待测瓶。

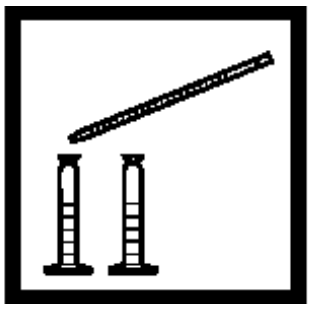
4、另一量筒则装入 25 ml 去离子水，做为空白瓶。



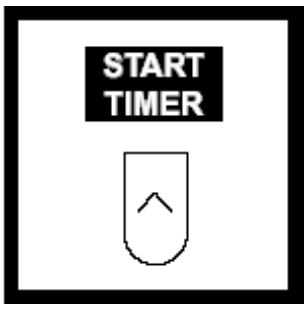
5、滴入 3 滴 Mineral Stabilizer 药液于二量筒内，加上塞子，激烈摇晃之。



6、滴入 3 滴 Polyvinyl Alcohol Dispersing Agent 于二量筒内，加上塞子，激烈摇晃之。



7、加入 1 ml Nessler Reagent 药液于二量筒内，加上塞子，激烈摇晃之。（如果氨氮存在，会有黄色呈色出现）。




8、按下 Start Timer 功能键，进行 1 分钟计时。

9、将二量筒内溶液分别倒入二个比色瓶内。

10、当 1 分钟计时完毕，会有哔哔数声，此时把空白瓶置入比色槽内，合上盖子。

11、按下 Zero 功能键，屏幕将显示 0.000mg/L N $NH_3$。

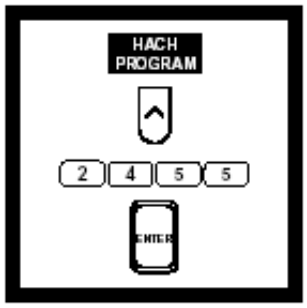
12、以待测瓶置换空白瓶，合上盖子，屏幕即显示水样中氨氮含量。

干扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
| --- | --- |
| 氯 | 对250 mL样品中每 mg/L Cl加入2滴亚砷酸钠可除去余氯，可用硫代硫酸钠代替亚砷酸钠。参阅下面的“采样、贮存和保存”。 |
| 硬度 | 溶液含有500 mg/L $CaCO_3$和相当500 mg/L $CaCO_3$的 Mg不干扰。如果硬度的浓度超过以上范围，加入一些Mineral Stabilizer. |
| 铁 | 由于与Nessler试剂生成浑浊，在所有水平上干扰。 |
| 海水 | 可在分析前加入1.0 mL（27滴）Mineral Stabilizer，其与海水中高浓度镁结合，但由于高氯化物含量，测试灵敏度下降30%。为了得到最佳结果，用相当于氯化物浓度的标准进行校准，或如下法蒸馏样品。 |
| 硫化物 | 由于与Nessler试剂生成浑浊，在所有水平上干扰。 |
| 氨基乙酸，不同的脂肪和芳香胺，有机氯胺，丙酮，乙醛和乙醇 | 可能引起出现绿色或其它偏离的颜色或浑浊，如果存在这些化合物，蒸馏样品。 |

# 氨氮 0 ~ 0.80 mg/L 水杨酸法

## 粉包



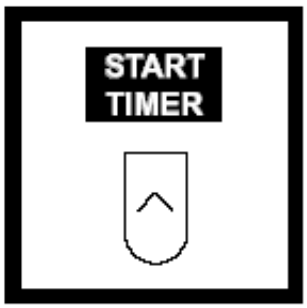

1. 在HACH PROGRAM下，选择氨氮的程序编号2455，按ENTER。

2.屏幕显示：HACH PROGRAM: 2455 N, Ammonia Salic，波长自动调节为655nm。

3. 往一个带玻璃塞的比色瓶中装入样品至25mL刻度。
注：为了验证精确性，用0.60 mg/L的 $NH_3$-N 溶液代替样品。

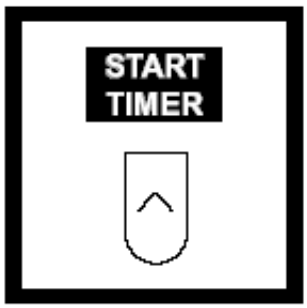
4. 往另一个带玻璃塞子的比色瓶中装入去离子水至25mL刻度（空白试样）。

5. 分别加入一包Ammonia Salicylate粉包到每个瓶中，盖上盖子，摇晃使粉末溶解。



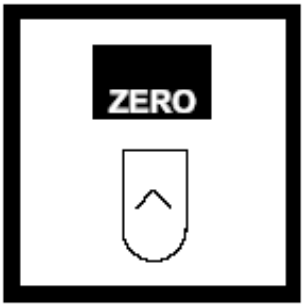

6. 按 START TIMER，开始3分钟计时。

7. 当计时器鸣叫时，分别加入一包Ammonia Cyanurate试剂粉包到每个瓶中，盖好盖子，摇晃使粉末溶解。




8. 按START TIMER，开始15分钟计时。.
注：如果存在氨氮，将显示绿色。

9. 当计时器鸣叫后，将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。




10. 按ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L $NH_3$-N 。

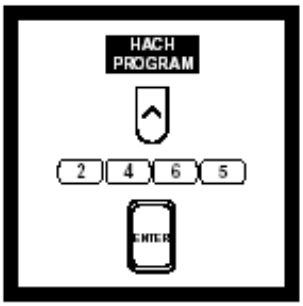
11. 将待测试样放入比色瓶槽，关上遮光盖，屏幕将显示氨氮的含量，单位为mg/L。

注：结果可表示为mg/L 量的氨(NH3)或 mg/L 量的铵($NH_4^+$)。

干扰

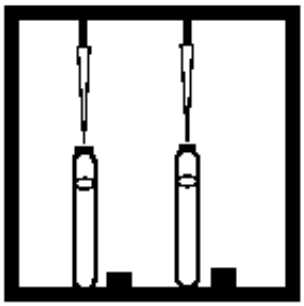
| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 钙 | 大于1000 mg/L的$CaCO_3$。 |
| 铁 | 所有水平干扰。按下法校正铁干扰：<br>1. 用总铁程序的方法测量样品中铁的含量。<br>2. 令步骤3中不含氨的水中有相同的铁浓度，干扰可除去。 |
| 镁 | 大于6000 mg/L的$CaCO_3$。 |
| 硝酸盐，磷酸盐 | 大于100 mg/L |
| 亚硝酸盐 | 大于12 mg/L的$NO_2^-$-N。 |
| 硫酸盐 | 大于300 mg/L的$SO_4^{2-}$。 |
| 硫化物 | 硫化物会加深颜色。按下法除去干扰：<br>1.量取约350mL样品到500mL锥形瓶中。<br>1. 加入一包硫化物抑制剂试剂粉包，混合。<br>2. 用折叠滤纸过滤样品。<br>3. 用步骤3中的滤液。 |
| 其它物质 | 不常见干扰，如联氨和氨基乙酸会引起待测样颜色加深，浑浊和颜色会出现错误的偏高值。严重干扰的样品需要蒸馏。 |

## 氨氮 0 ～ 50.0 mg/L 水杨酸法TNT瓶 HR

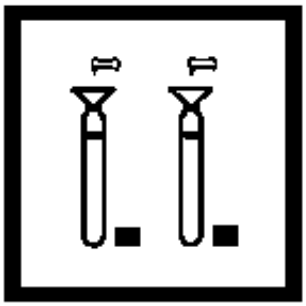



1. 在HACH PROGRAM下，选择高含量氨氮TNT法程序编号2465，按ENTER。
注：分析前调节样品的pH。

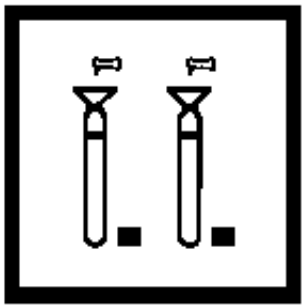
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 2465 N, Ammonia HR TNT，波长自动调节为655nm。
注：为了验证精确性，用10mg/L氨氮标准溶液代替样品。



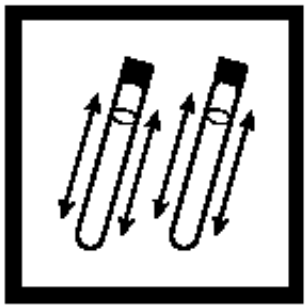
3. 打开两个AmVer稀释试剂高含量瓶的盖子，加入0.1 mL 不含氨的水到其中一瓶中（空白试样），加入0.1mL样品到另一瓶中（待测试样）。
注：对极端pH的非保存样品，参阅“干扰”部分。
注：少量样品不一定能代表整个样品，测试前混合样品或从样品中取不同的部分重复测试。



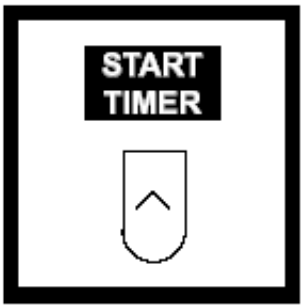
4. 分别加入一包氨水杨酸盐试剂粉包（用于5mL样品）到每个瓶中。



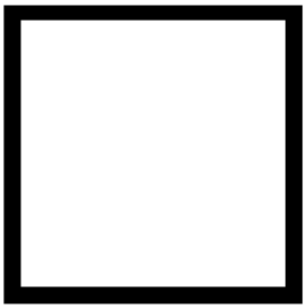
5. 分别加入一包氨氰尿酸盐试剂粉包（用于5mL样品）到每个瓶中。



6. 把瓶盖盖严实，强烈摇晃，使粉末溶解。
注：如存在氨将显示绿色。

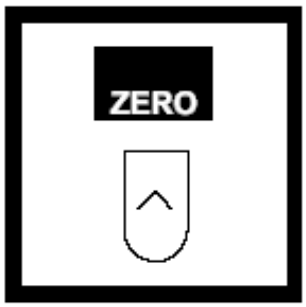



7. 按START TIMER，开始20分钟计时。



8. 将测试管适配器放入比色瓶槽中，并用螺帽固定。

9. 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，关上遮光盖。
注：先用湿毛巾，后用干毛巾，可除去指纹和其它印痕。

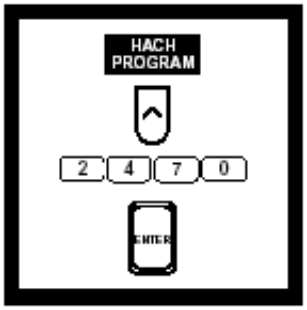



10. 按 ZERO，屏幕显示：0.0 mg/L $NH_3$—CN。

11. 将待测样品放入样品瓶槽，关上遮光盖，屏幕将显示氨氮的含量，单位为mg/L。
注：结果可用氨($NH_3$)来表示。

## 氮,一氯胺和游离氨 0.00 ~ 0.50 mg/L $NH_2Cl$—N 水杨酸法

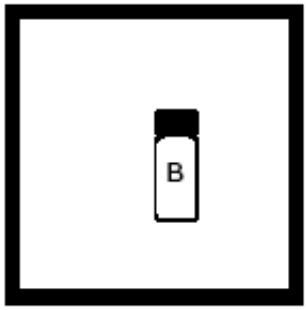
## 粉包




1. 在HACH ROGRAM下，选择一氯胺和游离氨的程序编号2470，按ENTER。
注：为了得到最佳结果，收集后立即分析样品。
注：同样的程序编号适用于粉包和安培瓶。

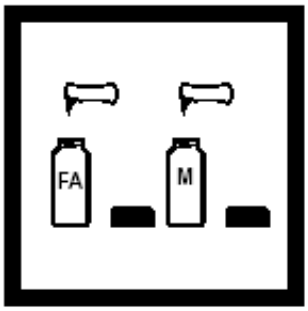
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM： 2470 N, Monochloramine，波长自动调节为655nm。

3. 往3个圆的比色瓶中分别装入10-mL样品，其中一个管标记为“空白试样”，一个标记为“游离氨”，另一个标记为“一氯胺”。
注：为了验证精确性，测试0.50 mg/L的$NH_3$—N溶液。参阅“精确度检查”部分。

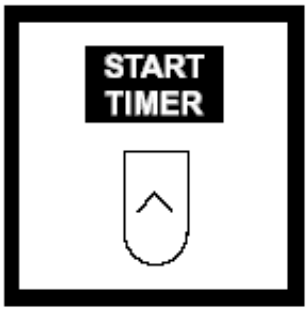



4. 盖上标记为“空白试样”的比色瓶，不加任何东西。

5. 检测游离氨，加入一滴次氯酸盐溶液到标记为“游离氨”的比色瓶中，盖上盖子混合。
注：偶尔摇一下次氯酸盐溶液的瓶子使溶液分配均匀。
注：游离氨为样品中的氨和铵根，用样品中存在的一氯胺校正。



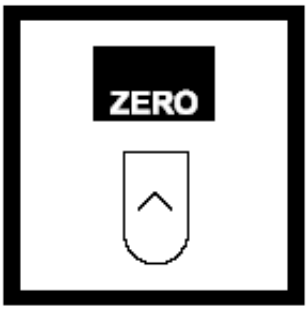

6. 迅速加入一包一氯胺试剂粉包到标记为“游离氨”的比色瓶中，加入另一包到标记为“一氯胺”的比色瓶中。盖上盖子，摇晃瓶子使粉末溶解。




7. 按START TIMER，开始15分钟计时。擦去比色瓶上的指纹、液体等。

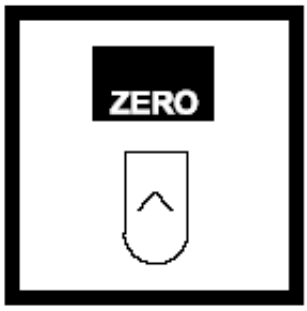
8. 将安培瓶适配器插入比色瓶模块，用螺帽固定。
注：安培瓶适配器用于10-mL 圆比色瓶。

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：-0.01 mg/L $NH_2Cl$—N。

11.将“一氯胺”的比色瓶放入比色瓶槽。关上遮光盖。屏幕将显示一氯胺的氮含量，单位为mg/L。
注：让比色瓶留在槽里等待下一步骤。




12. 按ZERO，屏幕显示：-0.01 mg/L $NH_2Cl$—N。

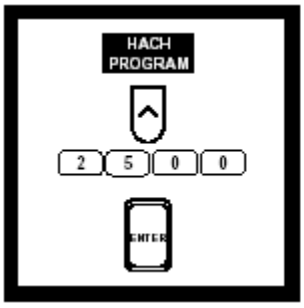
注：结果可用 $Cl_2$、$NH_3$ 的 N, $NH_2Cl$ 的 N 或 $NH_3$（mg/L）来表达，按 OPTIONS，然后 FORM：浏览可供选择的选项。

13. 将“游离氨”比色瓶放入比色瓶槽，关上遮光盖，屏幕将显示氨的氮含量，单位为mg/L。
注：如游离氨和一氯胺的结果总计超过 0.50 mg/L的氮，为了得到最佳结果，用稀释过的样品重复测试。参阅“精确度检查”部分。
注：结果可用$Cl_2$、$NH_3$的N, $NH_2Cl$ 的 N 或 $NH_3$（mg/L）来表达，按OPTIONS，然后FORM：浏览可供选择的选项。

干扰
少量的不同物质的混合物会造成测试干扰。为了估计样品中的干扰影响，进行“精确性检查，标准添加方法”。

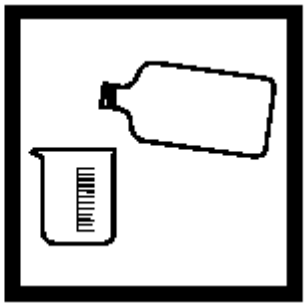
| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 空气中的氨污染物 | 引起读数偏高。比色瓶、大口杯和其他容器在使用前用多余的样品液冲洗。样品、溶液和去离子水会积累空气中的氨。 |
| 钙 | 3000 mg/L 的 $CaCO_3$ |
| Chlorine demand,non-ammonia | 大于2 mg/L的$Cl_2$ |
| 镁 | 大于1600 mg/L的$CaCO_3$ |
| 硫酸盐 | 大于900 mg/L 的 $SO_4^{2-}$ |

## 硝-氮，0.0 ～ 10.2 mg/L $NO_3$—N UV直读法



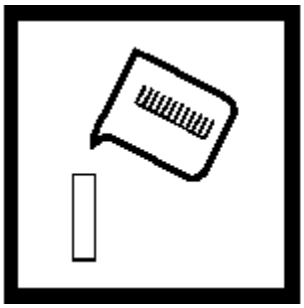

1. 在HACH PROGRAM下，选择硝酸盐，UV直读法程序编号2500，按ENTER。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 2500 N, Nitrate，波长自动调节为220nm。



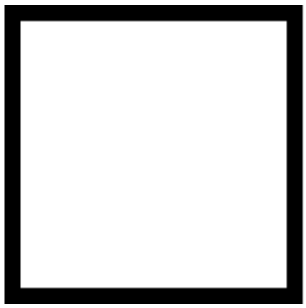
3. 在100mL大口杯中收集50 mL澄清的样品。
注：分析前须将浑浊样品过滤。
注：为了验证精确性，用10.0 mg/L硝酸盐-氮标准溶液代替样品。

4. 加入1 mL 1.0 N的盐酸标准溶液到大口杯中，混合。



5. 往 1-cm 石英比色皿中装入样品。

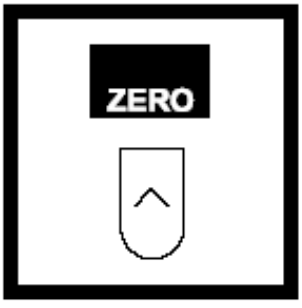
6. 往1-cm 石英比色皿中装入去离子水（空白试样）。



7. 将1-cm比色皿适配器插入比色瓶间隔箱中。

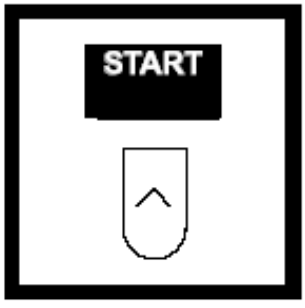
8. 将空白试样放入比色瓶槽中，关上遮光盖。

注：结果可用$NO_3^-$（mg/L）来表达。




9.按 ZERO，仪器将以 220 nm 和 275 nm 调零。

10.当得到提示后，将样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。



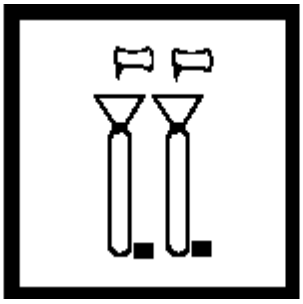

11. 按START，仪器在220和275 nm波长下读数。完成后，屏幕将显示样品中的硝酸盐-氮含量。

干扰

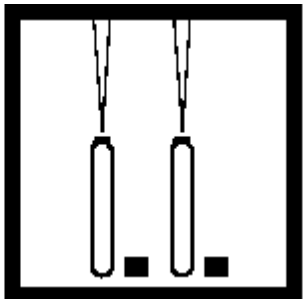
| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
| --- | --- |
| 氯酸盐 | 可能干扰。 |
| $Cr^{6+}$，$NO_2^-$，可溶有机物质，表面活性剂 | 所有水平。 |
| 悬浮微粒 | 过滤除去。 |

# 总氮 0~25mg/L N（TNT 法）

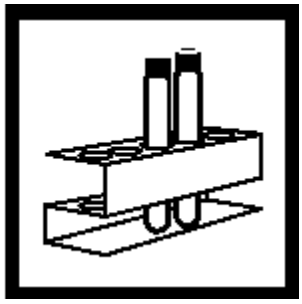
1、打开 COD 加热器，预热至 105℃左右。



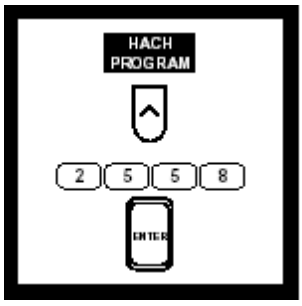
2、取 2 支#26717-25 总氮氧代剂试管，并各加 1 颗 #26718-49 总氮过硫代物药丸于其内。



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，做为空白组旋紧盖子后，充分摇晃 30 秒，放入 COD 加热器内，加热 30 分钟。

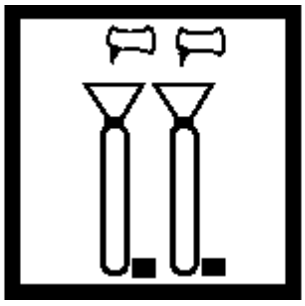


4、加热 30 分钟后，从加热器上取下二比色管待其冷却至室温。

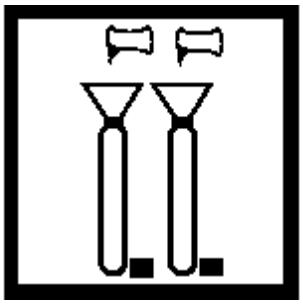



5、使用 HACH Program 功能键，再输入 2558 后按下 Enter 键，即进入总氮分析程序。

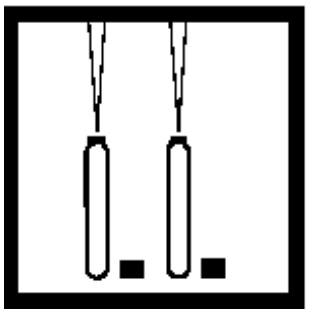
6、屏幕将显示 HACH Program 2558 N..，分析波长自动选择至 410nm。



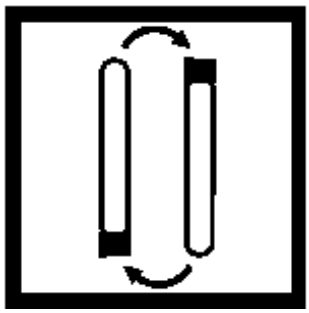
7、打开已冷却的二比色管盖子，再各加入 1 颗 #26719-49 药丸，再旋紧盖子，摇晃 15 秒后，按下 Start Timer 功能键，进行 3 分钟计时。



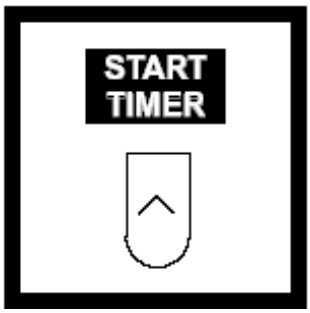
8、待 3 分钟过后，再打开二比色管盖子，再各加入 1 颗 #26720-49 药丸，再旋紧盖子，摇晃 15 秒后，按下 Start Timer 功能键，进行 2 分钟计时。PS. 此时溶液应呈黄色。



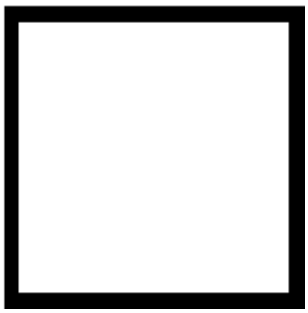
9、待 2 分钟过后，打开此二比色管盖子，从待测组内取 2ml 消化液至比色管内做为待测管；另从空白组内取 2ml 消化液至另一比色管，做为空白管。



10 、 将 2 支 #26701-25 比色管合上盖子，并上下翻转 10 次。

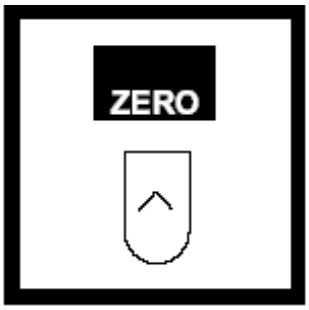



11 、 按 下 Start Timer 功能键，开始 5 分钟计时。



12、将 TNT 承座装入 DR/4000 比色槽内并固定之。

13、待 5 分钟过后，将空白管置入比色槽内合上盖子。




14、按下 Zero 功能键，屏幕将显示 0mg/L N。

15、以待测管擦拭干净。

16、以待测管置换空白管，合上盖子，屏幕即显示水样总氮含量。

注：NITRGEN，TOTAL 总氮 HL (TNT 法 10-150mg/L N)使用 Hach 程序 2559.

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 |

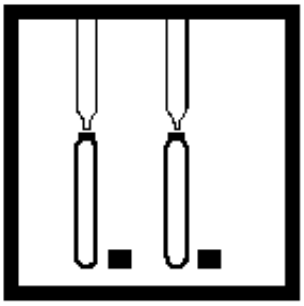
使浓度改变10%的干扰物质

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

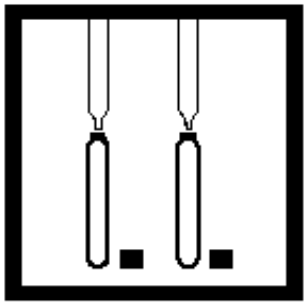
# 总无机氮 0~25.0 mg/L N 三氯化钛还原法TNT瓶，需要离心

1. 在 HACH PROGRAM下，选择总无机氮TNT的程序编号2550，按ENTER。
注：分析前调节样品的pH。

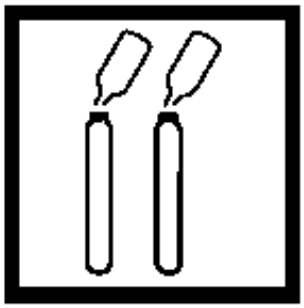
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 2550 N, Inorganic TNT，波长自动调节为655nm。



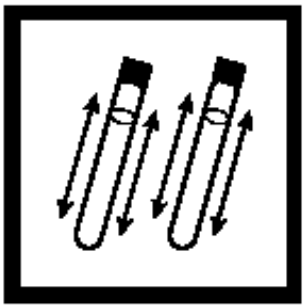
3. 分别移取1 mL总无机氮预处理碱式浓缩液到两个总无机氮预处理稀释瓶中。



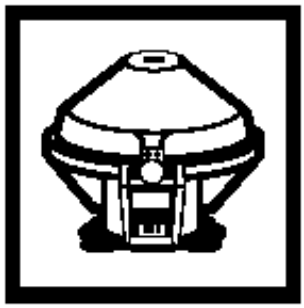
4. 移取1 mL样品到一个瓶中（样品），移取1mL去离子水到另一瓶中（空白试样）。盖好瓶盖，摇晃30秒混合。



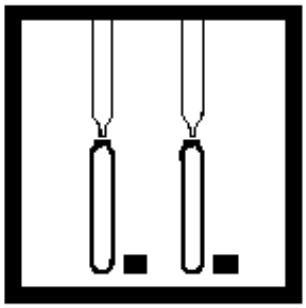
5. 从两个总无机氮还原剂安培瓶中分别倒出内容物到样品和空白的TIN稀释瓶中。注：为了安全，打开安培瓶时戴上手套。
注：立即会形成黑色沉淀。



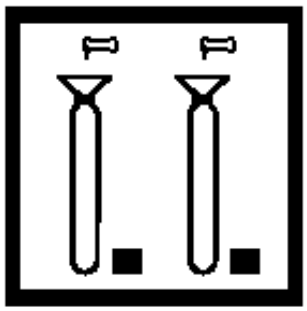
6. 盖上瓶盖，轻轻摇晃30秒使试剂混合。让瓶静置至少一分钟。
注：摇晃后沉淀应依然是黑色，过分摇晃会生成白色沉淀，结果偏低。



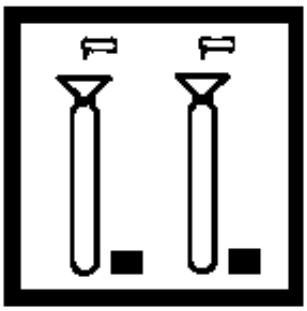
7. 让瓶离心3分钟或等固体沉到瓶底。按START TIMER，开始3分钟计时。
注：不离心，固体都会沉下来，但需要30分钟左右。



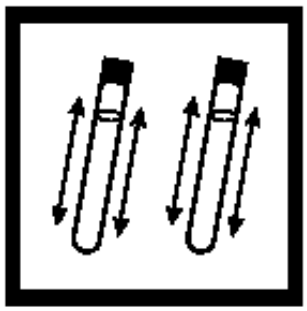
8. 取走两个用于低含量氨氮的AmVer稀释试剂测试管的瓶盖，用移液管加入2mL离心后的样品到其中一个管中，加入离心后的空白到另一个管中。作上相应的标记。.
注：小心移取，避免搅动沉淀。



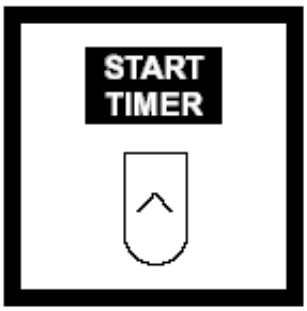
9. 用漏斗分别加入一包氨水杨酸试剂粉包（用于5mL样品）到每个瓶中。



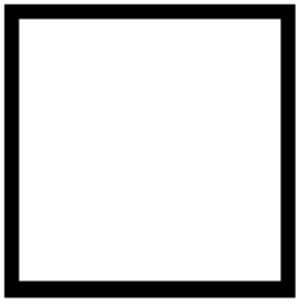
10. 用漏斗分别加入一包氨氰尿酸盐试剂粉包（用于5mL样品）到每个瓶中。



11. 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。




12. 按START TIMER，开始20分钟计时。



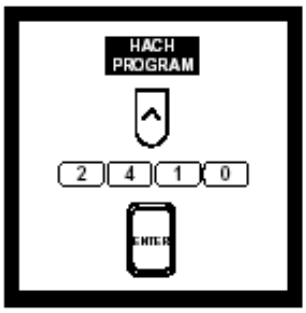
13. 将测试管适配器放入比色瓶槽中，并用螺帽固定。

14. 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，关上遮光盖。

15. 按 ZERO，屏幕显示：0.0 mg/L N。

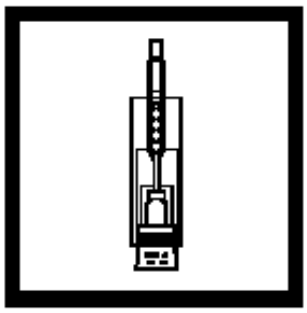
16. 将待测样品放入样品瓶槽，关上遮光盖，屏幕将显示总无机氮的含量，单位为mg/L。
注：结果可用氨(NH3)或$NO_3^-$来表示。

# 总凯氏氮 0~150.0 mg/L Nessler法(需要消化)

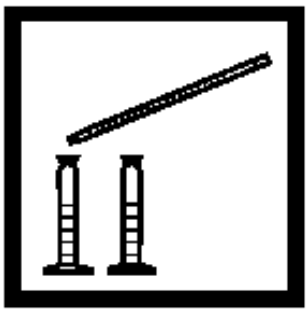



1.在 HACH PROGRAM下，选择总凯氏氮程序编号2410，按ENTER。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 2410 Nitrogen, TKN，波长自动调节为460nm。



3. 消化所需量的样品，消化相同量的去离子水作为空白。

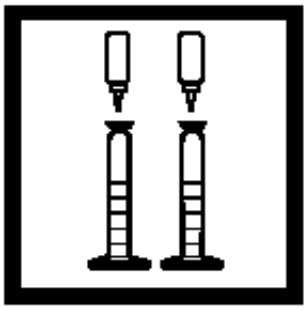


4. 选择消化样品的适当的分析体积，分别移取分析体积量的样品和空白到相应的25mL混合量筒中。

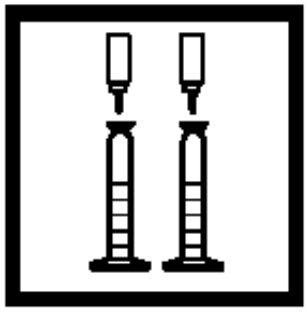
5. 分别加入一滴TKN 指示剂到每个量筒中，加入几滴8.0 N KOH 到每个量筒中直到第一次闪现蓝色，盖好盖子，每次加入试剂后充分混合。
注：如分析体积少于1mL，不加KOH，进行步骤6。

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。

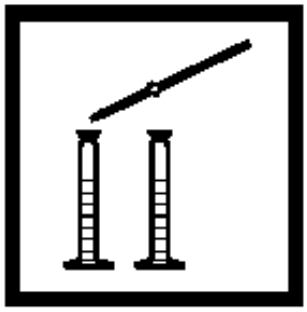


8. 分别加入3滴Mineral Stabilizer到量筒中，盖好盖子。混合。

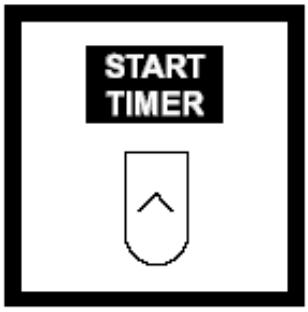


9. 分别加入3滴 Polyvinyl Alcohol Dispersing 试剂到量筒中，盖好盖子，混合。

10. 往两个量筒中都装入去离子水至25mL刻度。 盖好盖子，混合。



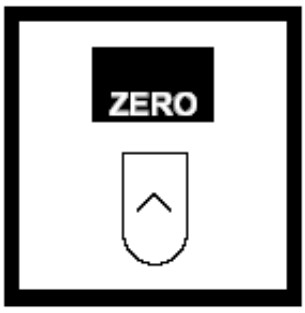
11.分别移取1.00 mLNesslers试剂到量筒中，盖好盖子，混合。溶液不应浑浊。浑浊会引起错误结果。




12. 按START TIMER，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。

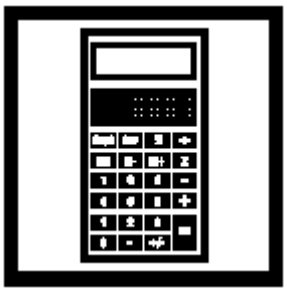
14. 将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。




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

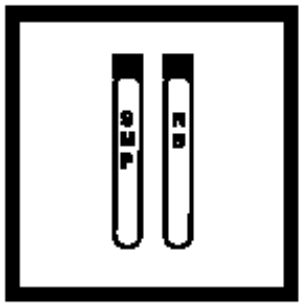
## 总有机碳　0.0 ～ 20.0 mg/L C 直读法 LR

1. 开启COD反应器，加热到103-105 ℃。将塑料罩放在反应器前面。

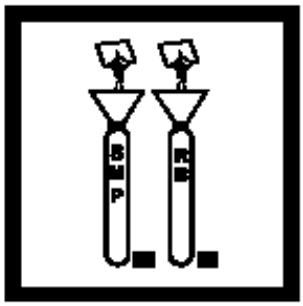
2. 用量筒加入10mL样品到50-mL的带搅拌棒的锥形瓶中。

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。

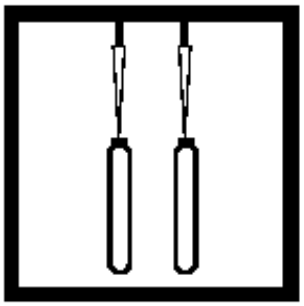
4. 将锥形瓶放在搅拌台上，用中速搅拌10分钟。



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。

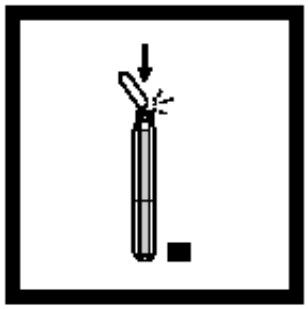


6. 用漏斗各加入一包 TOC Persulfate 粉包到酸消化瓶（无色液体）。



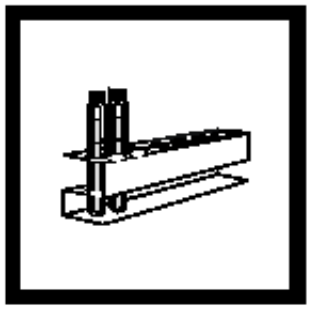
7.用TenSette 移液管分别加入3.0 mL不含有机物的水到试剂空白的瓶中，加入3.0mL待测试样到样品瓶中，混合。

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。

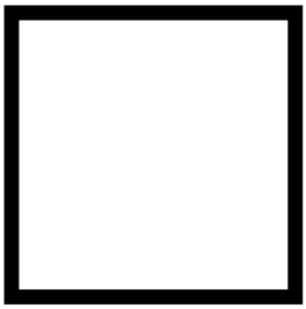


9. 将未开封的安培瓶放入酸消化瓶中，当安培瓶的刻度与酸消化瓶顶部平齐时，折断安培瓶的顶部，让其落入酸消化瓶。注：将安培瓶插入后，不要反转或倇斜组合瓶，以防止指示剂与酸消化瓶中的试剂混合。

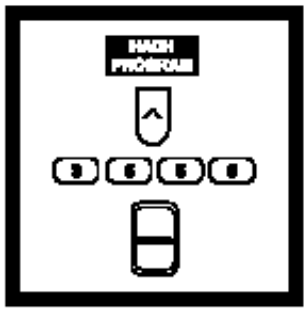
10. 把组合瓶盖严实，并将它放入COD反应器2小时，温度103-105 °C.



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。

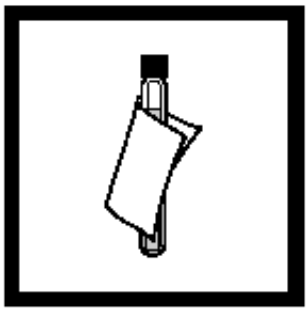


12. 将TNT适配器插入比色瓶模块，并用螺帽固定。



13. 在 HACH PROGRAM下，选择低含量TOC法程序编号3655，按ENTER。

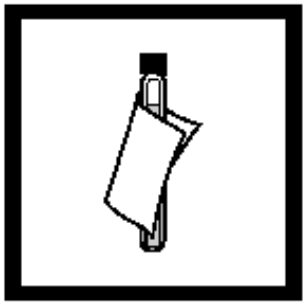
14. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 3655 TOC, LR，仪器自动选择多波长设定在598 和430 nm。



15. 用湿毛巾擦试剂空白，然后干毛巾擦，擦去指纹或其它印痕。
注：试剂空白瓶中的液体为深蓝色。

16. 将试剂空白瓶装配入适配器，关上遮光盖。

17.按 ZERO.，屏幕显示：0.0 mg/L C。



18. 用湿毛巾擦试剂空白，然后干毛巾擦，擦去指纹或其它印痕。

19. 将样品瓶装配入适配器，关上遮光盖。结果将显示 C 的含量，单位为 mg/L。

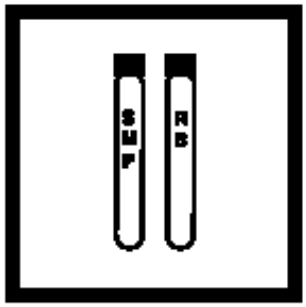
# 总有机碳　20 ~700 mg/L C 直读法 HR

1. 开启COD反应器，加热到103-105 ℃。将塑料罩放在反应器前面。

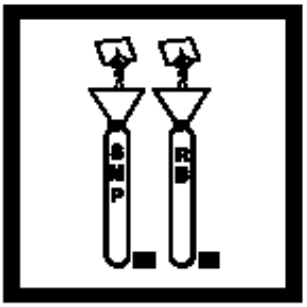
2. 用量筒加入10mL样品到50-mL的带搅拌棒的锥形瓶中。

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。

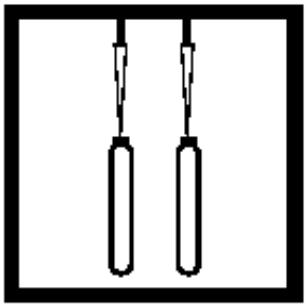
4. 将锥形瓶放在搅拌台上，用中速搅拌10分钟。




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

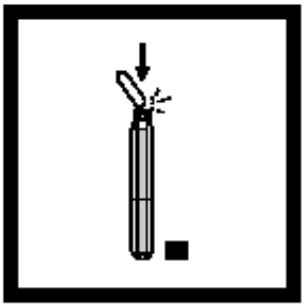



6. 用漏斗各加入一包 TOC Persulfate 粉包到酸消化瓶（无色液体）。



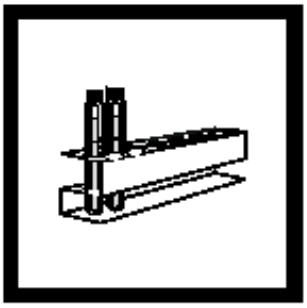
7.用 TenSette 移液管分别加入 0.3 mL 不含有机物的水到试剂空白的瓶中，加入 0.3mL 待测试样到样品瓶中，混合。

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。

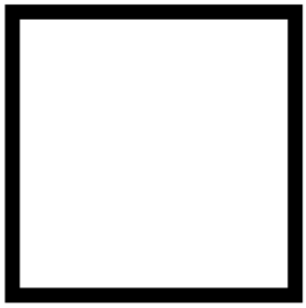


9. 将未开封的安培瓶放入酸消化瓶中，当安培瓶的刻度与酸消化瓶顶部平齐时，折断安培瓶的顶部，让其落入酸消化瓶。

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.

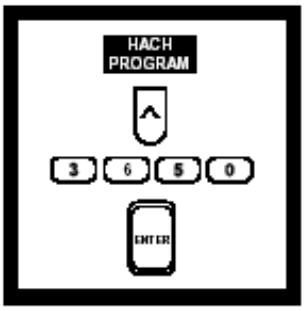


11. 小心将组合瓶从反应器中取出，将它放入试管架。为得到准确结果，让瓶子冷却1小时。



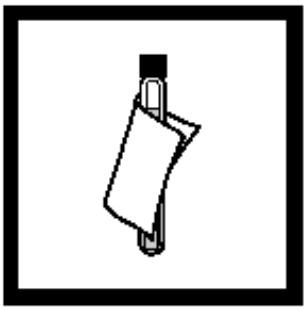
12. 将TNT适配器插入比色瓶模块，并用螺帽固定。

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。



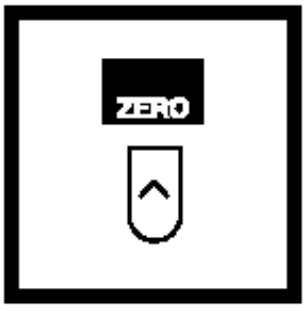

13. 在 HACH PROGRAM下，选择高含量TOC法程序编号3650，按ENTER。

14. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 3650 TOC, HR，仪器自动选择多波长设定在598 和430 nm。

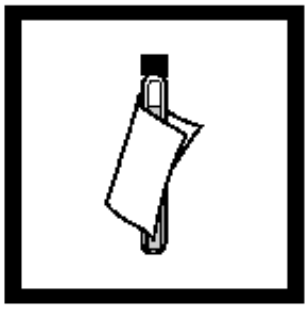


15. 用湿毛巾擦试剂空白，然后干毛巾擦，擦去指纹或其它印痕。
注：试剂空白瓶中的液体为深蓝色。

16. 将试剂空白瓶装配入适配器，关上遮光盖。



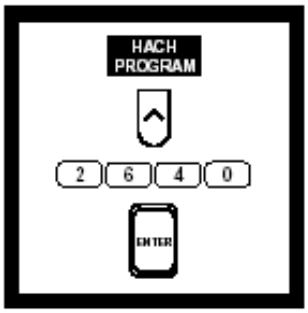

17.按 ZERO.，屏幕显示：0 mg/L C。



18. 用湿毛巾擦样品瓶，然后干毛巾擦，擦去指纹或其它印痕。

19. 将样品瓶装配入适配器，关上遮光盖。结果将显示 C 的含量，单位为 mg/L。

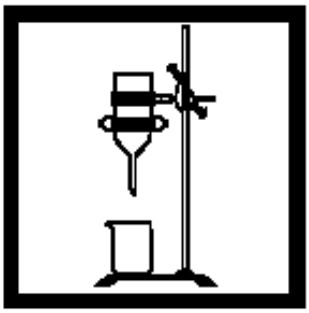
## 有机物，UV吸收直读法




1.在 HACH PROGRAM 下，选择有机物，UV-254法的程序编号2640，按ENTER。

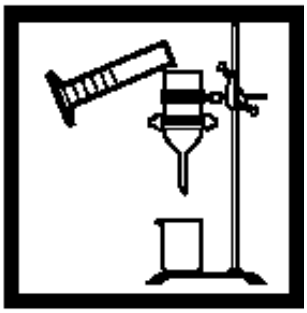
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 2640 Organics,UV-254，波长自动调节为253.7 nm。

注：如UV灯原来是“关”的状态，等几分钟让它预热和稳定。



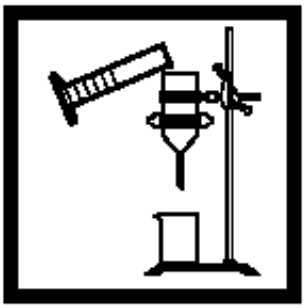
3. 安装过滤装置，包括玻璃过滤漏斗，PTFE支持板，并安装一个70mm的玻璃纤维过滤器。一定要用白色PTFE支持板。放置好滤器，有褶皱的一面向上，将其放在支持板上，并在其下面放一个干净的玻璃大口杯。

注：可使用任何非塑料的过滤装置。用0.45 μm或玻璃纤维过滤器(1-1.5 μm)。



4. 倒入至少50mL不含有机物的水到漏斗中，预清洗过滤装置。弃去过滤后的水。

注：预清洗可除去滤器中的可溶污染物。



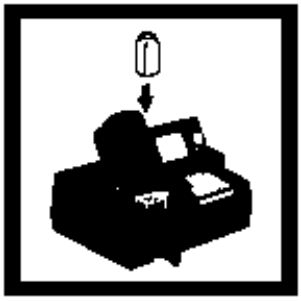
5. 倒入50 mL样品到滤器中，收集过滤过的样品。
注：样品pH应在4和10之间，如果不是，参阅“干扰”部分。

6. 用不含有机物的水清洗一个干净的1-cm石英比色皿几次。往比色皿中装入不含有机物的水（试剂空白），擦净比色瓶壁。
注：用不含有机物的水调零仪器。
注：为得到最佳结果，推荐使用 1英寸或1厘米 Flow Cell Module 或 Sipper Module。确保可满足每个最小体积要求。

7. 将一个1-cm 比色皿适配器插入比色瓶箱，将空白试样放入1-cm适配器中，关上遮光盖。
注：只能接触比色皿的粗糙侧。
注：经常用铬酸清洗比色瓶，除去痕量的有机污染物。

8. 按 ZERO，屏幕显示：0.000 $cm^{-1}$

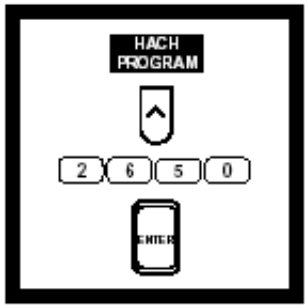
9. 倒出比色皿中的空白溶液，用过滤过的样品清洗比色皿几次。清洗后，往比色皿中装入过滤过的样品。擦管壁除去指纹。



10. 将装有样品的比色皿放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕显示每厘米吸收值。

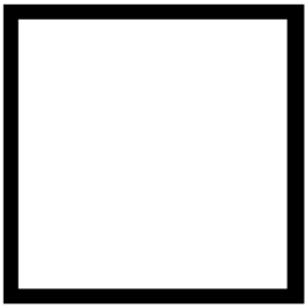
注：最适宜的结果，$cm^{-1}$ 值应落在0.005 和 0.900 之间，如果少于0.005吸收值，用 1-cm 比色皿，用 1″ Flow-Thru cell, 5-cm 或 10-cm 石英管。按 OPTIONS ，然后 FORM:按 FORM: 选择所需的比色皿路径长。屏幕将显示所选择的比色皿路径长。显示的结果（吸收值每厘米）将对所选的比色瓶路径长校正。如果 $cm^{-1}$ 结果大于0.900，用不含有机物的水精确稀释样品。用适当的稀释因子校正测试结果。

## 溶解氧, 0 ~ 1000 µg/L $O_2$ 靛蓝胭脂红法LR




1.在 HACH PROGRAM.下，选择低含量溶解氧程序编号2650，按ENTER。
注：须现场立即分析样品。

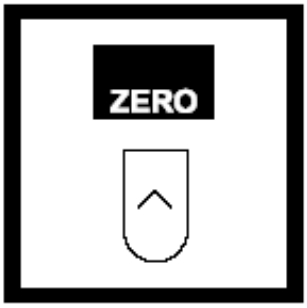
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 2650 O, Dissol. LR AV，波长自动调节为610nm。



3. 将真空安培瓶适配器放入比色瓶模块中，并用螺帽固定。

4. 往一个调零瓶子（空白试样）中装入至少10mL样品。

5. 将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。

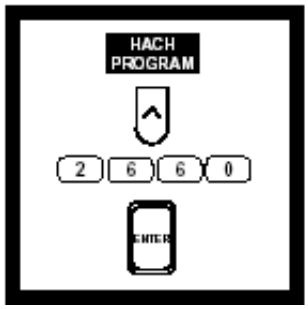



6. 按ZERO，屏幕显示0 µg/L $O_2$。

7. 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。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。

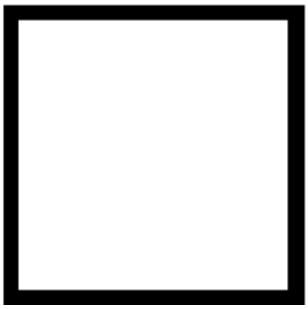
8. 立即将安培瓶放入瓶适配器，关上遮光盖，屏幕将显示溶解氧的浓度，单位为µg/L。
注：用最早的读数。读数30秒内稳定，30秒之后，瓶内的溶液会吸收空气中的氧气。

## 溶解氧　0 ~15.0 mg/L $O_2$　HRDO法HR

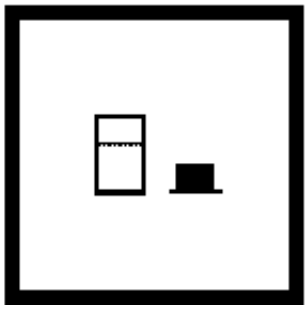



1. 在 HACH PROGRAM下，选择高含量溶解氧程序编号2660，按ENTER。
注：必须现场分析样品。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM： 2660 O, Dissol. HR AV ，波长自动调节为535nm。

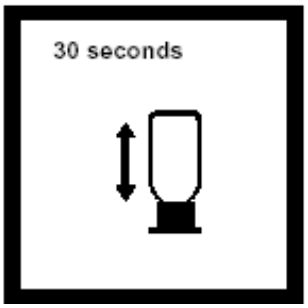


3. 将真空安培瓶适配器放入比色瓶模块中，并用螺帽固定。

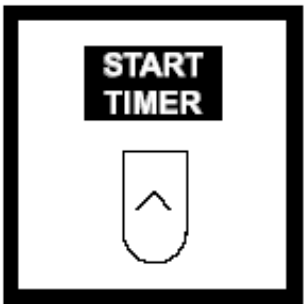


4. 往一个调零瓶子（空白试样）中装入至少10mL样品。往一个蓝色安培盖装入样品。

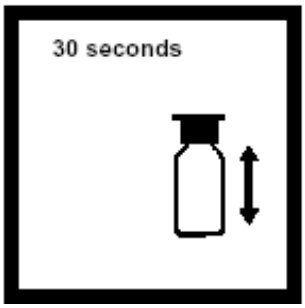
5. 往一个高含量溶解氧安培瓶中装入样品。
注：当安培瓶完全充满后，保持尖端被浸泡。




6. 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。摇晃瓶约30秒。
注：少量的未溶解的HRDO试剂不影响结果。
注：盖子防止空气中氧气的污染。

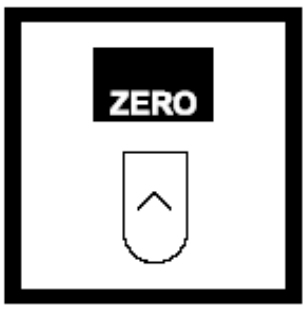



7. 按START TIMER，2分钟计时，使氧气溶解并反应。




8. 当计时器鸣叫时，摇晃安培瓶30秒。

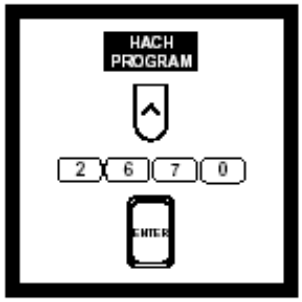
9. 将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。




10. 按 ZERO.，屏幕显示：0.0 mg/L $O_2$。

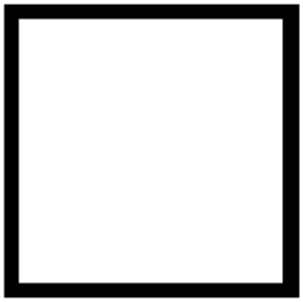
11.将安培瓶放入比色瓶槽，关上遮光盖。等待约 30 秒，待光路中的气泡散开。屏幕将显示溶解氧的浓度，单位为mg/L。

## 溶解氧　0 ～ 40.0 mg/L $O_2$ UHR

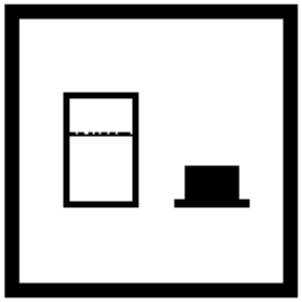



1. 在HACH PROGRAM下，选择极高含量溶解氧的程序编号2670，按ENTER。
注：必须现场分析样品。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 2670 O, Dissol. UHR AV，波长自动调节为680nm。

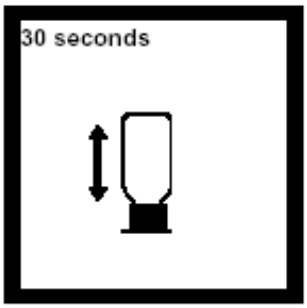


3. 将真空安培瓶适配器放入比色瓶模块中，并用螺帽固定。

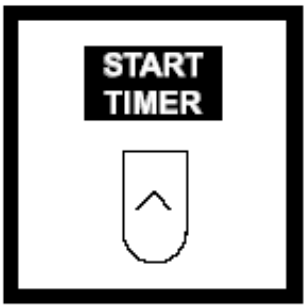


4. 往一个调零瓶子（空白试样）中装入至少10mL样品。往一个蓝色安培盖装入样品。

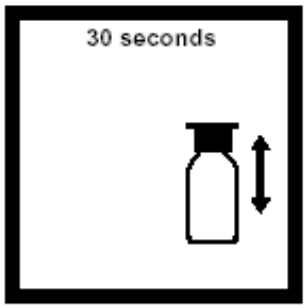
5. 往一个高含量溶解氧安培瓶中装入样品。
注：当安培瓶完全充满后，保持尖端被浸泡。




6. 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。摇晃瓶约30秒。
注：少量的未溶解的试剂不影响结果。
注：盖子防止空气中氧气的污染。




7. 按 START TIMER，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，关上遮光盖。

10. 按 ZERO.，屏幕显示：0.0 mg/L $O_2$。

11.将安培瓶放入比色瓶槽，关上遮光盖。等待约 30 秒，使光路中的气泡散开。屏幕将显示溶解氧的浓度，单位为 mg/L。

## 化学需氧量　反应消化法(所有范围)

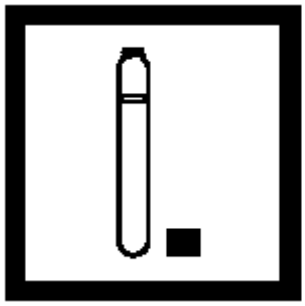
1、将 500ml 试样以果汁机均匀搅拌 2 分钟。

注：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。

注：以果汁机搅拌可将固态物质打碎，以增加测试精确度。

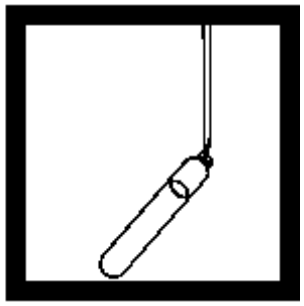
2、开启 COD 分解炉，预热至 150℃。

注意：加温时务必加上防护罩以免试管破裂喷溅。



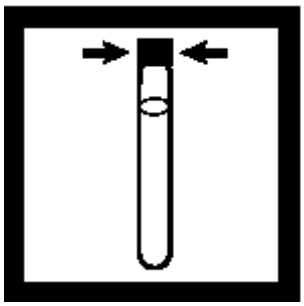
3、打开 COD 试剂瓶盖。

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。

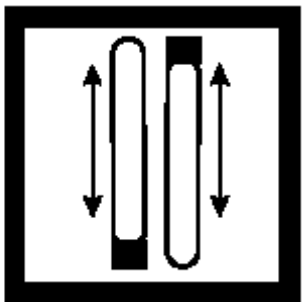


4、将试管斜放 45 度，加入 2ml 试样（测试 0~15,000 mg/L 时加 0.2mL 试样）。

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。

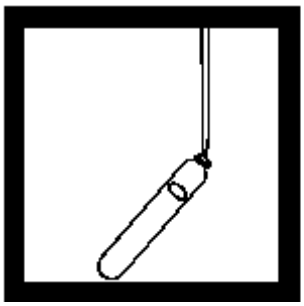


5、盖上试样瓶盖。若有需要，用去离子水冲洗试瓶并用毛巾擦干。



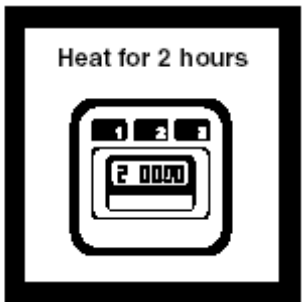
6、握住瓶盖充分摇晃混合，置于预热好的分解炉。

注：摇晃时试管会发热。



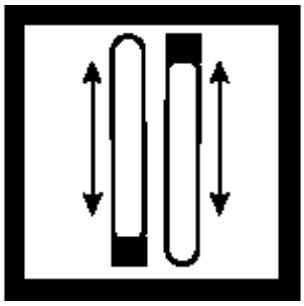
7、重复步骤 3~6，以去离子水取代试样，制备空白试样。

注：以去离子水调整试样体积。




8、加热 2 小时。注：DR/4000 的测试匣不耐高温，测试前先待冷却。

9、关闭 COD 分解炉，待 20 分钟冷却。



10、充分摇匀，置于试管架待冷却至室温。

11、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。

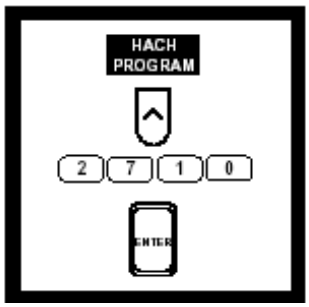
| 使用的小瓶形式 | 样品中最大Cl–浓度(mg/L) | 稀释样品的建议Cl–浓度（mg/L） | 样品中最大Cl-浓度（加入0.5g HgSO4）（mg/L） |
|---|---|---|---|
| 超低含量 | 2000 | 1000 | NA |
| 低含量 | 2000 | 1000 | 8000 |
| 高含量 | 2000 | 1000 | 4000 |
| 超高含量 | 20,000 | 10,000 | 40,000 |

溴化物

溴化物干扰不能用硫酸汞控制。

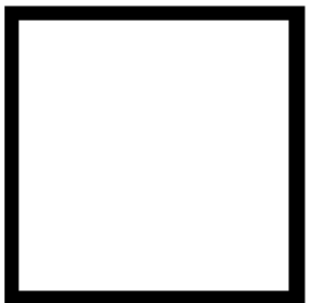
## 化学耗氧量　0~150.0 mg/L COD 反应消化法

1、先以 COD 分解炉将试样消化。




2、在 HACH PROGRAM 下，输入程序编号 2710 COD（0-150mg/L），按 ENTER。

3、屏幕将出现 HACH PROGRAM ： 2710 COD,LR。且自动调整波长 420nm。

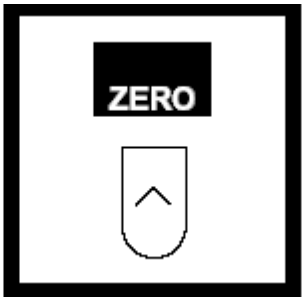


4、将试管匣安装入测试箱。
注：试管匣无法承受高温的试管（150℃）。

注：COD(0-40)编号为 2700；COD（0-1500/15000）编号 2720。

5、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。

6、将空白试样置入 DR/4000，HACH 标志朝仪器正前方，盖上遮光盖。

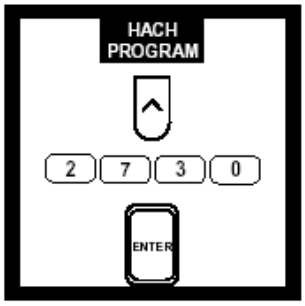



7、按 ZERO 归零，屏幕将出现“0.0mg/1 COD”。

8、以毛巾擦拭试管外壁。

9、将试样置入 DR4000 内，HACH 标志朝仪器正前方，盖上遮光盖，即可测得 mg/L COD 浓度。
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。

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

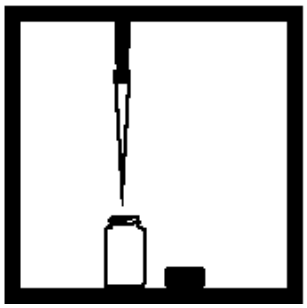



1. 在 HACH PROGRAM下，选择三价锰COD法程序编号2730，按ENTER。

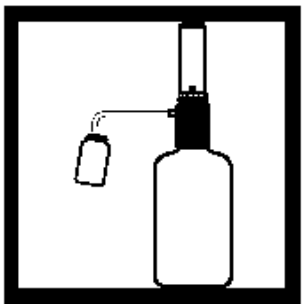
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 2730 COD, Mn III，波长自动调节为510nm。

3. 在制备空白和样品期间，开启COD反应炉，加热到150°C。

4. 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。



5. 用TenSette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。如样品COD超过1000 mg/L,按表1所示稀释样品。



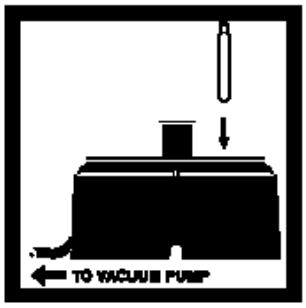
6.用自动分配器或TenSette吸量管加入1.0mL浓硫酸到混合瓶中。
注：浓硫酸和水的体积不是简单的累加，加入1.0mL浓硫酸到9.0mL水中，最后体积并不为10.0mL，该因素会影响校准曲线。

7. 将盖盖严实，倒转多次，溶液变热。冷却到室温再继续测试。
注：酸化样品在4°C下可稳定几个月。

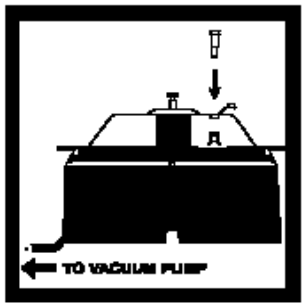
8. 重复步骤6-8，制备空白，用9.0mL去离子水代替样品。
注：用一干净的吸量管。
注：对每批试剂测定一个空白。用相同批号的瓶测量所有的样品和空白。
注：试剂空白稳定，可重复使用。用一干净的装了去离子水的COD瓶作试剂空白，测量其吸收值可检验试剂空白的质量。空白的吸收值应为1.41-1.47.

表 1 稀释表

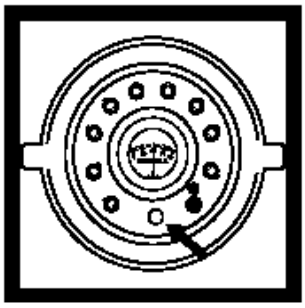
| 样品（mg/L） | 去离子水（mg/L） | 范围（mg/L）COD | 乘数因子 |
|---|---|---|---|
| 6.0 | 3.0 | 30-1500 | 1.5 |
| 3.0 | 6.0 | 60-3000 | 3 |
| 1.0 | 8.0 | 180-9000 | 9 |
| 0.5 | 8.5 | 360-18000 | 18 |




9. 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。
注：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。



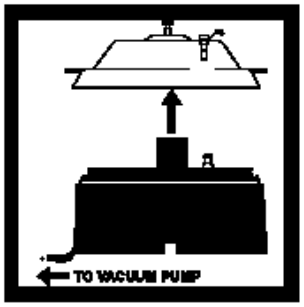

10. 放入VPD盖，在每个三价锰COD试剂瓶上直接插入一个新制的Chloride Removal Cartridge (CRC)，用盖子塞好VPD上所有的开口。



11. 打开真空泵，调节真空调整阀使内标读数为20英寸水。

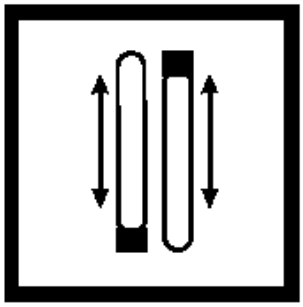
12. 量取 0.60 mL酸化样品（步骤6-8所制）到CRC中，量取0.60mL酸化空白到另一个CRC中。液体从CRC中到每个瓶中需要30-45秒。
注：如样品在CRC中不流动，增加真空度，使液体流动后再将真空度调低到20英寸水继续操作。

13.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。

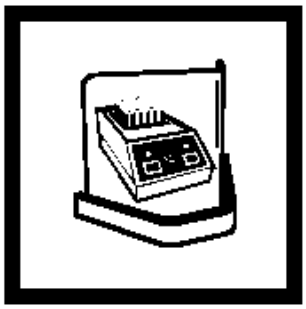



14.关真空泵，取走VPD盖。

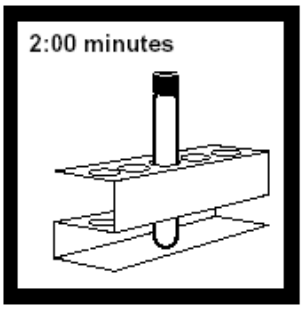
15.用镊子取走每个CRC上的滤器，将每个滤器放入相应的三价锰COD瓶。
注：为避免交叉污染，移取不同样品前清洗镊子。
注：如样品不含悬浮固体，不需要将滤器转移到消化瓶中。
注：弃去用过的Chloride Removal Cartridge。



16. 从真空室内取出三价锰COD瓶，将其原来的盖子盖上并拧紧，混合。

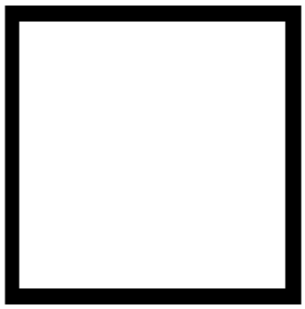


17. 将瓶放入已预热到150°C的COD反应炉中，消化一小时。
注：消化中样品沸腾表示瓶子没有密封，测试结果无效。
注：样品可消化4小时，氧化更多的有抗性的有机物，空白也采用相同的操作。




18. 将瓶放在冷却架上两分钟，然后用水浴或自来水使其冷却到室温（约需3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。
注：用Hach COD Lifter同时转移几个瓶。

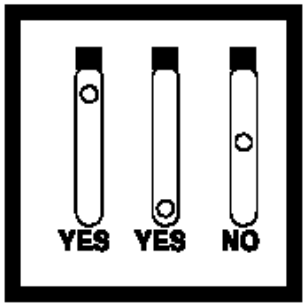
19. 从水中取走瓶，用干净的纸巾擦瓶。混合。



20. 将COD瓶适配器插入样品瓶槽，用螺帽固定。

21.将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。

22.按ZERO，屏幕显示：0 mg/L COD。




23. 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。

24. 将样品瓶放入适配器，关上遮光盖。屏幕显示COD的结果，单位为mg/L。

注：步骤4或6中的稀释样品需校正结果。

注：结果可用COD（mg/L）或$O_2$（mg/L）表达。

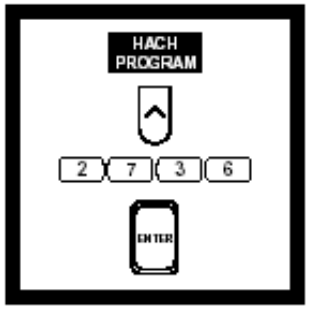
干扰

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。

氧气 SCAVENGERS 铁还原法

0-600 µg/L卡巴阱; 0-500 µg/L DEHA; 0-1000 µg/L 对苯二酚; 0-1500 µg/L 异



抗坏血酸; 0-1000 µg/L 甲基乙基酮肟 (MEKO)

1. 在 HACH PROGRAM.下，选择所需的氧scavenger程序编号，按ENTER。
注：必须立即分析样品。

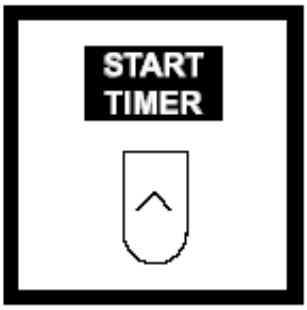
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 2736 O Scav-Carbohy 或 HACH PROGRAM: 2738 O Scav-DEHA 或 HACH PROGRAM：2740 O Scav-Hydroquin 或 HACH PROGRAM: 2742 O Scav-Iso-As. 或 HACH PROGRAM: 2744 O Scav-MEKO，波长自动调节为562nm。

3. 往一个比色瓶中装入25mL样品（待测样品）。
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 。
注：当测定那些在室温下很快与空气反应的氧 scavengers 时，在步骤3到8，需要将装有待测样品的比色瓶盖子盖上以隔绝空气。

4.往另一个干的比色瓶中装入25mL去离子水（空白试样）。

5. 分别加入一包DEHA 试剂1粉包到每个比色瓶中，混合。

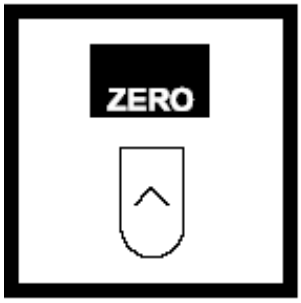
6. 分别精确加入0.5 mLDEHA 试剂2溶液到每个比色瓶中，混合，将比色瓶放于黑暗处。
注：如氧scavenger存在，将呈现紫色。



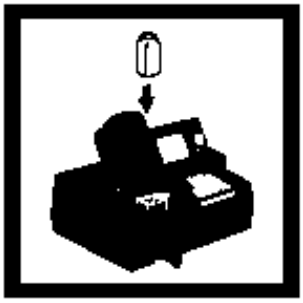

7. 立即按START TIMER，开始10分钟计时（对于对苯二酚只要2分钟）。
注：颜色反应期间，比色瓶须处黑暗处。

8. 当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。

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。

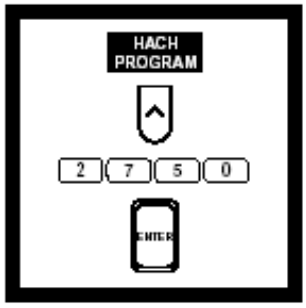



9. 按ZERO，屏幕显示：0 μg/L Carbo.或0 μg/L DEHA或0 μg/L Hydro.或
0 μg/L ISA或0 μg/L MEKO。



10. 立即将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。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。

## 臭氧 靛青法 （0 to 0.25 mg/L, 0 to 0.75 mg/L 或0 to 1.50 mg/L $O_3$）




1.在HACH PROGRAM下，选择臭氧的适合含量程序编号，按ENTER。
注：须立即分析样品。

2.屏幕显示：HACH PROGRAM: 2750 Ozone, LR AV或HACH PROGRAM: 2760 Ozone, MR AV或HACH PROGRAM: 2770 Ozone, HR AV，波长自动调节为600nm。

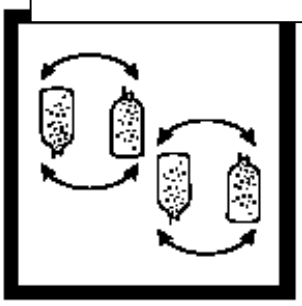
3. 将真空安培瓶适配器插入比色瓶模块中，用螺帽固定。

4.在50mL大口杯中小心收集至少40 mL样品。

| 含量范围 | 程序编号 |
|---|---|
| 低含量 | 2750 |
| 中含量 | 2760 |
| 高含量 | 2770 |

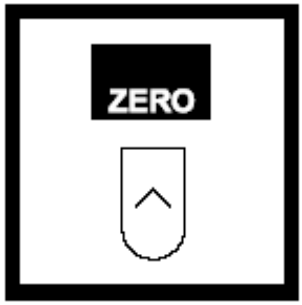
5. 在另一个50mL大口杯中收集至少40 mL不含臭氧的水（空白试样）。
注：用于空白试样的不含臭氧的水可以是去离子水或自来水。

6.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。



7. 迅速倒转安培瓶几次，混合。用Kimwipe擦去液体和指纹。
注：如存在臭氧，部分蓝色会变白。

8.将样品真空安培瓶放入比色瓶槽，关上遮光盖。




9. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L $O_3$。

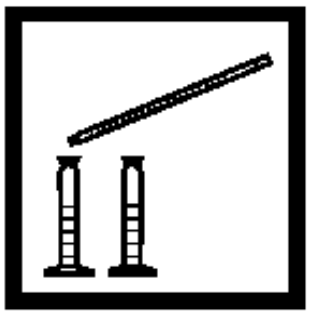
10.将试剂空白的真空安培瓶放入比色瓶槽，关上遮光盖，屏幕将显示臭氧的含量，单位为mg/L。
注：该程序中测量空白和试样的顺序颠倒。

# 钯　0 ～ 250 mg/L N,N'-Dimethyldithiooxamide法

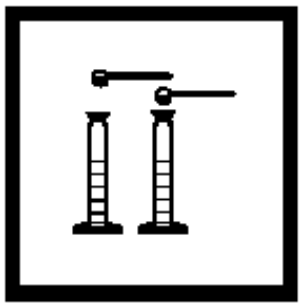
1. 该程序在测量样品前需要用户输入校准。参阅步骤后之“用户设计”和DR/4000分光光度计手册的“用户输入程序”部分描述的校准程序。
在USER PROGRAM.下，选择钯的程序编号，按ENTER。

2. 屏幕显示：USER PROGRAM: ### Palladium，波长自动调节为420nm。
注：###代表校准中指定的编号。

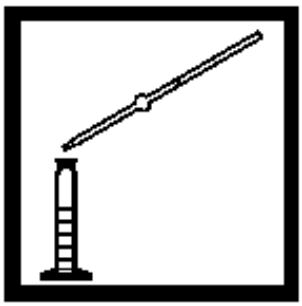
3. 往两个25-mL混合量筒中分别装入去离子水到20mL刻度。



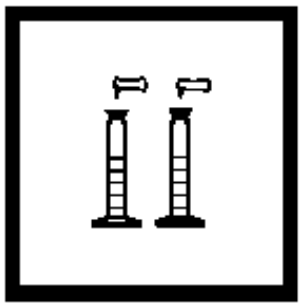
4. 分别加入 5.0 mL浓盐酸到每个量筒中，混合。
注：使用移液管或移液管漏斗。



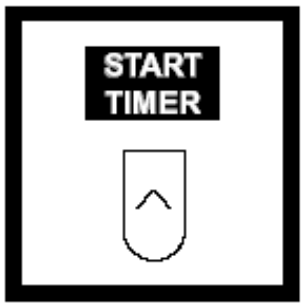
5. 分别加入一勺0.2-克量的 2,2'双嘧啶到每个量筒中，盖好盖子并倒转多次使粉末溶解。
注：由于2,2'双嘧啶的密度，一勺0.2-克量内只有0.1克的2,2'双嘧啶。



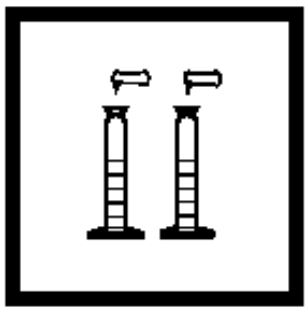
6.加入0.5 mL钯催化剂样品到其中一个混合量筒中（待测样品），另一个量筒的是空白样品。
注：用 TenSette移液管或 0.5-mL的体积移液管。



7. 分别加入一包铬1试剂粉末到每个量筒中，盖好盖子。倒转几次混合。

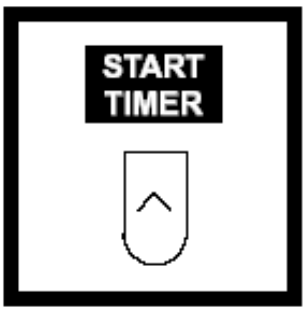



8.按START TIMER.
注：开始5分钟计时。



9. 当计时器鸣叫时，分别加入一包偏亚硫酸氢钠试剂粉包到每个量筒中，盖好盖子，倒转几次混合。

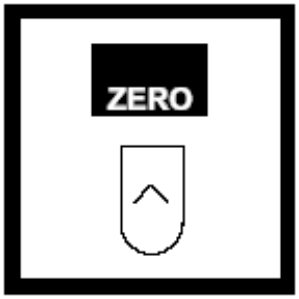
10. 分别加入 1.0 mL的N,N'-dimethyl di thiooxamide指示剂溶液到每个量筒中。盖好盖子，倒转几次混合。
注：加入指示剂后压力增大，这种情况下，用纸巾取走盖子。




11. 按 START TIMER，开始2分钟计时。

12. 当计时器鸣叫时，将每个量筒中的内容物分别倒入相应的比色管中。

13. 将“空白”的比色管放入比色瓶槽，关上遮光盖。

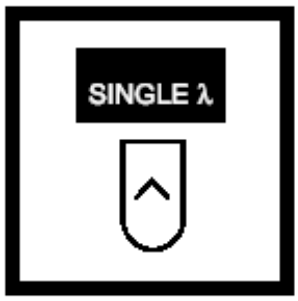



14. 按ZERO.，屏幕显示：0 mg/L Pd。

15. 将待测样品的比色管放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示钯的含量，单位为mg/L。

干扰
铜、镍，不干扰。
金，大于 50 mg/L。

# 土中PCB 1 或10-ppm thresholds 免疫测定法




1.按 SINGLE λ，按 GO TO λ，输入450，选择波长为450nm，按ENTER。

2. 屏幕显示：ZERO REQUIRED

PCB 第1阶段： 土壤提取

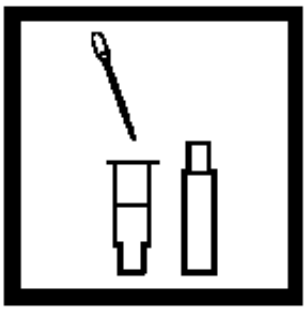
1. 往提取瓶中装入0.75oz的土壤提取剂溶液。
注：这相当于20mL土壤提取剂溶液。

2. 将塑料称量船放上分析天平，平衡天平。

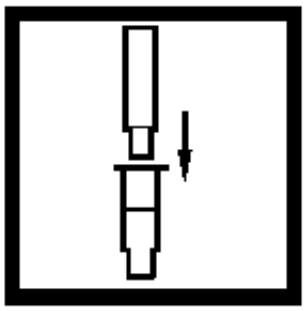
3. 称取10 ±0.1 g的土壤，小心将其倒入提取瓶中。

4. 把提取瓶盖严实，强烈摇晃1分钟。

5. 让瓶静置1分钟，轻轻打开瓶。

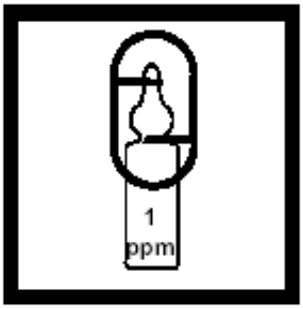


6. 用移液管移取提取瓶中上层的1.0-1.5 mL溶液到过滤瓶中。
注：不要超过1.5mL。

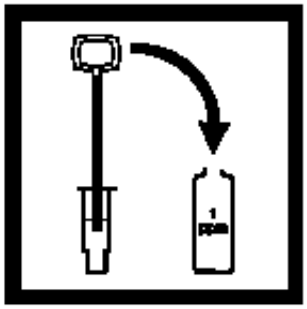


7. 将过滤活塞插入过滤瓶中，压紧，在活塞中心收集至少0.5mL过滤样品。

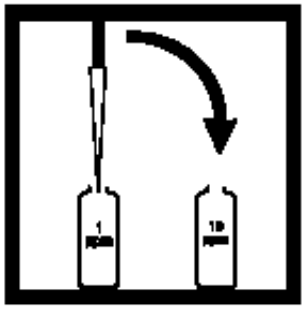
PCB 第2阶段：制备样品和标准




1. 准备一个1-ppm threshold dilution, 打开一个1ppm 稀释安培瓶，做上相应的标记。

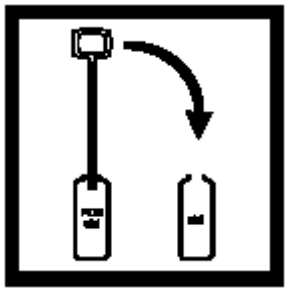


2. 用 WireTrol移液管，从过滤活塞中移取100μL（0.1mL）样品提取液到1ppm稀释安培瓶中，充分混合，弃去毛细管。



3. 准备一个10ppm threshold，打开一个10ppm 稀释安培瓶，做上相应的标记。用 Tensette移液管，从1ppm 稀释安培瓶中（步骤2）移取1.0mL溶液到10ppm稀释安培瓶中，充分混合。

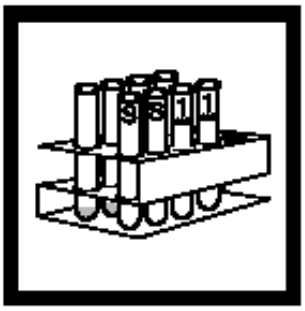
4. 制备标准，打开一个PCB 标准安培瓶和一个1ppm稀释安培瓶，将标准安培瓶标记为“标准”。



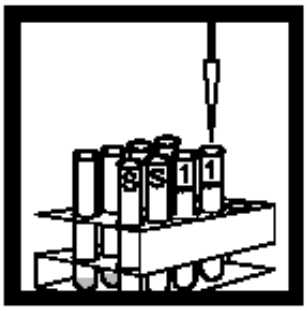
5. 用WireTrol移液管移取0.1mL标准溶液加入到1ppm稀释安培瓶中，充分混合。

注：在1-ppm和10-ppm thresholds中均使用以上的标准溶液，不要稀释。

PCB 第 3阶段: 免疫测定-本阶段的步骤需要准确计时。

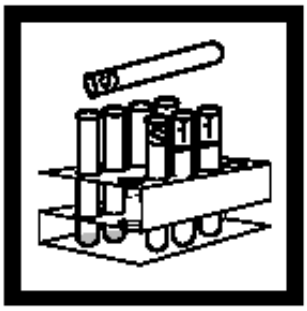


1. 对每个稀释安培瓶分别标记PCB抗体管，同样，对每个抗体管分别标记PCB酶联管。
注：PCB抗体管和PCB酶联管是配套的，不配套使用会引起错误的结果。

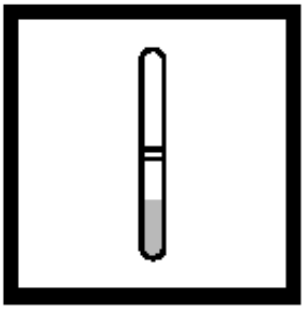


2.用TenSette移液管从每个稀释安培瓶（1ppm、10ppm）中移取1.0mL溶液加入每个对应的PCB抗体管的底部。对每个样品和标准做同样的操作，每种溶液使用新的吸头。

3. 开始10分钟反应。

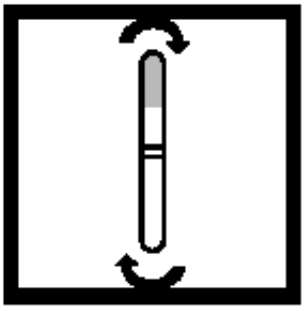


4. 10分钟反应后，倒出抗体管中的溶液到相应的酶联管中。



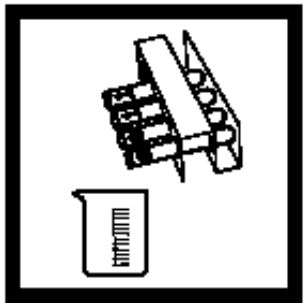
5. 将抗体管反转，放入酶联管，使他们配合一起。

6. 开始5分钟反应计时。
注：计时完毕后立即进行下一步。

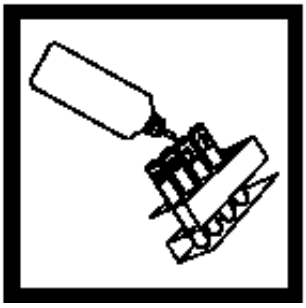


7. 立即不断翻转溶液直到抗体管被充满四次，酶联溶解。最后翻转时，确保溶液在抗体管中，抗体管朝上。

8. 将抗体管置架上，从抗体管口取走酶联管。弃去用过的酶联管。



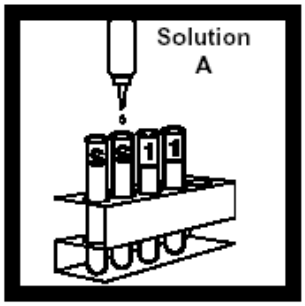
9. 5分钟之后，弃去PCB抗体管中的内容物，放入适当的废物缸中。



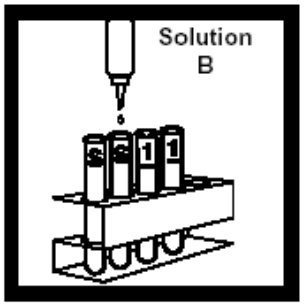
10. 用洗液彻底清洗每个管，将管倒空，内容物放适当的废物缸。充分摇晃确保每次洗完后没有洗液残留。
注：洗液是一种无害的稀释清洁剂。

11. 立即进行下一阶段测试。
注：确保每次洗后不残留洗液，翻转管子，用纸巾吸干。管内会有泡沫，但不影响结果。

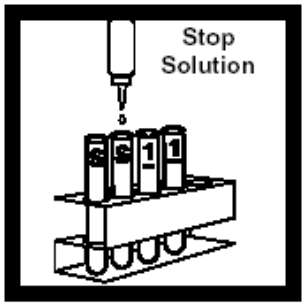
PCB 第 4阶段：颜色生成



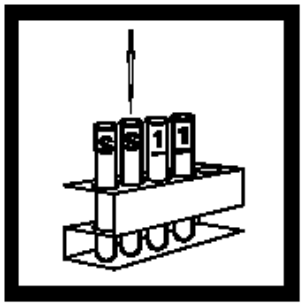

小心查看试剂标签！必须按序加入试剂才能得到有效结果。
1.分别加入 5滴溶液A到每个管子中，盖上瓶盖。
注：垂直拿取试剂瓶，否则出现错误结果。




2. 开始2.5分钟计时，分别加入5滴溶液B到每个管中，混合，盖上盖子。
注：按相同顺序滴加溶液到管子中，确保时间一致（例如从左到右），一些管子内的溶液会变蓝。




3. 让每管刚好反应2.5分钟，然后滴加5滴免疫停止溶液到每个管中。
注：当加入停止溶液后蓝色溶液将变成黄色。PCB浓度与生成的颜色成反比，浅颜色表示高水平的PCB。



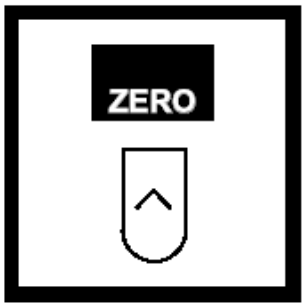
4. 用TenSette移液管和一新的吸头分别加入0.5mL去离子水到每个管中，混合。

PCB 第5阶段：颜色测量

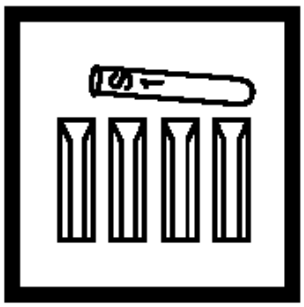
1. 往一个1-cm比色皿中装入去离子水（空白试样），用纸巾擦去瓶外的污迹和指纹。 注：不要接触比色皿透明侧。

2. 将Microcell适配器插入比色瓶槽。

3. 将空白试样放入比色瓶槽，另比色皿的“V”面朝右，关上遮光盖。
注：比色皿的透明侧应朝仪器。

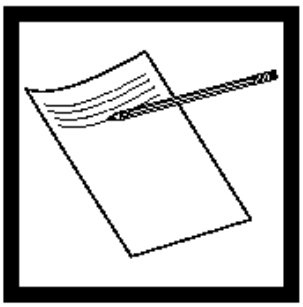



4. 按 ZERO，屏幕显示：0.000 ABS。



5. 将标准和样品抗体管中的溶液分别倒入干净的1cm比色皿中。

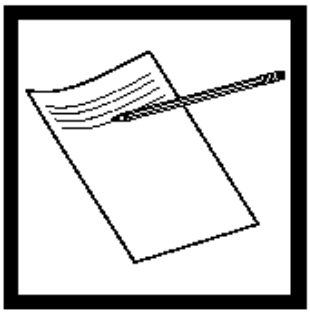
6. 将标准1比色皿放入比色瓶槽，关上遮光盖。



7. 记录吸收值。

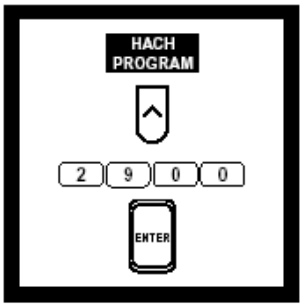
8. 重复步骤6和7，测量标准2比色皿。
注：如果标准1和标准2的吸收值相差0.325以上，从第2阶段的制备标准开始重新测试。

9. 将样品1比色皿放入比色瓶槽，关上遮光盖。
注：PCB浓度与颜色（或吸收值）成反比。
10. 记录吸收值。



11. 重复步骤9和10，测量样品2的比色皿，参阅表1解释结果。

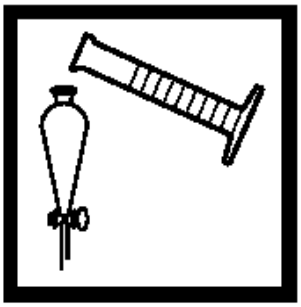
# 苯酚　0~ 0.200 mg/L 4-氨基对吡啉法




1. 在HACH PROGRAM.下，选择苯酚的程序编号2900，按ENTER。
注：应在4小时内分析样品，以避免氧化。

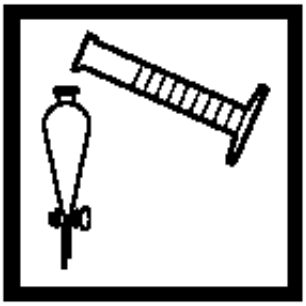
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 2900 Phenols，波长自动调节为460nm。

3. 用500mL量筒量取300 mL去离子水。

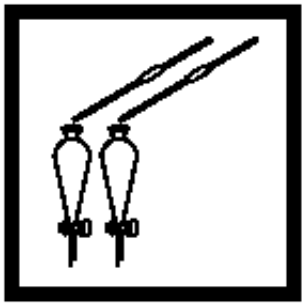


4. 将量取好的去离子水倒入一个500mL分液漏斗中（空白试样）。

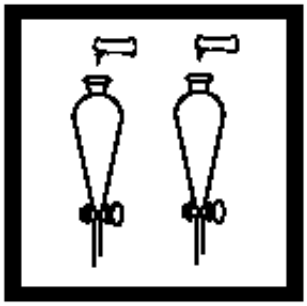
5. 用500mL量筒量取300 mL样品。



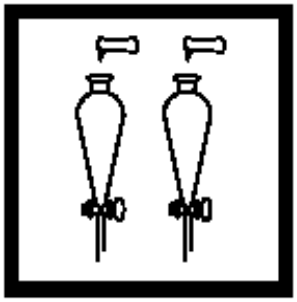
6. 将量取好的样品倒入另一个500mL分液漏斗中（待测试样）。



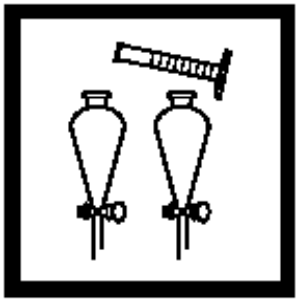
7.分别加入5 mL Hardness 1 Buffer到每个分液漏斗。盖好盖子，混合。



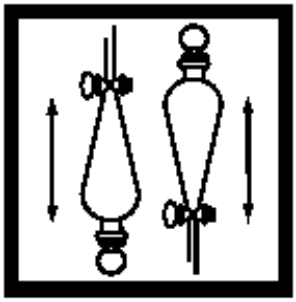
8. 分别加入一包苯酚试剂粉包到每个分液漏斗中，盖好盖子，摇晃使粉末溶解。
注：溢出的试剂对测试结果有影响，并且对皮肤等有害。



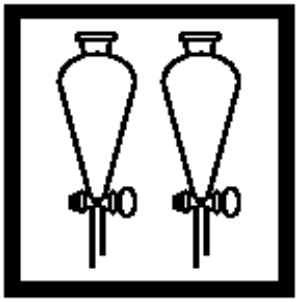
9. 分别加入一包苯酚2试剂粉包到每个分液漏斗中，盖好盖子，摇晃使粉末溶解。



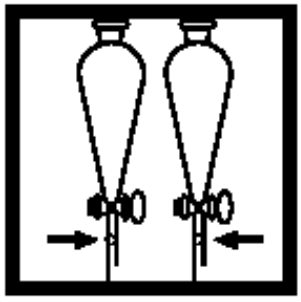
10. 分别加入30 mL氯仿到每个分液漏斗中，盖好盖子。注：使用氯仿用有足够的通风度。



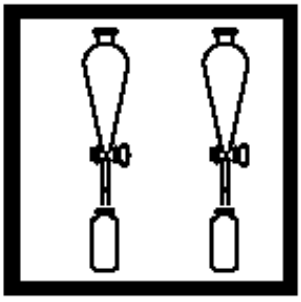
11. 倒转漏斗，不时通通气。适量摇晃漏斗并通气。然后剧烈地摇晃两个漏斗30秒（必要时通气）。



12.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。

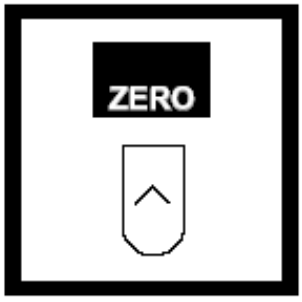


13. 往每个分液漏斗的出液管中塞入豌豆大小的棉花。



14. 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）。

15. 将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。




16. 按ZERO.，屏幕显示：0.000 mg/L Phenol。

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。
注：水相含有氯仿，氯仿是有害的废物。参阅步骤后之“污染防治和废物管理”。

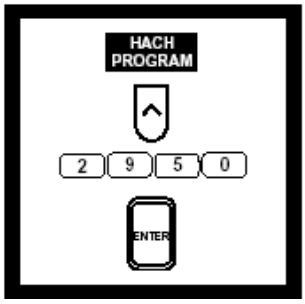
17. 将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示苯酚的含量，单位为mg/L。

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。 |

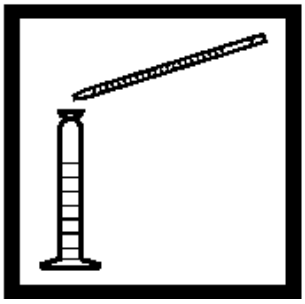
磷酸盐 (0-2.50 to 0-125 mg/L) Persulfate UV 氧化法

粉包

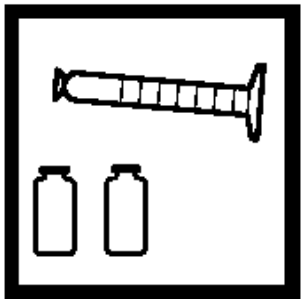



1. 在 HACH PROGRAM下，选择磷酸盐程序编号2950，按ENTER。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 2950 Phosphonates，波长自动调节为890nm。



3. 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。
注：用1：1盐酸清洗玻璃仪器，然后用蒸馏水冲洗。不用使用商业清洁剂。



4. 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）。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。

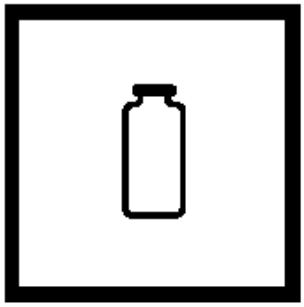
表1

| 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 |

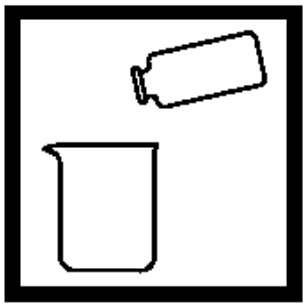
5. 加入一包过硫酸钾粉包到装有25mL样品的比色瓶中，混合。

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START TIMER，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。

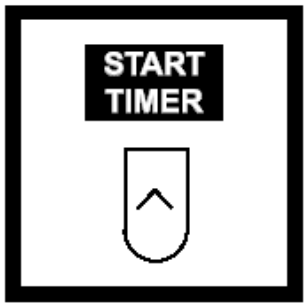


8. 当计时器鸣叫时，关紫外灯，将其从瓶中取出。



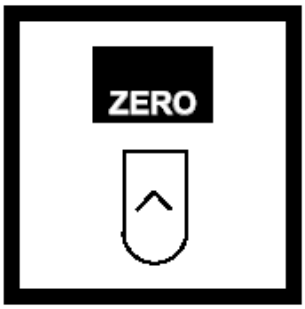
9. 倒出约15 mL样品到一个50mL大口杯中，1英寸比色瓶中剩余10mL。此为待测样品。
注：倒至大口杯而不是水槽或废物缸，以免倒出过多的样品。

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 START TIMER，开始2分钟



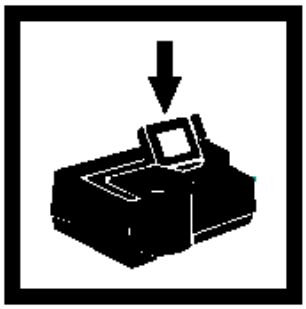

计时。
注：如果样品温度低于15$^0$C，颜色生成需要4分钟。

12. 计时器鸣叫时，将空白样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。
注：计时器鸣叫后3分钟内进行步骤13和14。

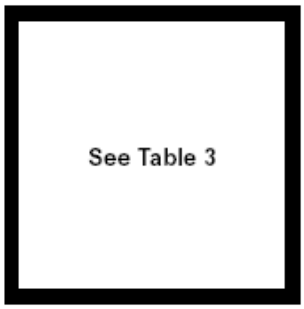



13. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L $PO_4^{3-}$

14. 将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。



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。

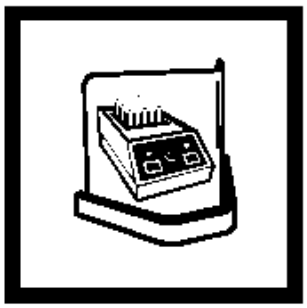
干扰

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。

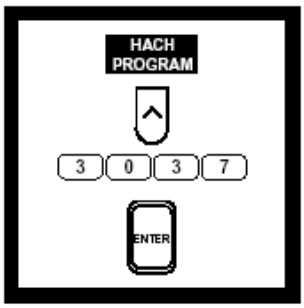
| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 铝，溴化物, CDTA, 铬酸盐, 铜, EDTA, 硅酸盐, 亚硫酸盐 | 100 mg/L |
| 苯并三唑 | 10mg/L |
| 砷酸盐 | 所有水平上干扰 |
| 重碳酸盐 | 1000mg/L |
| 钙, 氯化物 | 5000 mg/L |
| 氰化物 | 100 mg/L。紫外消化增加到30分钟。 |
| Diethanoldithiocarbamate | 50 mg/L |
| 铁, 硝酸盐 | 200 mg/L |
| NTA | 250 mg/L |
| 正磷酸盐 | 15 mg/L |
| 亚磷酸盐和有机磷化合物 | 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，0.00 ~5.00 mg/L $PO_4^{3-}$ 0.00~ 1.60 mg/L P ACID HYDROLYZABLE PhosVer

3 酸水解 TNT瓶

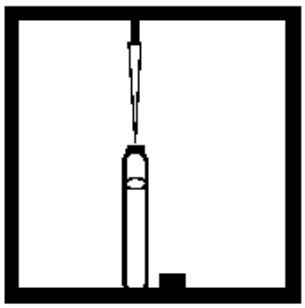


1. 开启COD反应炉加热到150° C，在反应炉前放置塑料档板。
注：为安全起见，将塑料版置于反应炉前，以免试剂漏时喷溅出来。
注：参阅COD反应炉操作手册，以调节反应炉温度。

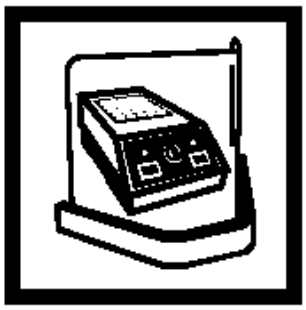



2. 在HACH PROGRAM下，选择acid hydrolyzable phosphorus程序编号3037，按ENTER。

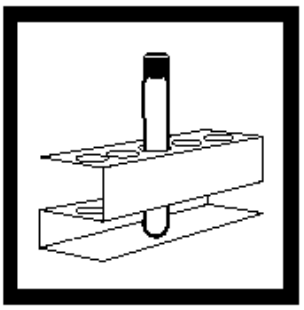
3. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 3037 P A-H As. TNT，波长自动调节为890nm。
注：用1：1盐酸标准溶液清洗玻璃仪器，然后去离子水冲洗，不要用磷酸盐洗涤剂清洗玻璃仪器。



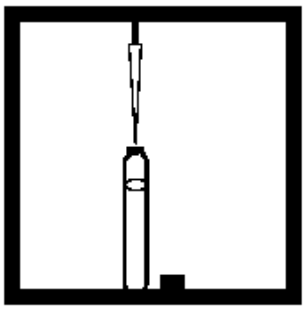
4. 用TenSette 移液管加入5mL样品到一个Total and Acid Hydrolyzable测试瓶，盖上盖子并混合。
注：为了验证精确性，用1.0mg/L磷酸盐(0.33 mg/L P) 标准溶液代替样品。
注：用于极端pH的非保存样品。



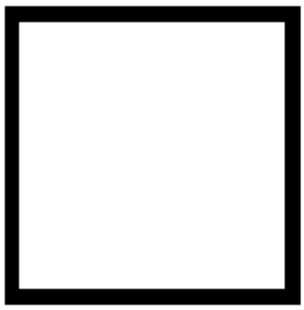
5. 将瓶子放入COD反应炉，加热30分钟，按START TIMER。



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。

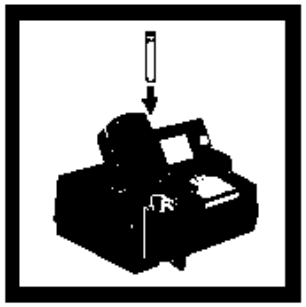


7. 用TenSette移液管，加入2mL1.00N氢氧化钠到瓶中，盖严实，摇晃混合。



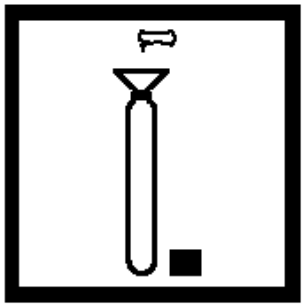
8. 将测试管适配器插入比色瓶槽模块，用螺帽固定。

9. 用毛巾擦拭试管外壁。



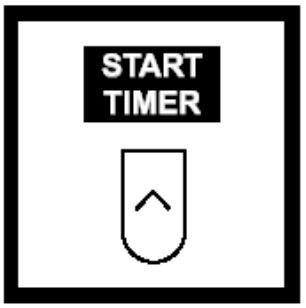
10. 将样品瓶放入比色瓶槽，关上遮光盖。

11.按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L $PO_4^{3-}$。



12. 用漏斗加入一包PhosVer 3 粉包到瓶中。

13. 盖严实并摇晃混合10-15分钟。
注：粉末不完全溶解。



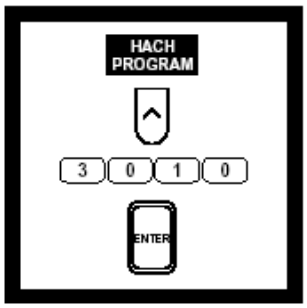

14.按START TIMER，开始2分钟计时。

15. 用毛巾擦拭样品瓶外壁。
注：加入PhosVer 3 试剂2-8分钟后对样品读数。

16. 将待测样品瓶放入比色瓶槽，关上遮光盖，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 ～30.00 mg/L $PO_4^{3-}$ 氨基酸法



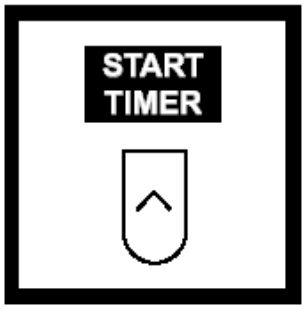

1. 在HACH PROGRAM下，选择反应磷的氨基酸法程序编号3010，ENTER。
注：分析前调节保存样品的pH。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 3010 P. React. Amino. HR，波长自动调节为530nm。

3. 往 25-mL量筒中装入25mL样品。
注：为了验证精确性，用10.0mg/L的 $PO_4^{3-}$(3.3 mg/L as P) 标准溶液代替样品。

4. 用1mL校准过的点滴器加入1 mL钼酸盐试剂。

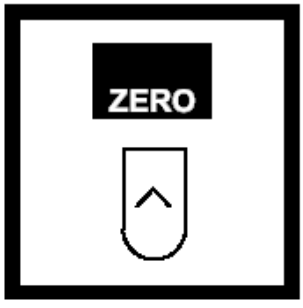
5. 加入1 mL氨基酸试剂溶液，盖上盖子，混合（待测样品）。
注：如存在磷酸盐将呈现蓝色。
注：如需要，用一包氨基酸试剂粉包代替1 mL氨基酸试剂溶液。




6. 按START TIMER，开始10分钟计时。
注：此时进行步骤7。

7. 倒出25 mL样品到比色瓶中（空白试样）。

8. 计时器鸣叫时，将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。




9. 按ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L $PO_4^{3-}$。

10.将待测试样放入比色瓶槽，关上遮光盖，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

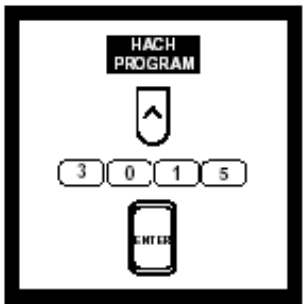
| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
|---|---|
| 钙 | 大于10,000 mg/L 的 $CaCO_3$ |
| 氯化物 | 大于150,000 mg/L的 $Cl^-$ |
| 有颜色样品 | 加入1 mL 10 N硫酸标准溶液到另一个25mL样品中，用此代替作为空白的未处理样品对仪器调零。用移液管和pipet filler 量取硫酸标准溶液。 |
| 高盐水平 | 引起结果偏低。要除去干扰，稀释样品直到连续两次稀释产生几乎相同的结果。 |
| 镁 | 大于 40,000 mg/L 的 $CaCO_3$。 |
| 亚硝酸盐 | 使蓝色褪去。除去亚硝酸盐干扰可加入0.50g sulfamic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*

## 试剂溶液或安培瓶 (0 to 45.00 mg/L $PO_4^{3-}$)

1. 在HACH PROGRAM下，选择反应磷的molybdovanadate法程序编号3015，按ENTER。
注：分析前调节样品的pH。

。

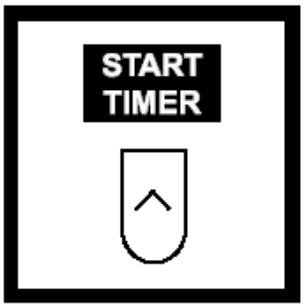



2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 3015 P React. Mo. HR，波长自动调节为430nm。

3. 用25mL量筒往一个比色瓶中装入25mL去离子水（空白样品）。
注：对非保存的极端pH样品，参阅“干扰”部分。
注：为了得到最佳结果，样品温度应为20-25 °C.

4. 用25mL量筒往另一个比色瓶中装入25mL样品（待测样品）。
注：为了验证精确性，用10.0 mg/L磷酸盐（3.3 mg/L磷）标准溶液代替样品。

5. 加入1.0 mL Molybdovanadate试剂到每个瓶中，混合。
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.按START TIMER，开始5分钟计时。

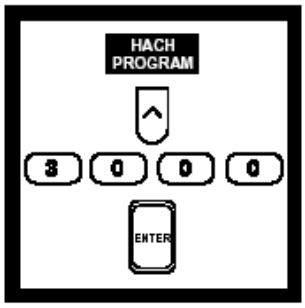
7. 计时器鸣叫时，将空白样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。

8. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L $PO_4^{3-}$

9. 将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖，屏幕显示$PO_4^{3-}$的含量，单位为mg/L。

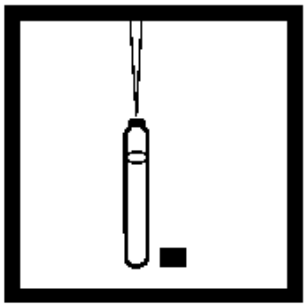
注：结果可用$PO_4^{3-}$，P或$P_2O_5$表示。

## 磷，活性磷 Molybdovanadate 法 TNT瓶 HR, 0.0 ～100.0 mg/L $PO_4^{3-}$

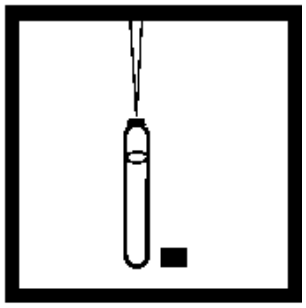



1. 在HACH PROGRAM下，选择高含量反应磷的TNT法程序编号3000，按ENTER。

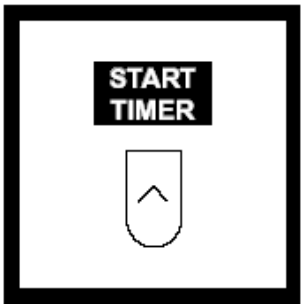
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 3000 P React. HR TNT，波长自动调节为420nm。



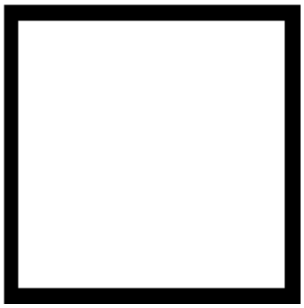
3. 用 TenSette移液管加入5.0mL去离子水到一个高含量反应磷的TNT瓶中（空白样品），盖好盖子，混合。



4. 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。
注：对非保存的极端pH样品，参阅“干扰”部分。




5. 按START TIMER，开始7分钟计时。
注：7-9分钟内对样品读数。
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. 将测试管适配器放入比色瓶槽，用螺帽固定。

7. 用毛巾擦瓶外壁。

8. 计时器鸣叫时，将空白样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。

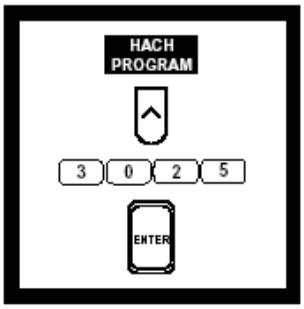
9. 按 ZERO，屏幕显示：0.0 mg/L $PO_4^{3-}$
注：试剂空白可用于多个样品。室温下，试剂空白可稳定3星期。

10. 将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖，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(0~2.500 mg/L $PO_4^{3-}$)

## 粉包




1. 在HACH PROGRAM下，选择磷的抗坏血酸法程序编号3025，按ENTER。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 3025 P React. As. LR，波长自动调节为890nm。

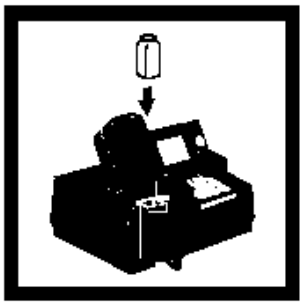
3. 往一个比色瓶中装入10mL样品。
注：为了验证精确性，用1.0 mg/L磷酸盐（0.33 mg/L磷）标准溶液代替样品。

4. 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。

5. 按START TIMER，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。

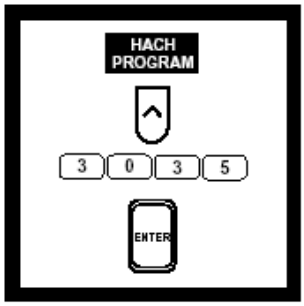
6. 往另一个比色瓶中装入10mL样品，（空白样品），将其放入比色瓶槽。

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。



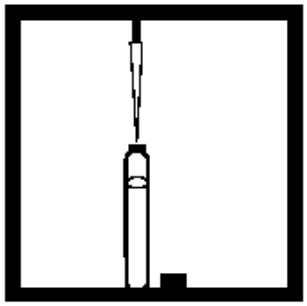
8. 将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖，屏幕显示$PO_4^{3-}$的含量，单位为mg/L。

## 反应磷 PhosVer 3法，TNT瓶 0.00 ~ 5.00 mg/L $PO_4^{3-}$　0.00~1.60 mg/L P




1. 在HACH PROGRAM下，选择TNT反应磷程序编号3035，按ENTER。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 3035 P React. As. TNT，波长自动调节为890nm。



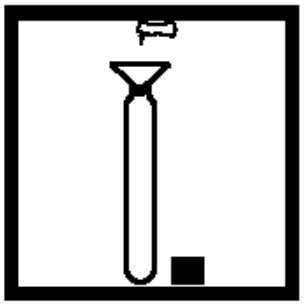
3. 用 TenSette移液管加入5.0mL样品到一个反应磷TNT稀释瓶中，盖好盖子，混合。
注：为了验证精确性，用1.0 mg/L磷酸盐（0.33 mg/L磷）标准溶液代替样品。

4. 将测试管适配器放入比色瓶槽，用螺帽固定。

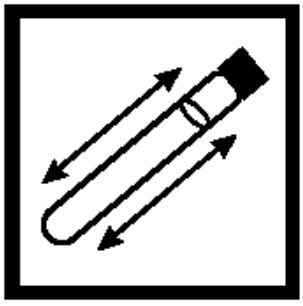
5. 用毛巾擦瓶外壁。

6. 将瓶放入比色瓶槽，关上遮光盖。

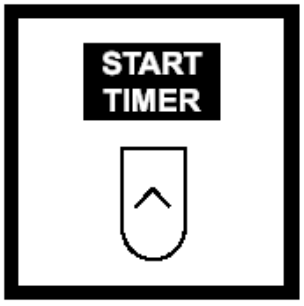
7. 按 ZERO，屏幕显示：0.00 mg/L $PO_4^{3-}$



8. 用漏斗加入一包PhosVer 3磷酸盐粉包到瓶中。



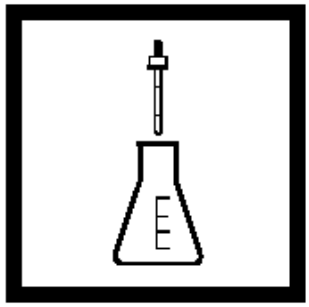
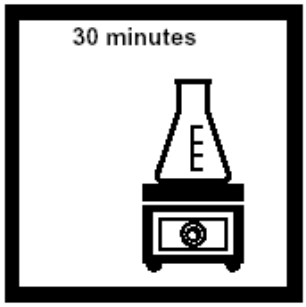
注：粉末不完全溶解。




10. 按START TIMER，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。

11. 用毛巾擦瓶外壁。

12. 计时器鸣叫时，将瓶放入比色瓶槽，关上遮光盖，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 0~0.800 mg/L 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。消化步骤至此结束，继续遵照活性磷测浓度。
注：以去离子水调整试样体积。

注：本法测的结果包含有机磷酸盐、酸水解正磷酸盐，有机磷酸盐的浓度可以总浓度减去酸水解磷酸盐的浓度。计算前两者单位要一致（mg/L $PO_4$或mg/L P）

干扰

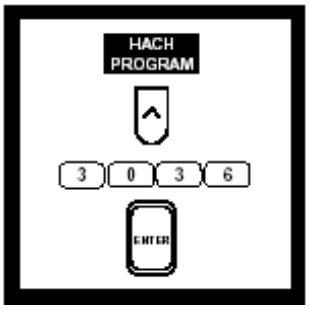
| | |
|---|---|
| 碱性或高缓冲样品 | 需要在步骤3加入额外的酸使溶液的pH在1以下。 |
| 浑浊 | 用50mL样品，加倍使用试剂。在反应磷程序中用25mL反应过的样品对仪器调零，这样可补偿程序中的颜色或浑浊的破坏。 |

总磷 0~3.5mg/L $PO_4^{3-}$;0~1.10mg/L P PhosVer3 with Acid Persulfate Digestion;

Test ‘N Tube

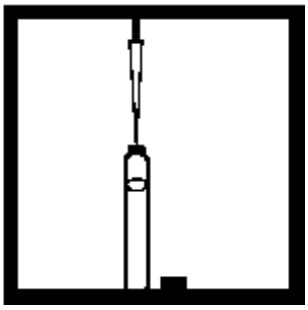
1、开启 COD 反应炉，加热至 103-106℃，将塑料隔版置于反应炉前。

注：为安全起见，将塑料版置于反应炉前，以免试剂漏时喷溅出来。



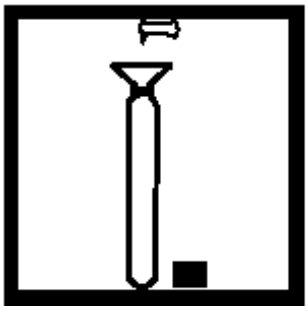

2、在 HACH PROGRAM 下，输入程序编号 3036‘N 管法，按 ENTER。

3、屏幕将出现 HACH PROGRAM： 3036 P Total As TNT 且自动调整波长至 890nm。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。

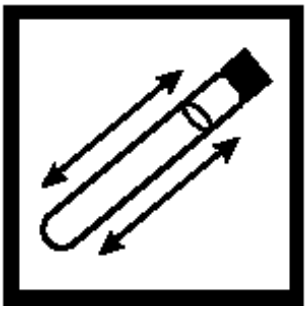


4、加 5mL 试样于试管中。注：可以 1.0mg/L 标准试样确认测试结果的精确度。

注：若试样未经酸化处理即具有极端 pH 值，参阅“干扰”

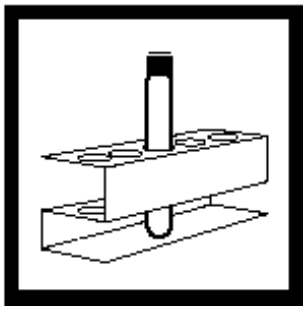


5、以漏斗加高锰酸钾试剂到试管。

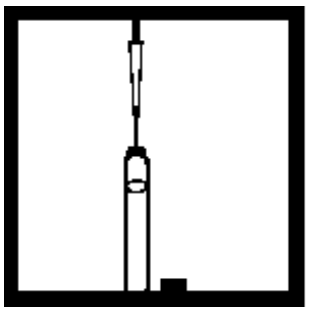


6、盖上盖子，均匀混合。

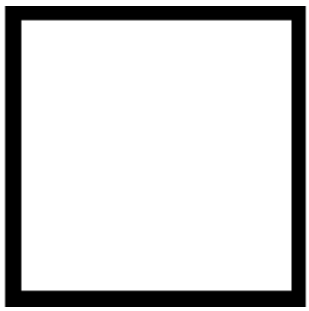
7、将试管置入 COD 反应炉，按 START TIMER 计时 30 分钟。



8、小心的将试管移入试管架，在室温下静待冷却。

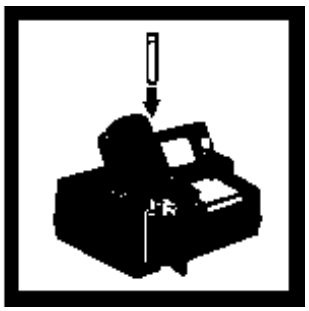


9、加入 2mL 1N 氢氧化钠标准液于试管。

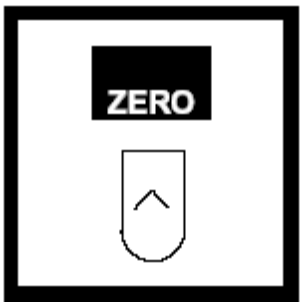


10、将试管匣（Test Tube adapter）安装入测试箱。

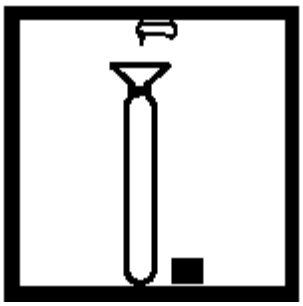
11、以毛巾擦拭试管处壁。



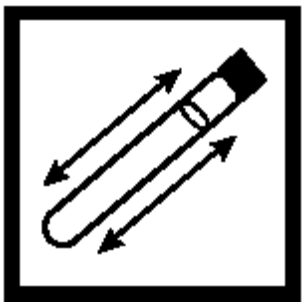
12、将试样置入 DR/4000，盖上遮光盖。



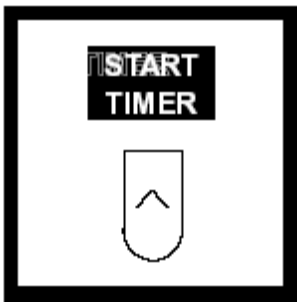

13、按 ZERO 归零，屏幕将出现“0.00mg/L $PO_4^{3-}$”。



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



15、盖上盖子，均匀混合 10-15 秒。




16、按 START TIMER。开始计时 2 分钟。

21、计时终了，以毛巾擦拭试管处壁。

22、将试样置入 DR/4000，盖上遮光盖，即可测得 mg/L $PO_4^{3-}$浓度。

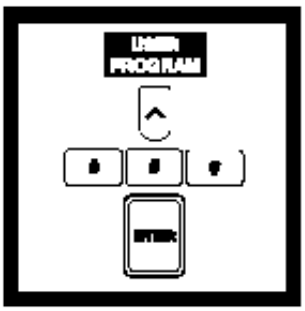
注：可以选择 P 或 $P_2O_5$浓度。

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，铁 | 大于100 mg/L |
| 铜 | 大于10 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 |

# 铂　0 ～ 10.0 g/L N,N'–Dimethyldithiooxamide 法



1. 该程序在测量样品前需要用户输入校准。参阅步骤后之“用户设计”和DR/4000分光光度计手册的“用户输入程序”部分描述的校准程序。
在USER PROGRAM.下，选择铂的程序编号，按ENTER。

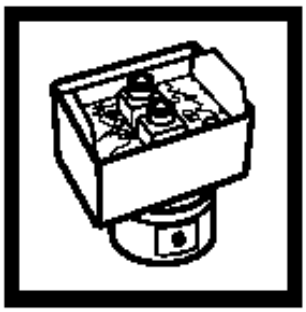
2. 屏幕显示：USER PROGRAM: ### Platinum，波长自动调节为500nm。
注：###代表校准中指定的编号。

3. 稀释铂的电解质溶液（样品）：量取1.00mL电解质溶液到1000mL的带刻度的瓶子中，加入去离子水到1000mL刻度。盖好盖子，倒转至少10次，混合。
注：如果铂的电解质溶液含有超过10 g/L (1.2 troy oz./gal)的铂，需要大量稀释。

4.量取 15.00 mL稀释过的样品电解质溶液到一个干净的比色管中（待测试样）。

5. 用量筒量取15mL去离子水到另一个比色管中（空白试样）。

6. 分别加入一包铬1试剂粉包到每个管，混合使粉末溶解。往每个管上宽松地放上一个空心的聚乙烯塞子。



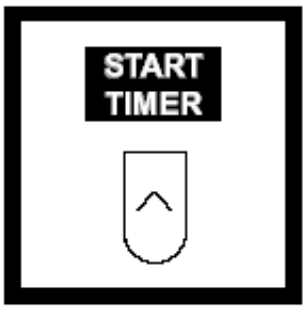
7.将两个管放入沸水浴，按START TIMER.，开始5分钟煮沸时间。
注：加热后样品会变浑浊，在步骤10中加入盐酸后浑浊会变澄清。

8. 用自来水使两个管冷却到室温。
注：比色管是热的，移取时戴上手套。

9. 加入一包偏亚硫酸氢钠试剂粉包到每个管中，混合使粉末溶解。

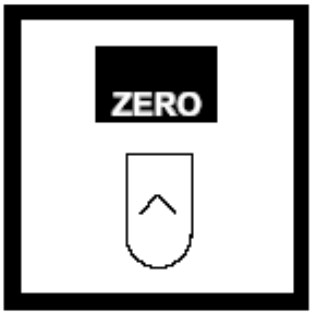
10. 用一个10-mL的Mohr移液管，小心加入10mL浓盐酸到每个管中，混合。管会变热。

11. 用1-mL 校准过的点滴器，加入1.0mL的N,N'–Dimethyldithiooxamide指示剂溶液到每个管中，混合。




12. 按 START TIMER，开始5分钟计时。

13. 将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。




14. 按ZERO.，屏幕显示：0.0 g/L Pt。

15.将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示实际的铂电解液的铂浓度，单位为g/L。
注：如果步骤3使用的稀释液不是1：1000稀释，需要校正。

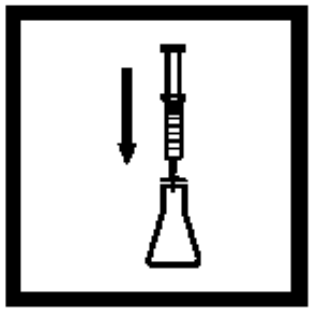
干扰
在冷而干的环境下保存PhosVer 3 硫酸盐试剂粉包。
铜在所有水平上干扰。
钯 正干扰。

## 聚丙烯酸 0～20.0 mg/L 吸收-比色法

## 样品制备

1. 取走注射器的活塞，在针管上连上预滤器，并旋紧。
注：须立即分析样品。
注：对于浑浊或油状样品的预处理，参阅“干扰”部分。

2. 用样品冲洗注射器，并装入样品到33cc刻度线。
注：长期使用后，注射器的刻度会变朦胧，可用刀子刻上。



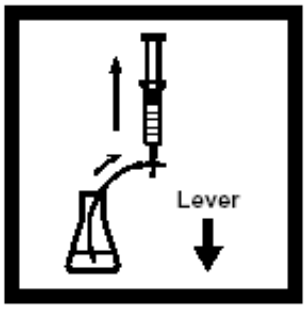
3. 插入活塞，推动样品流过过滤器，并用50mL的锥形瓶收集滤液，瓶上标记“样品”。

4. 往另一个干净的瓶子中，装入大约30mL去离子水，标记为“试剂空白”。

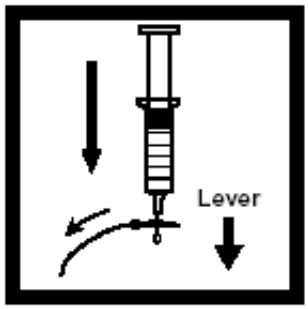
5. 分别加入 0.5 mL 缓冲溶液，pH 2.5，到每个瓶中，混合。
注：用pH试纸检验样品的pH值。如果需要，用1：1的硝酸溶液调节pH到2-3。

6. 往第三个瓶子中，装入大约30mL聚丙烯酸洗提液，标记为“洗提液”。

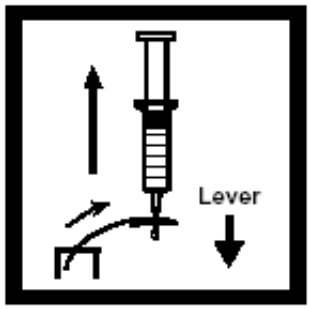
7. 按图示装配好注射器（图1和图2）。将LC cartridge长的一端连上三通阀。



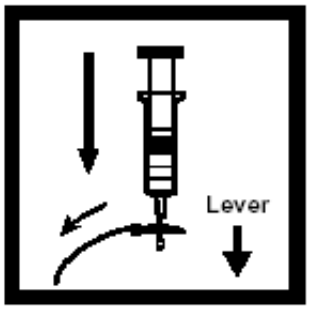

8. 将阀门转到吸气档（向下）。通过管道抽取5cc试剂空白到注射器中，吸入空气到30cc刻度线。



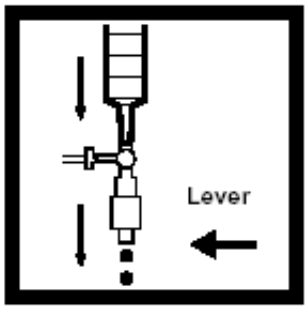

9. 摇动注射器来冲洗注射筒，上下推动活塞几次，弃去溶液。



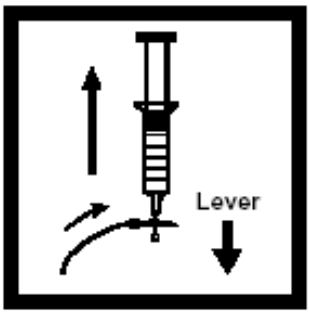

10. 通过管道将余下的试剂空白吸入注射器，然后吸入少量空气，超过 30cc 刻度线。



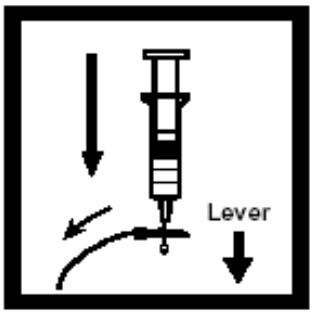

11. 推动活塞，调节溶液体积刚好为20cc。



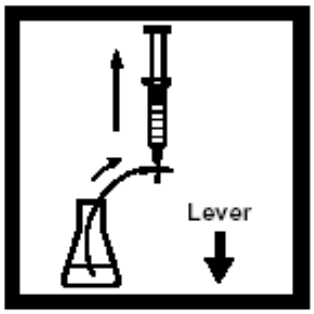

12. 转动阀门的杆，转到抽吸档(向左)，缓慢将溶液推过LC柱（至少要15秒）。弃去溶液。参阅图2。



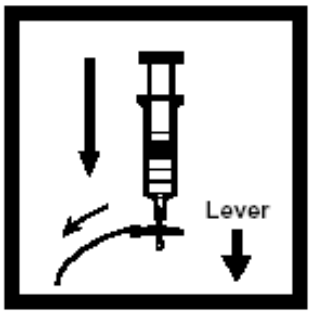

13. 再将阀门转到吸气档（向下）。通过管道吸入约5cc洗提液到注射器中，然后吸入少量空气，超过25cc刻度线。



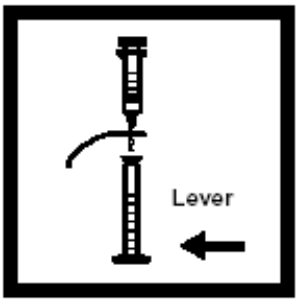

14. 摇晃冲洗注射器，通过管道弃去洗提液。
注：上下推动活塞几次，清除管道。




15. 通过管道吸入至少10 cc洗提液到注射器中，然后然后吸入少量空气，超过25cc刻度线。

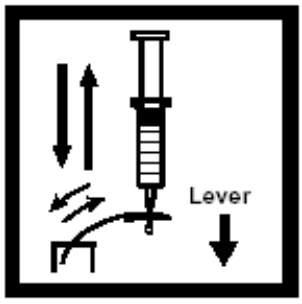



16. 推动活塞，调节溶液体积刚好为10cc。

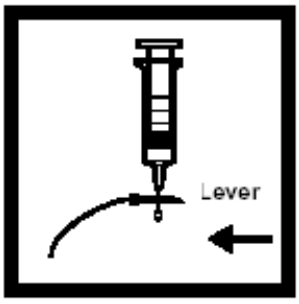



17. 转动阀门的杆，转到抽吸档(向左)，缓慢将洗提液推过LC柱(至少要30秒)。用一个25mL高筒量筒收集洗提液。

18. 加入去离子水到量筒，使体积刚好为25Ml。盖好盖子，混合。标记量筒为“试剂空白”。
注：一个试剂空白可最多用于5个样品。

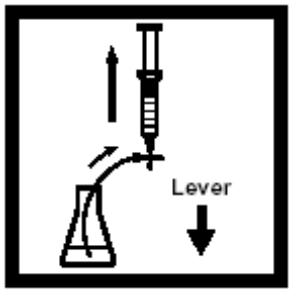



19. 阀门处于吸气档，吸入25cc去离子水清洗注射器和针筒，弃去水。




20. 重复操作，阀门处于抽吸档，水流过针筒后弃去。
注：必须清洗针筒除去残留的洗提液，不然会影响下步骤中的聚丙烯酸的吸收值。

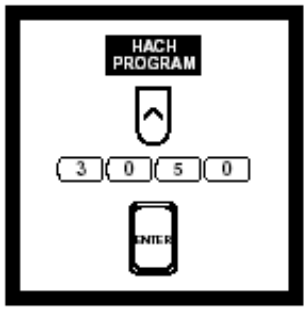
注：体积很关键。如必要时，可精确量取25。00mL去离子水到每个量筒中以校准量筒的体积，必须使用高筒量筒。




21. 将阀门转再到吸气档（向下），重复步骤8到20，用缓冲样品代替试剂空白。标记玻璃仪器为“样品”。

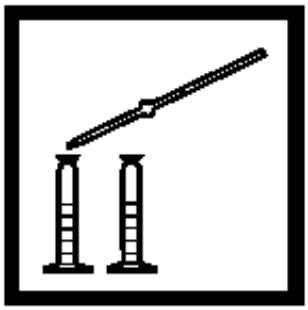
注：使用后，用2cc洗提液冲洗LC管，然后去离子水冲洗。用提供的小瓶（装有几滴洗提液）贮藏LC管。

## 聚丙烯酸 比色分析



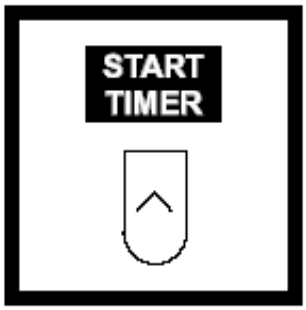

1. 在 HACH PROGRAM.下，选择聚丙烯酸程序编号3050 （对于Acumer 1100）或编号3060 （对于Acumer 1000），按ENTER。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 3050 PAA, Acumer 1100 或 HACH PROGRAM: 3060 PAA, Acumer 1000 ，波长自动调节为482nm。

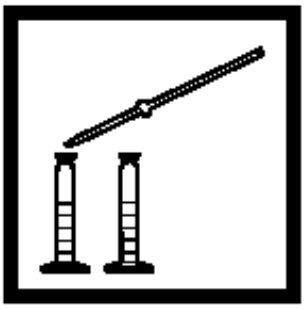


3. 分别精确量取1.00 mL聚丙烯酸1试剂到每个待测的混合量筒中，盖好盖子，混合。立即进行步骤4。

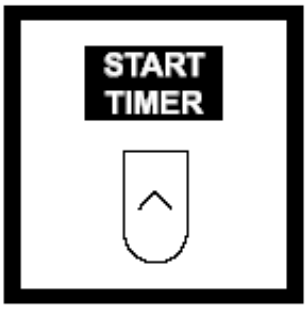
注：用体积移液管或TenSette移液管量取体积。



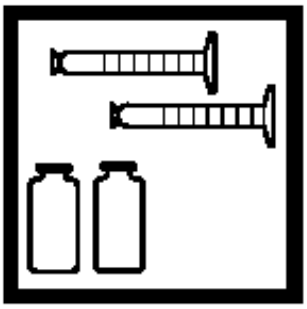

4. 按START TIMER.，开始5分钟计时。立即将量筒放黑暗处。



5. 当计时器鸣叫时，分别精确加入1.00 mL聚丙烯酸2试剂到每个量筒中，盖好盖子，混合。立即进行步骤6和7。
注：用体积移液管或TenSette移液管量取体积。

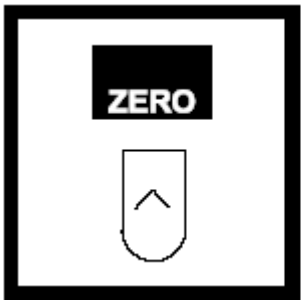



6. 按START TIMER.，开始5分钟计时。



7. 分别将溶液转移到两个干的比色瓶中，分别标记为“空白”和“样品”。5分钟颜色生成期间比色瓶置黑暗处。

8. 当计时器鸣叫时，将“样品”的比色瓶放入比色瓶槽，关上遮光盖。
注：该程序不同于标准的测量，用样品调零，读出空白。




9. 按ZERO，参照程序编号，屏幕显示：0.0 mg/L PAA1100或0.0 mg/L PAA1000

10. 立即将“试剂空白”放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示以Acumer (total solids basis)表示的聚丙烯酸含量，单位为mg/L。

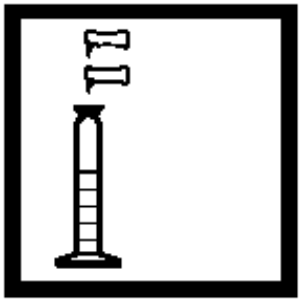
注：如测试浓度低于1 mg/L，参阅“干扰”部分。
注：对于浓度大于测试范围的，稀释样品一定倍数后重复测试。
注：黑暗处，试剂空白可稳定约15分钟，因此最多能测量5个样品。

# 钾　0~ 7.0 mg/L 四苯基硼酸盐法

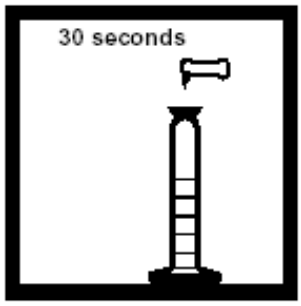
1.如果在该仪器上运行过此测试，进行“用户设计程序”。在 USER PROGRAM.下，选择钾的程序编号，按ENTER。
注；由于不同的钾3试剂间有差异，为了得到最佳结果，对每种新试剂均测定试剂空白。

2. 屏幕显示：USER PROGRAM: ### Potassium，波长自动调节为650nm。
注：### 表示校准指定的编号。

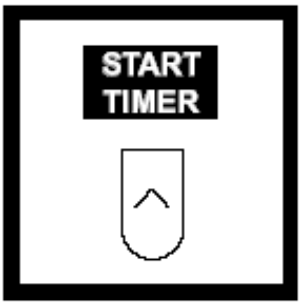
3. 往一个混合量筒中装入25mL样品。
注：对于深颜色或活捉样品，在此步骤和步骤8使用过滤过的样品。



4. 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。



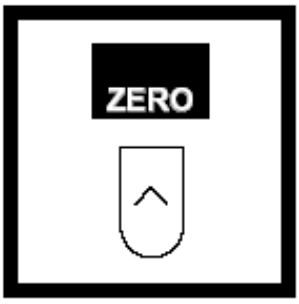

5. 在溶液澄清后，加入一包钾3试剂粉包，盖好盖子。摇晃30秒。
注：如果存在钾，将出现白色浑浊。




6.按START TIMER，开始3分钟计时。

7. 从量筒中将溶液倒入一个25mL的比色管中（待测样品）。

8. 当计时器鸣叫时，往另一个比色管中装入25mL样品（空白试样），将它放入比色瓶槽，关上遮光盖。




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，关上遮光盖。屏幕将显示钾的含量，单位为mg/L。
注；用肥皂和刷子清洁比色管。

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 ~ 5.00 mg/L 的 CTAB 二元络合物

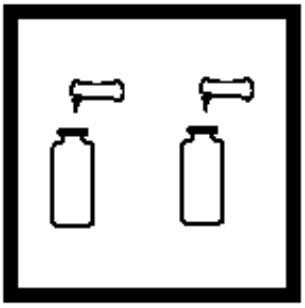
## 粉包

1. 在HACH PROGRAM.下，选择季铵盐的程序编号3200，按ENTER。

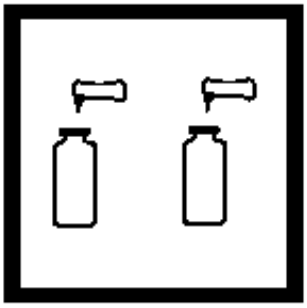
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM ： 3200 QAC，波长自动调节为575nm。

3. 往一个比色瓶中加入25mL去离子水（空白试样）。

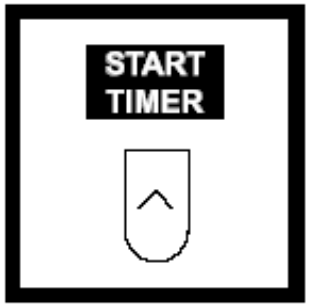
4. 往另一个比色瓶中加入25mL样品（待测试样）。
注：为了验证精确性，用5.0mg/L CTAB标准溶液代替样品。



5. 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。



6. 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。




7. 按 START TIMER，开始2分钟计时。

8. 当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。

9. 按 ZERO.，屏幕显示：0.00 mg/L CTAB。
10. 将待测试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。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 ~ 1.000 mg/L Diaminobenzidine 法

1. 在HACH PROGRAM.下，选择硒的程序编号3300，按ENTER。
注：分析前调节保存样品的pH。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 3300 Selenium，波长自动调节为420nm。
注：测量总硒，要进行蒸馏。在步骤4中使用蒸馏物。参阅步骤后之“方法概要”。

3. 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”）。

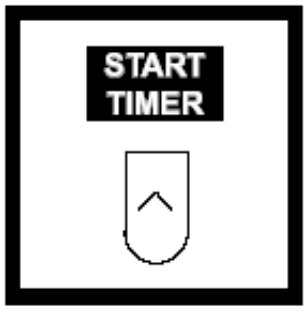
4. 量取100 mL样品到另一个500-mL的锥形瓶中（标记为“样品”）。
注：为了验证精确性，用0.5mg/L的硒标准溶液代替样品。

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

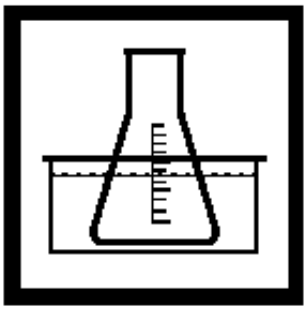
6. 分别加入一勺0.05-g量的diaminobenzidine tetrahydrochloride到每个瓶中，混合。

7. 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。

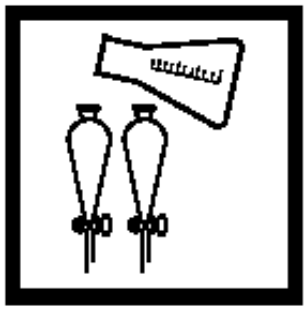
8. 在加热板或火炉上加热两个瓶，使瓶里的内容物微沸。



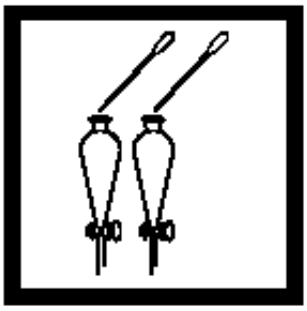

9. 按START TIMER，开始5分钟计时。在此期间，继续轻轻煮沸瓶的内容物。
注：如存在硒将呈现黄色。



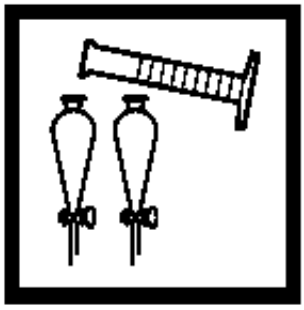
10.当计时器鸣叫时，取走两个瓶子，用水浴冷却到室温。
注：计时器鸣叫后不要再煮沸超过一分钟。



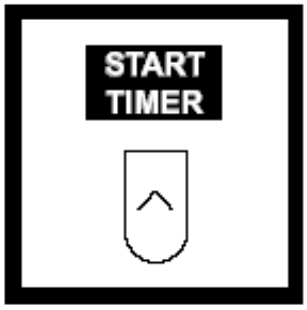
11. 将两个瓶里的内容物分别转移到两个250mL的分液漏斗中，标记其中一个为“空白试样”，另一 个为“样品”。



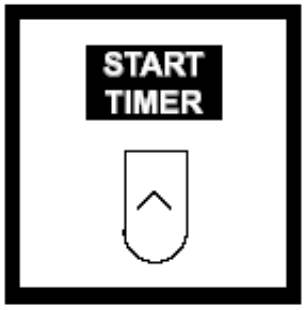
12. 用校准过的1.0mL塑料点滴器分别加入 2.0 mL的12 N 氢氧化钾标准溶液到两个漏斗中，盖好盖子，摇晃混合。



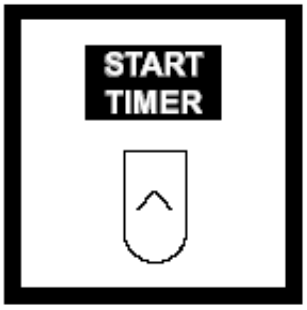
13. 分别加入 30 mL甲苯到两个漏斗中，盖好盖子，混合，然后打开活塞通气，再关上活塞。重复两次。



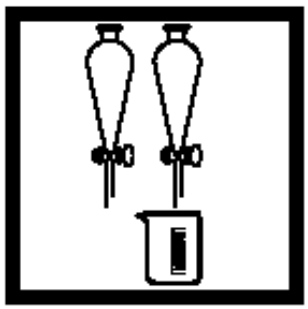

14. 按START TIMER.，开始30秒计时。剧烈摇晃“空白试样”的漏斗30秒。



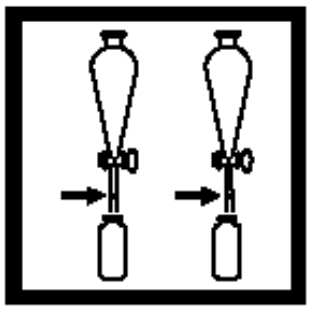

15. 按 START TIMER.，开始30秒计时。剧烈摇晃“样品”的漏斗30秒。




16. 按START TIMER，开始4分钟计时。

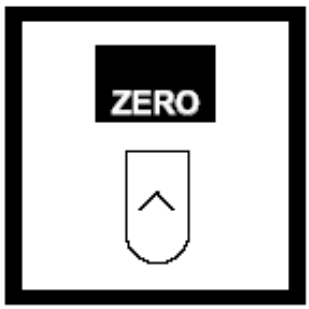


17.当计时器鸣叫时，分别将两个漏斗中的下层水层分出，弃去。



18. 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。

19. 将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。




20. 按ZERO.，屏幕显示：0.000 mg/L Se。

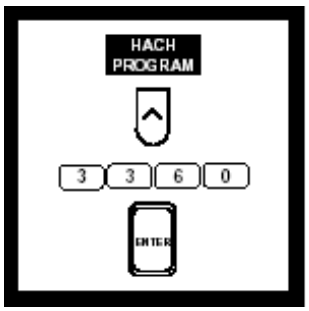
注：完成步骤19到21之前不要超过计时器鸣叫后5分钟。
注：用干的吸收棉花过滤甲苯可除去水分和悬浮的微粒。
注：生成的颜色稳定，但是应尽快测量。
注：可用玻璃塞子比色管防止样品挥发。

21. 将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示硒的含量，单位为mg/L。

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 杂多蓝法 0-1.600mg/l $SiO_2$.

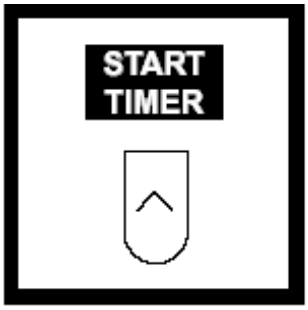



1、在 HACH PROGRAM 下输入程序编号 3360 按 ENTER。

2、屏幕将出现 HACHPROGRAM ：3360 Silica, LR 且自动调整波长至 815nm。

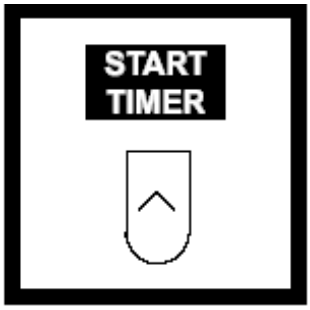
3、将两个样品瓶注入 10ml 的样品。

4、各加入 0.5ml Mloybdenum 试药并充分摇晃混合。



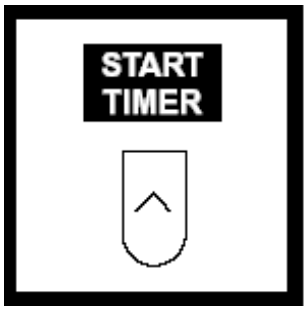

5、按 START TIMER 开始计时 4 分钟。

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。



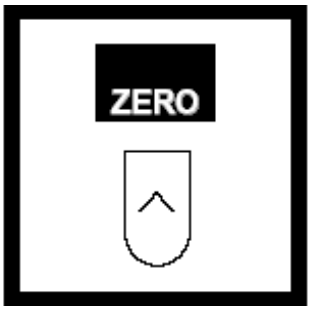

7、按 START TIMER 开始计时 1 分钟。

8、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）。




9、按 START TIMER 开始计时 2 分钟。

10、计时终了，将空白试样放入 DR/4000 盖上遮光盖。




11、按 ZERO 归零，屏幕会出现 0.00mg/l $SiO_2$。

注：使用试剂空白校正会更准确。

12、将试样瓶放入 DR/4000，盖上遮光盖，即可测得 mg/l $SiO_2$ 浓度。

注：硅 SILICA（H） Silicomolybdate Method 0-100mg/l SiO2，使用HACH程序3350.

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 $PO_4$，不干扰。60 mg/L的$PO_4$，–2%的干扰，75 mg/L的 $PO_4$，-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。 |

# 银 0 ~ 0.700 mg/L 比色法

1. 在 HACH PROGRAM下，选择银的程序编号3400，按ENTER。
注：分析前调节样品的pH。

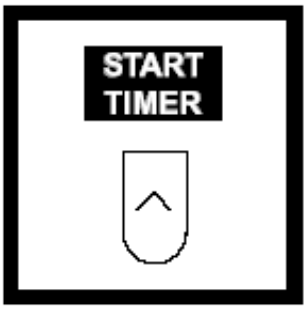
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM： 3400 Silver，波长自动调节为560 nm。
注：为了得到最佳结果，对每种新试剂均测定试剂空白。

3. 各加入一包银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。

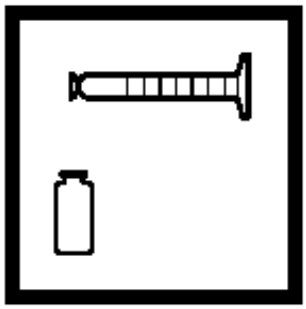
4. 各加入一包银2试剂粉包到两个混合量筒中，混合，使粉末完全湿润。
注：当倒入粉末时形成结块，粉末将不完全溶解从而抑制颜色生成。

5. 用 50-mL量筒加入50 mL 样品到步骤4中的50-mL混合量筒中，盖好盖子。倒转混合一分钟。
注：为了验证精确性，用0.50mg/L银标准溶液代替样品。

6. 往一个比色瓶中装入混合液到10mL刻度（空白试样）。加入一包硫代硫酸钠粉包，混合30秒使粉末溶解。




7. 按START TIMER.，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10mL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，关上遮光盖。

10. 按 ZERO.，屏幕显示：0.000 mg/L Ag

11.将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示银的含量，单位为mg/L。

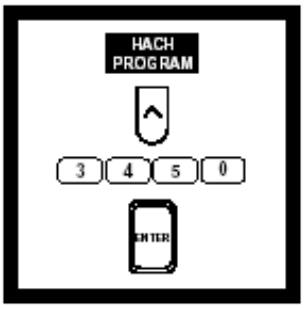
干扰

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，铁 | 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，镍，锰 | 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 |
| 铅 | 负干扰，超过13 mg/L |
| 镁 | 正干扰，超过2000 mg/L |
| 汞 | 正干扰，超过2 mg/L |
| 锌 | 负干扰，超过70 mg/L |

## 硫酸盐 0 ~70.0 mg/L SulfaVer 4法

## 粉包或安培瓶

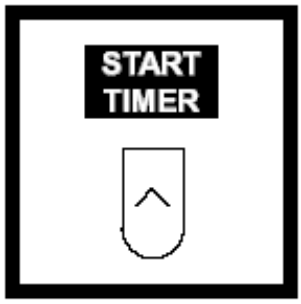



1. 在 HACH PROGRAM.下，选择硫酸盐程序编号3450，按ENTER。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM ： 3450 Sulfate，波长自动调节为450 nm。
注：对每种新试剂必须调节标准曲线。

3. 往一个干净的比色瓶中装入 25 mL 样品。
注：过滤浑浊样品或有颜色样品。在该步骤和步骤6中使用过滤过的样品。
注：为了验证精确性，用70.0 mg/L硫酸盐标准溶液代替样品。

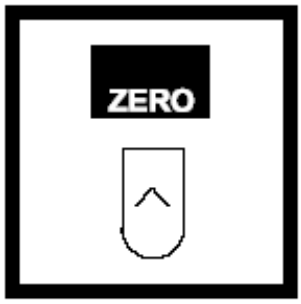
4. 加入一包 SulfaVer 4 试剂粉包到比色瓶中，（待测样品），混合。
注：如果存在硫酸盐，将出现白色浑浊。
注：已经沉下来的不溶粉末不影响精确性。




5. 按 START TIMER，开始5分钟计时。
注：让比色瓶静置。

6. 往另一个干净的比色瓶中装入 25 mL 样品（空白试样）。

7. 当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。



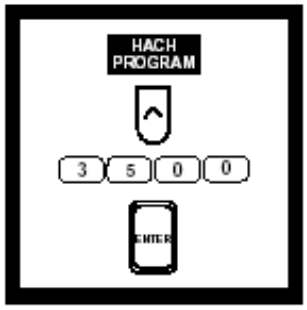

8. 按 ZERO.，屏幕显示：0.0 mg/L $SO_4^{2-}$

9. 计时器鸣叫后5分钟内，将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示硫酸盐的含量，单位为mg/L。

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 $SiO_2$ |

# 硫化物 0 ~ 800 μg/L 亚甲蓝法




1.在HACH PROGRAM.下，选择硫化物程序编号3500，按ENTER。
注：必须立即分析样品，不要过度扰动样品。

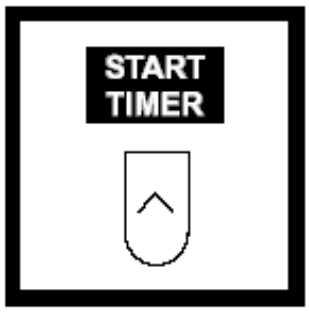
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM： 3500 Sulfide，波长自动调节为665 nm。，

3. 量取25 mL样品到一个比色瓶中，此为待测样品。
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. 量取25 mL去离子水到另一个比色瓶中（空白试样）。

5.分别加入 1.0 mL硫化物1试剂到每个管中，混合。
注：用校准过的1mL点滴器。

6. 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。




7. 按 START TIMER.，开始5分钟计时。

注：如果要稀释，会有硫化物的损失。

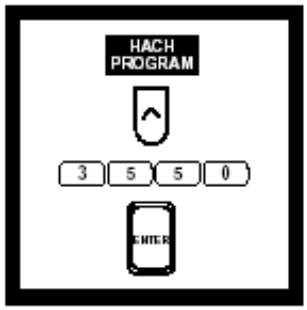
8.当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。

9. 按 ZERO.，屏幕显示：0 $\mu$g/L $S^{2-}$

10.将待测样品放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示硫化物的含量，单位为$\mu$g/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。 |



## 丹宁及木质素 0 to 9.00 mg/L 酪氨酸法

1. 在 HACH PROGRAM.下，选择丹宁及木质素程序编号3550，按ENTER。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM ： 3550 Tannin and Lignin ，波长自动调节为700nm。

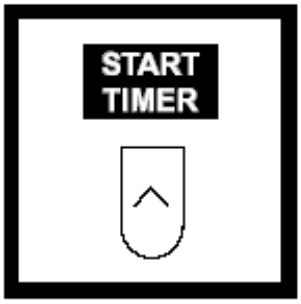
3.往一个干净的比色瓶中装入去离子水到25mL刻度（空白试样）。

4. 往另一个干净的比色瓶中装入样品到25mL刻度（待测试样）。

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。

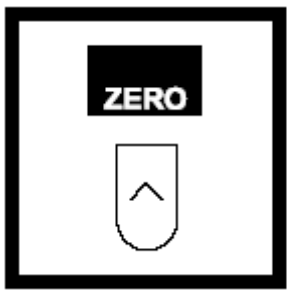
5. 分别量取0.5 mLTanniVer 3 丹宁-木质素试剂到两个管中，混合。

6. 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。




7. 按START TIMER.，开始25分钟计时。

8. 当计时器鸣叫时，将空白试样放入比色瓶槽，关上遮光盖。



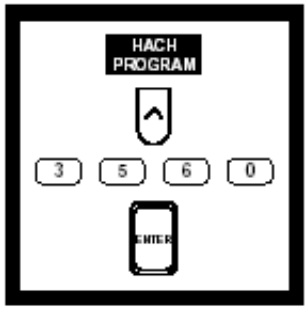

9. 按 ZERO.，屏幕显示：0 mg/L Tannin。

10. 将待测样品当入比色瓶槽，关上遮光盖。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。 |

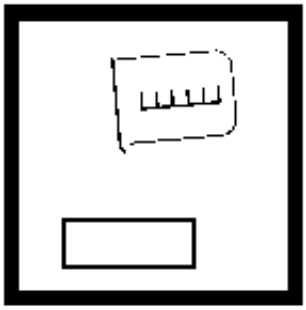
## 三卤代甲烷 THM Plus™ 法




1. 在HACH PROGRAM下，选择Trihalomethane (THM)程序编号3560，按ENTER。
注：要得到更精确的结果，使用配套的比色瓶。

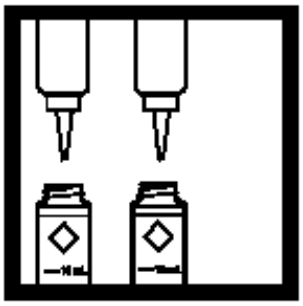
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM： 3560 THM Plus，波长自动调节为515nm。

3. 准备热水浴：往蒸发皿中加入500mL水，将皿放在加热板上，打开加热开关。
注：如果分析超过4个样品，用450mL的水。



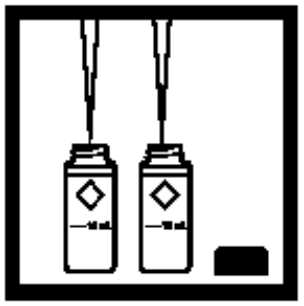
4.准备冷却水：加入500mL冷水（18~25° C）到另一个蒸发皿中。
注：保持水温为18~25° C。
注：如果分析超过4个样品，用450mL水。

5. 往两个比色瓶中各装入样品至10 mL刻度线。其中一个标记为“样品”，另一个标记为“空白”。



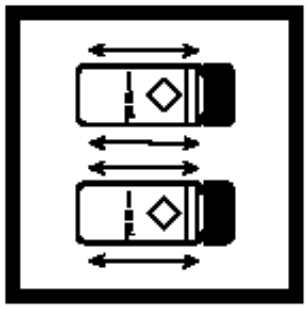
6. 加入3滴THM Plus试剂1到每个比色瓶中。

7. 把盖子盖严实，摇晃每个管3次轻轻混合。
注：剧烈摇动会引起THMs 损失。

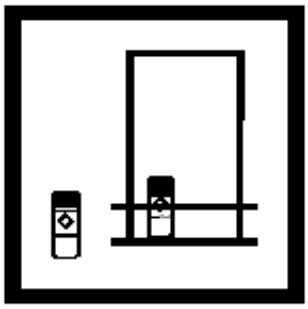


8. 用 TenSette移液管分别加入3 mLTHM Plus试剂 2到每个管中。
注：该液体很粘，移液管中会留下少量的液体，但这不影响结果。
注：使用前，让THM Plus试剂 2回到室温。

注：立即进行步骤5到9，防止样品中的THMs挥发损失。如果测定多个样品，完成了每个样品的步骤5到9后，才开始进行下一个样品的测定。
注：如果使用移液管量取样品，必须动作迅速，并且不能漏气或倒吸。

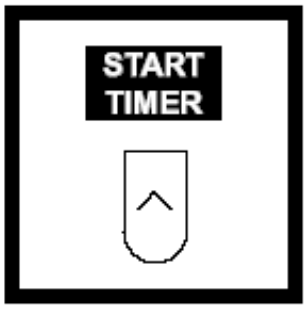


9. 把盖子盖严实，摇晃10次，混合。
注：确保THM都溶于液体中。

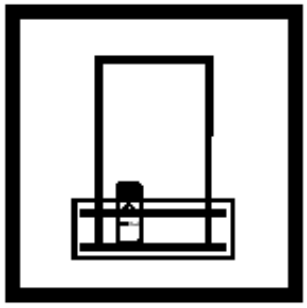


10. 将“样品”比色瓶放入比色瓶槽，将“空白”放置一边。

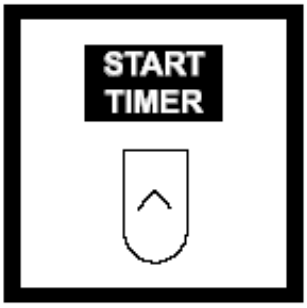
11. 当水烧开后，将篮子放入热水浴中。
注：不要让水浸泡到比色瓶顶部的白线。




12. 按START TIMER 1，开始5分钟计时。

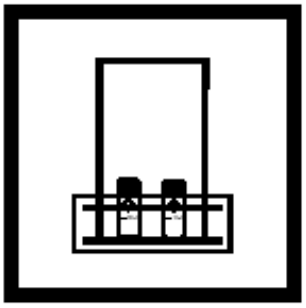


13. 快结束计时时，将篮子和比色瓶从热水浴中取出，放入冷水浴中。

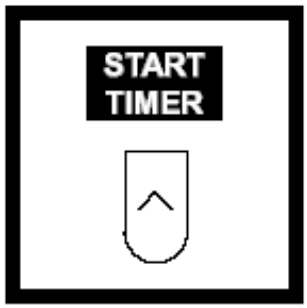



14. 按START TIMER 2，冷却3分钟。快结束冷却计时时，将比色瓶从冷水浴中取出。

15. 用Repipet Jr各加入1 mL的THM Plus试剂3到“样品”和“空白”的比色瓶中，混合。
注：样品和空白会变暖。
注：该液体很粘，用其它移液方法很难移取。

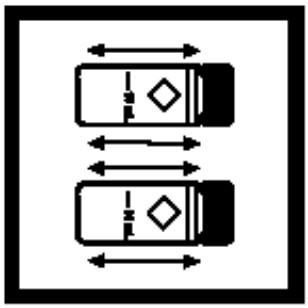


16. 取新的冷自来水，更换冷却水，将装有“样品”和“空白”的比色瓶的篮子放入冷水浴中。

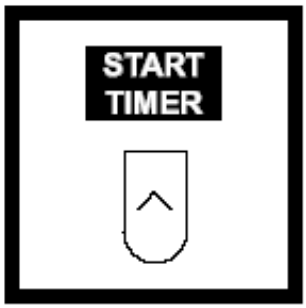



17. 按 START TIMER 3，开始3分钟冷却时间。快结束冷却时，从冷水浴中取出比色瓶。
注：冷却结束时，样品的温度应在15 到25 ℃ 之 间 。

18. 分别加入一包THM Plus试剂4粉包到“样品”和“空白”的比色瓶。

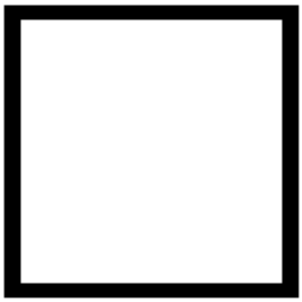


19. 把每个管都盖严实，摇晃10次。
注：所有的粉末应都溶解。




20. 按 START TIMER4，开始15分钟颜色生成时间。

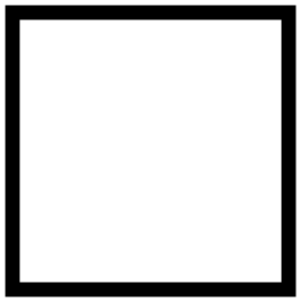
21.颜色生成期间，将真空安培瓶适配器插入仪器。



22.用湿毛巾擦试剂空白的管，然后用干毛巾擦，可除去指纹和其它印痕。

23. 15分钟结束后，将“空白”的比色瓶放入比色瓶槽，关上遮光盖。

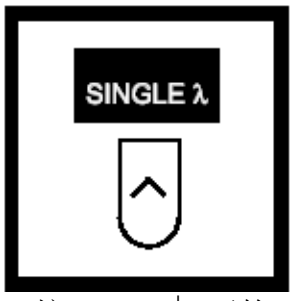
24. 按ZERO.屏幕显示：0 ppb $CHCl_3$。



25. 用湿毛巾擦样品的管，然后用干毛巾擦，可除去指纹和其它印痕。

26. 将待测样品的比色瓶放入比色瓶槽，关上遮光盖。屏幕将显示氯仿的含量，单位为ppb。

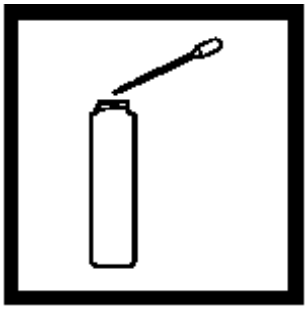
## 毒性 ToxTrak Method (0 to 100% Inhibition)




1.按*SINGLE*└.下的键，按*GO TO*└下的键，按603选择603 nm，按ENTER。

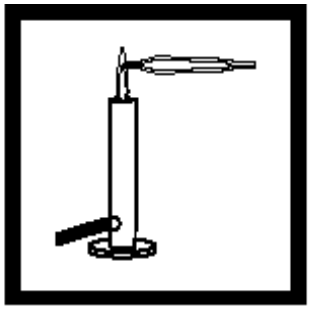
2.显示ZERO REQUIRED。

## 疫苗培养



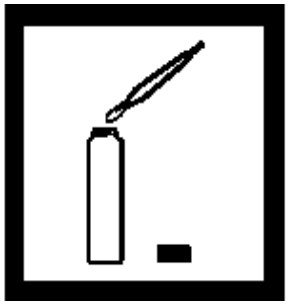
使用天然样。
1.用滴管加入1.0ml样品到反应管Tryptic Soy Broth Tube.

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）

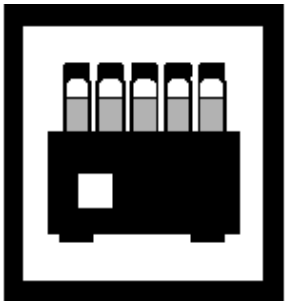


使用Bactrol碟。
3.用酒精和火焰消毒镊子。

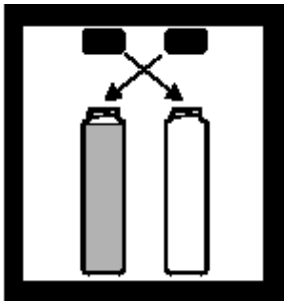
4.打开Bactrol inoculum瓶盖，用消毒镊子夹出一个Bactrol Inoculum Disk。



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。

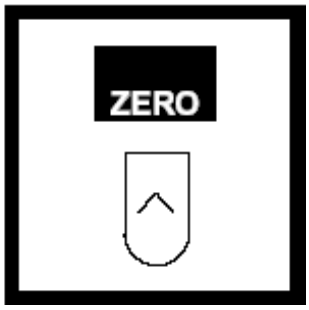
## 毒性 ToxTrak Method (0 to 100% Inhibition)

## 光度法

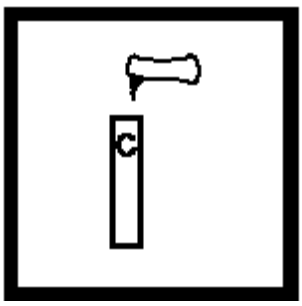
1.把16-mm样品适配器放入机内。

2.加入去离水到16-mm比色皿，并用棉纸擦净四周，用此作空白。

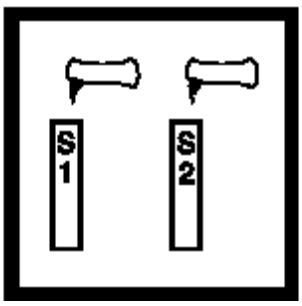
3.比色皿放入机内，盖上遮光盖。




4.按ZERO下的键，萤幕显示0.000 ABS。

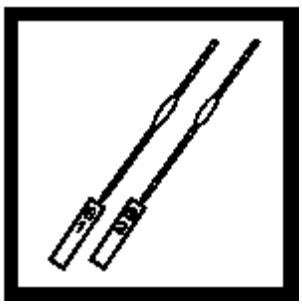



5.把一个反应皿定为"控制"，把毒性预制试剂倒入。

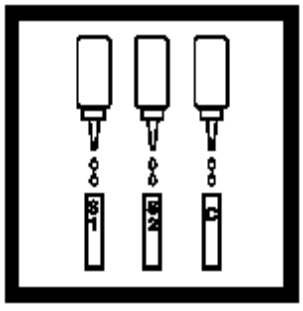



6.清楚标识每个反应皿，重复第五步。

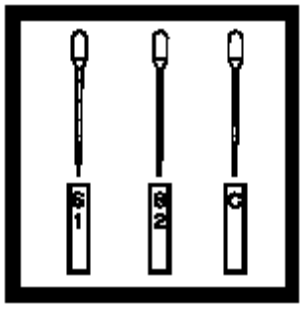
7.加入0.5ml去离子水于控制瓶内。
注：保证去离子水为无毒性。



8.加入0.5ml样品到每一个瓶内。




9.加入2滴Accelerator Solution到各反应皿，加盖摇匀。




10.加入0.5 mL预制疫苗于每个管，加盖摇匀。

11.把控制瓶放入机内，盖上遮光盖，记下吸光度。

12.重复上一步骤，记下各样品的吸光度。

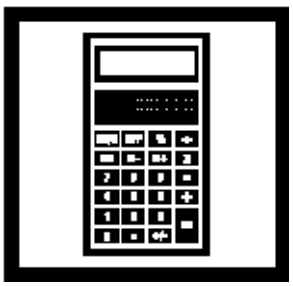
13. 让各反应管反应，到控制管吸光度下降0.60 ±0.10 abs，将会用45-75分钟。

14. 当控制管吸光度下降0.60 ±0.10 abs，把空白管放入机内，盖上遮光盖。

15. 按ZERO，显示0.000。

16. 把控制管放入机内，测量，记下其吸光度值。

17. 把每个样品反应管放入机内，测量，记下其吸光度值。



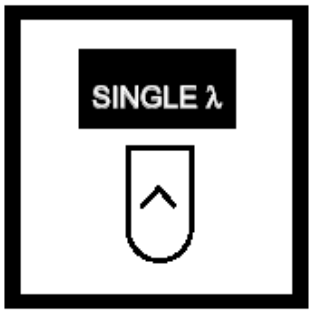
18. 计算抑制度%。

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：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。

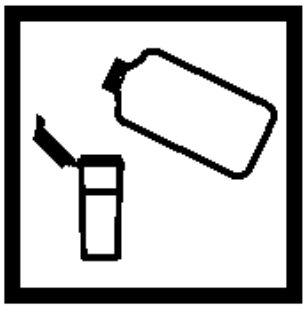
## 土中TPH 免疫法(10 和 100 ppm TPH thresholds*)




1.按 SINGLE λ，按 GO TO λ，输入450，选择波长为450nm，按ENTER。

2. 屏幕显示：ZERO REQUIRED

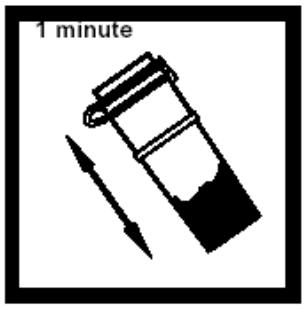
PCB 第 1 阶段： 土壤提取



1. 往提取瓶中装入0.75oz的土壤提取剂溶液。
注：这相当于20mL土壤提取剂溶液。

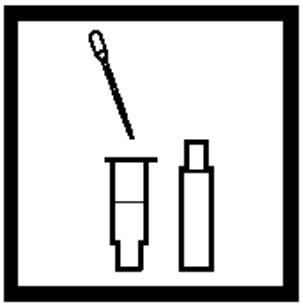
2. 将塑料称量船放上分析天平，平衡天平。

3. 称取10 ±0.1 g的土壤，小心将其倒入提取瓶中。

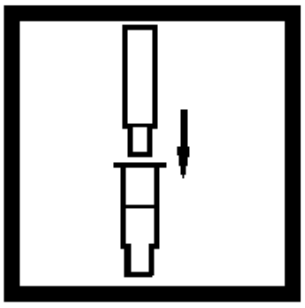



4. 把提取瓶盖严实，强烈摇晃1分钟。

5. 让瓶静置1分钟，轻轻打开瓶。

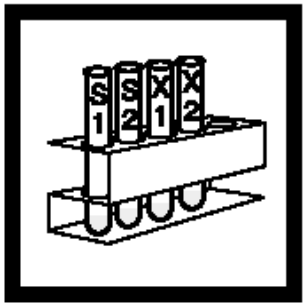


6. 用移液管移取提取瓶中上层的1.0-1.5 mL溶液到过滤瓶中。
注：不要超过1.5mL。

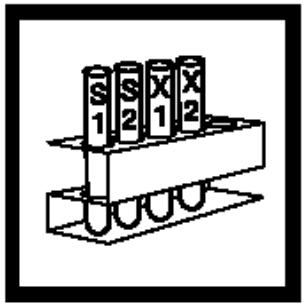


7. 将过滤活塞插入过滤瓶中，压紧，在活塞中心收集至少0.5mL过滤样品。

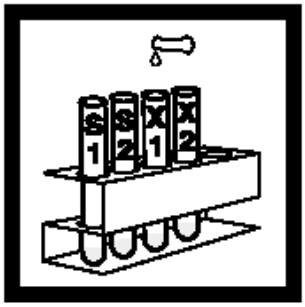
PCB 第2阶段：制备样品和标准



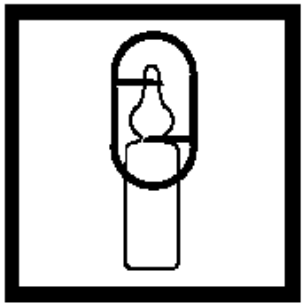

1. 标记四个TPH酶联管，“标准1”，“标准2”，“样品1”，“样品2”。
注：“样品1”，“样品2”可以是相同的样品或相同样品的不同稀释溶液或两个不同的样品。
注：TPH酶联管和抗体管是配套的，用不配套的会产生错误的结果。



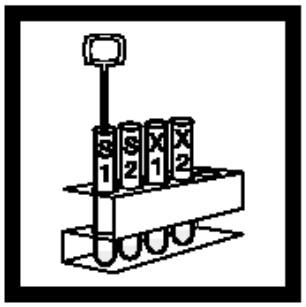

2. 对步骤1中的每一个标准和样品分别标记一个相应的抗体管。注意相应标记 10- 或 100ppm 样品。



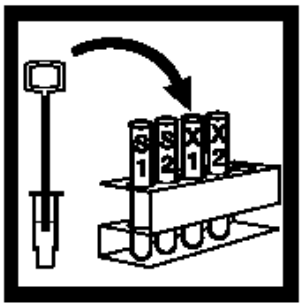

3. 打开一包TPH 缓冲粉剂，将其倒入“标准1”酶联管中，对其它酶联管采取相同操作。



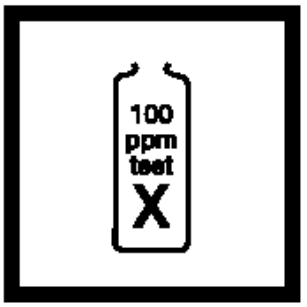
制备TPH标准
4. 打开一个TPH标准安培瓶。



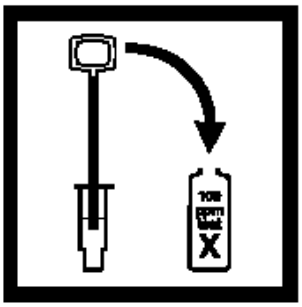

5. 用 WireTrol 移液管移取 0.05mLTPH 标准溶液加入到“标准1”和“标准2”的TPH酶联管中，充分混合。



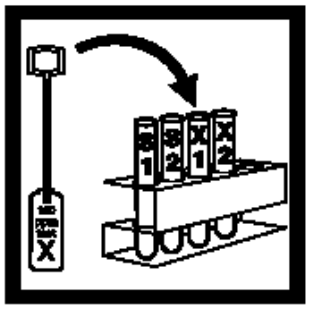

制备10ppm Threshold测量用的样品
6. 用WireTrol移液管移取0.05mL样品提取液加入到“样品1”和“样品2”的TPH酶联管中，充分混合。




制备100ppm Threshold测量用的样品
7. 分别对每个样品标记一个100-ppm TPH稀释安培瓶，开打每个稀释安培瓶。

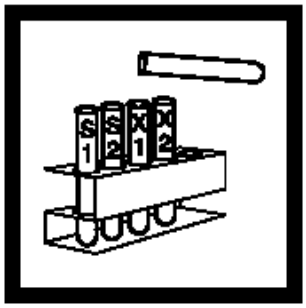



8. 用WireTrol移液管从过滤活塞中移取0.1mL样品提取液加入到100ppm稀释安培瓶中，充分混合。



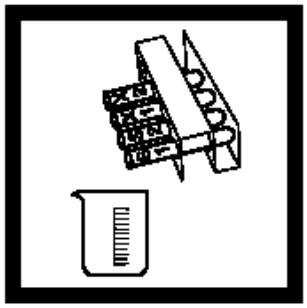
9. 用WireTrol移液管从100ppm稀释安培瓶中移取0.05mL稀释样品提取液加入到“样品1”和“样品2”的TPH酶联管中，充分混合。

TPH 第3阶段: 免疫测定-本阶段的步骤需要准确计时。

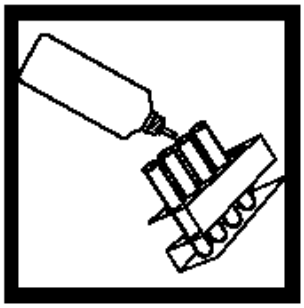


1.将酶联管内容物倒入相应的TPH抗体管中，混合。
注：TPH酶联管和抗体管是配套的，用不配套的会产生错误的结果。

2. 开始10分钟计时。
注：该阶段样品中的被分析物会与酶争夺抗体管内少量的连接位点。



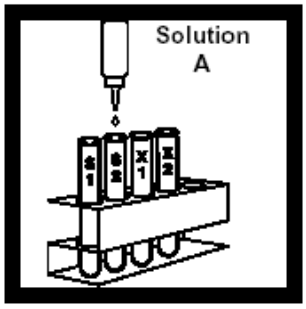
3. 10分钟后将TPH抗体管的内容物倒入废物缸。



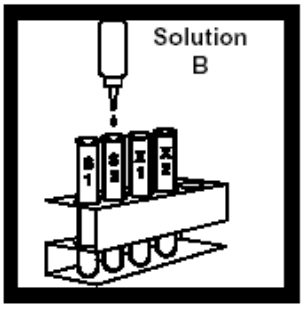
4. 用洗液彻底清洗每个管4次，将管倒空，内容物放适当的废物缸。充分摇晃确保每次洗完后没有洗液残留。
注：洗液是一种无害的清洁剂。

5. 立即进行下一阶段测试。
注：确保每次洗后不残留洗液，翻转管子，用纸巾吸干。管内会有泡沫，但不影响结果。

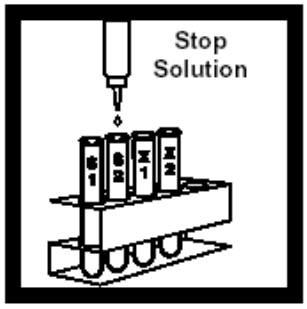
PCB 第 4阶段：颜色生成



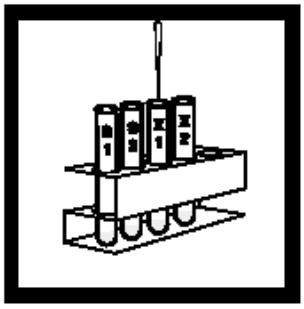

小心查看试剂标签！必须按序加入试剂才能得到有效结果。
1.分别加入 5滴溶液A到每个管子中，盖上瓶盖。
注：垂直拿取试剂瓶，否则出现错误结果。




2. 开始2.5分钟计时，立即分别加入5滴溶液B到每个管中，混合，盖上盖子。
注：按相同顺序滴加溶液到管子中，确保时间一致（例如从左到右），一些管子内的溶液会变蓝。

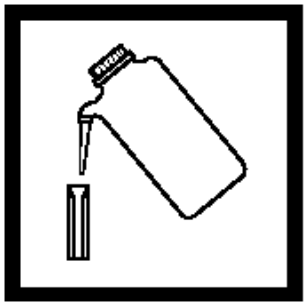



3. 让每管刚好反应2.5分钟，然后滴加5滴免疫停止溶液到每个管中，盖上盖子。
注：当加入停止溶液后蓝色溶液将变成黄色。PCB浓度与生成的颜色成反比，浅颜色表示高水平的PCB。



4. 用TenSette移液管和一新的吸头分别加入0.5mL去离子水到每个管中，混合。

PCB 第5阶段：颜色测量

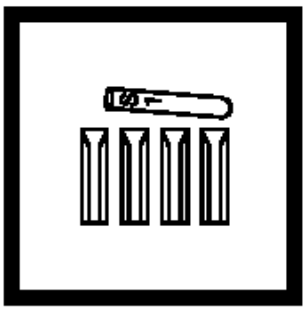


1. 往一个1-cm比色皿中装入去离子水（空白试样）。
注：不要接触比色皿透明侧。

2. 将1-cm Microcell适配器插入比色瓶槽。

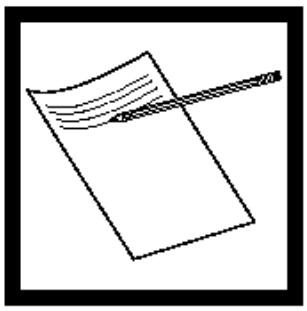
3. 将空白试样放入比色瓶槽，令比色皿的“V”面朝右，关上遮光盖。
注：比色皿的透明侧应朝仪器。

4. 按 ZERO，屏幕显示：0.000 ABS。



5. 将标准和样品抗体管中的溶液分别倒入相应的标记有1.5mL的1cm比色皿中。

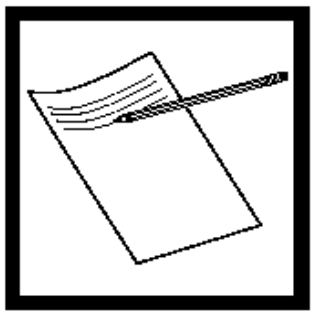
6. 将“标准1”比色皿放入比色瓶槽，关上遮光盖。



7. 记录吸收值。

8. 重复步骤6和7，测量“标准2”比色皿。
注：如果标准1和标准2的吸收值相差0.325以上，从第2阶段的制备标准开始重新测试。

9. 将“样品1”比色皿放入比色瓶槽，关上遮光盖。
注：PCB浓度与颜色（或吸收值）成反比。



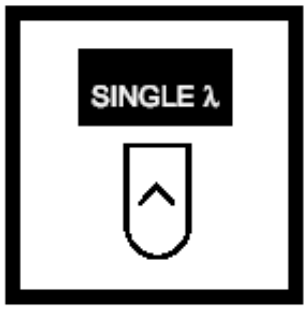
10. 记录吸收值。

11. 重复步骤 9 和 10，测量“样品 2”的比色皿，参阅表 1 解释结果。

表 1

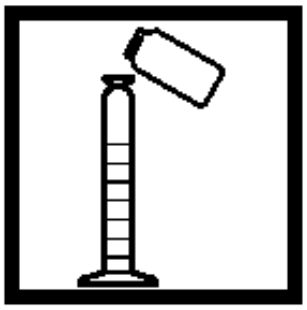
| 如样品吸收值为… | 10ppm Threshold | 100ppm Threshold |
|---|---|---|
| …少于最高标准吸收 | 样品 TPH 大于 10ppm | 样品 TPH 大于 100ppm |
| …大于最高标准吸收 | 样品 TPH 小于 10ppm | 样品 TPH 小于 100ppm |

# 水中TPH 免疫法(Thresholds vary according to analyte) (0 ～0.800 mg/L)




1. 按SINGLE λ，然后按GO TO λ，键盘输入450nm，按ENTER。

第1阶段:
样品制备：
1.标记一个样品收集器。收集至少100mL样品。分析前冷藏样品以减少在样品制备和免疫测定中化合物挥发损失。
注：测试前阅读该步骤后的测量提示。



2. 从下面的表1中选择所需的样品体积。量取所需的样品体积到50mL量筒中。加去离子水至50mL刻度线。混合。
注：结果以m-xylene表示。对于其他化合物，参阅“灵敏度部分”。

3. 加入一包TPH Stabilizing Agent 试剂粉包到一个空的样品瓶中。在瓶上标记上样品及稀释的情况。
注：每次使用后弃置或循环再用样品瓶，以防样品的交叉污染。

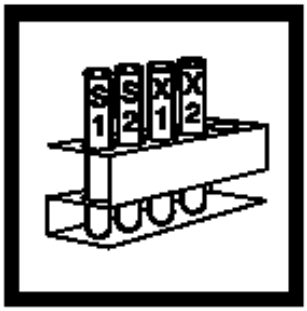
4. 将样品倒入有标记的样品瓶中直到瓶满。盖上盖子。混合直到TPH Stabilizing Agent 溶解。立即进行第 2 阶段。

冷藏样品

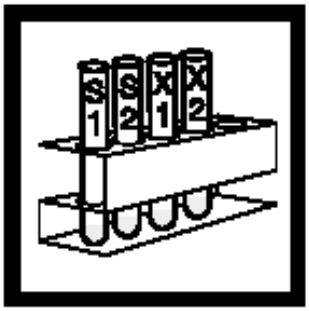
表1 m-Xylene的样品稀释表

| Threshold | 样品体积 |
|---|---|
| 220 ppm as m-xylene | 50 mL |
| 550 ppm as m-xylene | 20 mL |
| 1.1 ppm as m-xylene | 10 mL |
| 2.2 ppm as m-xylene | 5 mL |
| 5.5 ppm as m-xylene | 2 mL |
| 11 ppm as m-xylene | 1 mL |
| 22 ppm as m-xylene | 0.5 mL |
| 55 ppm as m-xylene | 0.2 mL |
| 110 ppm as m-xylene | 0.1 mL |

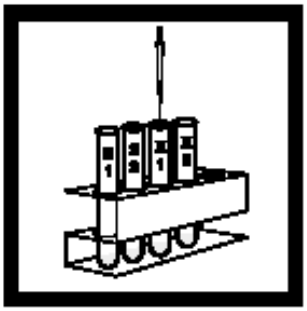
**第2阶段：免疫测定(本阶段的步骤需要准确计时)。**



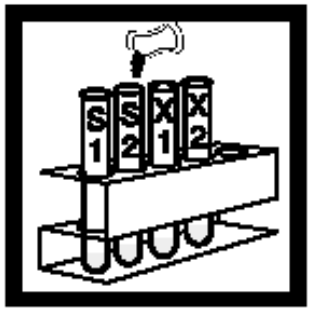

1.标记4个TPH抗体管，分别为标准1，标准2，样品1，样品2，留待步骤7使用。
注：TPHEnzyme Conjugate与TPH抗体管配套。用不配套的其他试剂管会引起错误的结果。



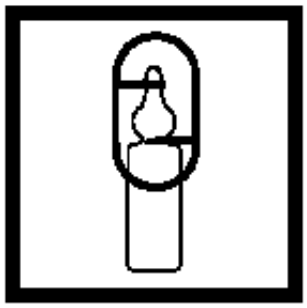

2.标记4个TPH Enzyme Conjugate Tubes，分别为标准1，标准2，样品1，样品2。
注：样品1和样品2管可以是重复的样品、不同稀释度的样品或两个不同的样品。



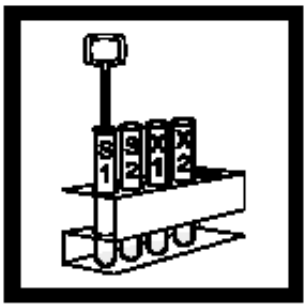
3. 用TenSette Pipet, 加入2.0 mL待测试样到标记为样品1和样品2的TPH Enzyme Conjugate tubes 中。



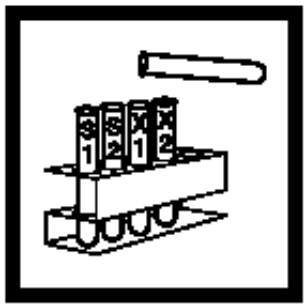

4. 往标记为标准1，标准2的TPH Enzyme Conjugate Tubes 中各加入一包TPH 标准缓冲溶液粉包。
注：如果溶液流不出来，挤压粉包的底部。



5. 打开TPH Standard ampule。

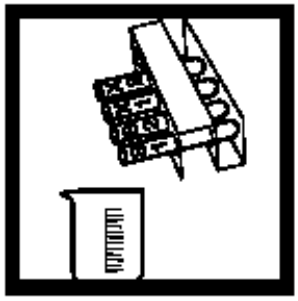



6. 用WireTrol Pipet, 加入50 µL TPH Standard 到标记为标准1，标准2的TPH Enzyme Conjugate tubes中，充分混合。

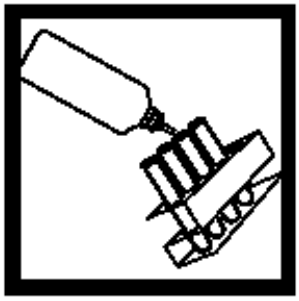



7. 将TPH Enzyme Conjugate Tubes 的内容物倒入相应的TPH抗体管中，混合。

8. 开始计时10分钟。
注：在此阶段，样品中的m-xylene和其他取代芳香烃与enzyme conjugate竞争少量固定在抗体管内壁的连接位点。



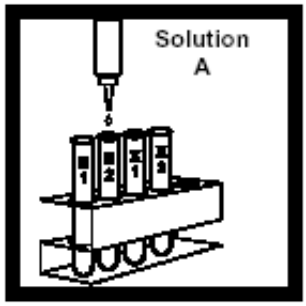
9. 10分钟后，将TPH抗体管中的内容物倒入容器中。



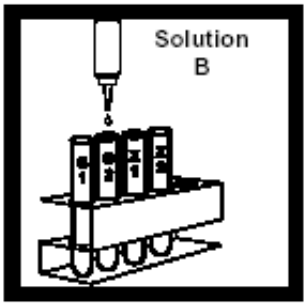
10. 用洗液彻底清洗每个管4次，倒空每个管，振荡，使每次洗完后都不残留洗液。

11. 立即进行下一阶段操作。
注：将管倒转并在纸巾上轻擦，确保管内不残留洗液。管内的泡沫对结果不影响。

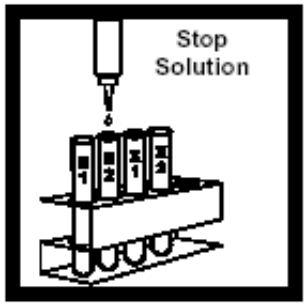
## 第3阶段：颜色生成



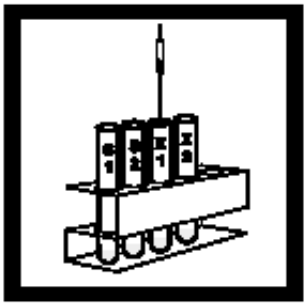

小心检查试剂标签！试剂必须按顺序添加。
1.加入5滴溶液A到每个管中，重新盖上瓶盖。
注：让试剂瓶盖保持垂直，否则出现错误结果。




2.开始2.5分钟反应计时，立即加入5滴溶液B到每个管。混合。重新盖上瓶盖。
注：某些或所有管中的溶液将变蓝。




3. 恰好2.5分钟时，加入5滴止停溶液到每个管。重新盖上瓶盖。
注：当加入止停溶液后蓝色溶液将变黄色。TPH浓度与颜色成反比，浅颜色表明高TPH水平。



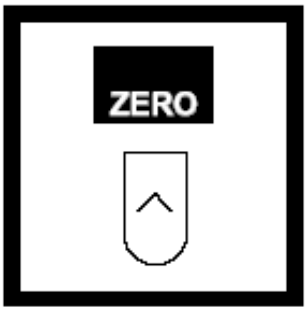
4. 用TenSette Pipet以及一支新的吸头，加入0.5mL去离子水到每个管。混合。

## 第4阶段:颜色测量

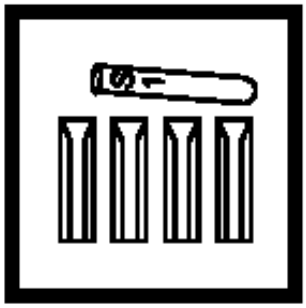
1. 往1cm的管中加入1.5 mL去离子水（空白试样）。用纸擦去管外壁的污物和指纹。
注：避免触摸1cm管的干净侧，取拿时接触带磨砂的一侧。

2.将Microcell Adapter 放入比色瓶槽。

3. 将空白试样放入比色瓶适配器，管的带“V”端朝右。关上遮光盖。I
注：比色瓶干净侧必须处于仪器的光路中。

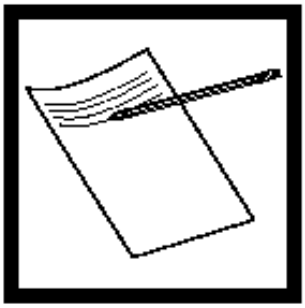



4.按ZERO，屏幕将显示：0.000 ABS。



5.对每个标准和样品的抗体管各标记一个1cm microcell。将标准管和比色瓶中的溶液倒入相应的1cm管中。

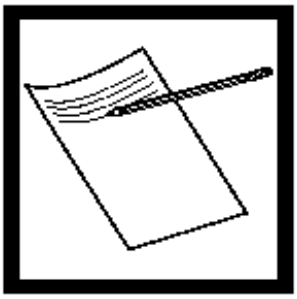
6. 将标准1的管放入比色瓶槽。关上遮光盖。



7. 记录吸收值。

8. 对标准2， 重复步骤7-8。
注：如标准1和标准2的吸收值相差超过0.325，从第2阶段开始重复测试。

9. 将样品1的管放入比色瓶槽。关上遮光盖。
注：TPH浓度与颜色深度成反比（或者吸收值）。深颜色表明样品的TPH含量低。

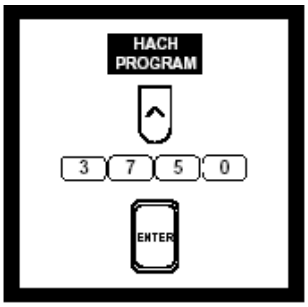


10. 记录吸收值。

11. 对样品2，重复步骤9-10。参阅下面的表格来解释结果。

表 2 测定样品是否超过 TPH Threshold 域值

| 如样品吸收值为… | 样品 TPH 浓度为… |
|---|---|
| …少于最高标准吸收 | …大于所选的 Threshold 域值 |
| …大于最高标准吸收 | …小于所选的 Threshold 域值 |



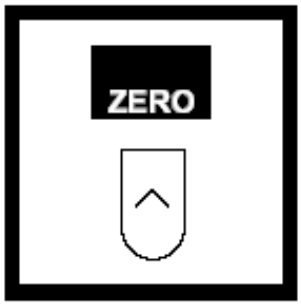
## 浊度 消光法（直读）（0 ～5000 Formazin Attenuation Units*）

1.在HACH PROGRAM下，选择turbidity in FAUs 的程序编号3750，按ENTER。
注：结果是以FAU形式给出，而不是Nephelometric Turbidity Units。当测定formazin时，一个FAU相当于一个NTU，而当测定样品或其他标准物时，一个FAU并不一定等于一个NTU。

2. 屏幕显示：HACH PROGRAM: 3750 Turbidity, Absorb，波长自动调节为860nm。

3. 使用一套配套的比色瓶。往其中一支干净的带塞子的比色瓶中装入10mL去离子水至刻度线（空白试样）。塞好塞子。
注：对于深色样品，过滤一部分样品，并用它代替去离子水。参阅“实验室可选择的仪器与设备”。

4. 用样品冲洗另外一支配套比色瓶，然后装入样品至10mL刻度线。塞好塞子（待测试样）。



5. 用干净柔软的布拭擦比色瓶的两侧。
注：抓比色瓶的上部。
注：在比色瓶外壁抹上少量硅油，可以减少测量仪器表面缺陷带来的影响。

6.将空白试样放入比色瓶槽。关上遮光盖。
注：不要扰动比色瓶中的液体。

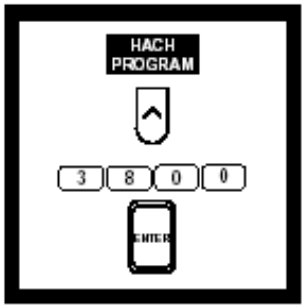
7. 按ZERO，屏幕显示：0 FAU。

8. 轻轻地倒转待测试样几次。马上将它放入比色瓶槽。关上遮光盖。屏幕将显示FAU turbidity 。
注：不要摇动样品。摇动会产生气泡，从而引起不确切的高浑浊读数。

干扰

| 干扰物质 | 干扰水平和处理 |
| --- | --- |
| 气泡 | 在所有水平上均干扰。使用该程序后的“所需的仪器与设备”中所列的可选择的degassing kit或ultrasonic bath对样品degass。 |
| 颜色 | 如果颜色吸收860nm的光产生干扰 |
| 温度极端 | 由于会改变样品的浑浊度，可能会带来干扰。采集样品后尽快分析。分析时的温度与原始样品分析时一致。 |

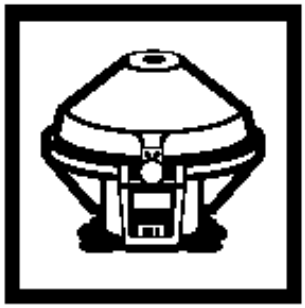
# 挥发性酸　0 ~ 2800 mg/L 酯化法




1.在HACH PROGRAM下，选择挥发性酸程序编号3800，按ENTER。

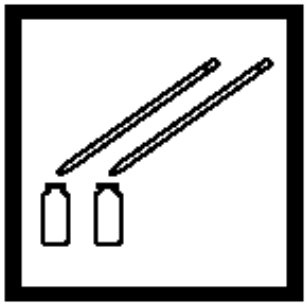
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM ： 3800 Volatile Acids，且波长自动调节为495 nm。

3. 加入0.5 mL去离子水到一个25mL的干燥的比色瓶（空白试样）。

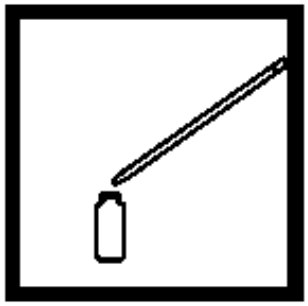


4. 使用“所需的物品与设备”中列出的实验室仪器过滤或离心25mL样品溶液。
注：离心比过滤更快。

5. 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）。
注：为了验证准确度，使用0.5mL的500mg/L的挥发性酸标准溶液代替样品溶液。

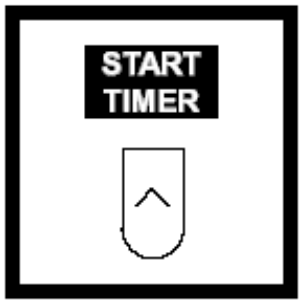


6. 加入1.5mL ethylene glycol到每个比色瓶中。旋转混合。



7. 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。

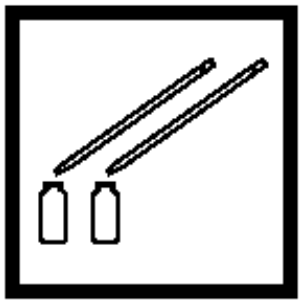
8. 将两个比色瓶放入沸水浴中。
注：可以在600mL的大口杯中加热比色瓶。



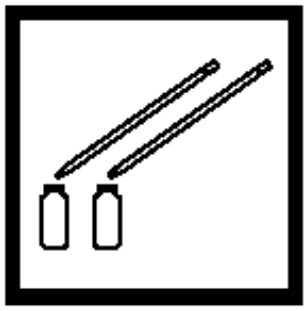

9.按START TIMER。
注：开始3分钟的反应计时。

10. 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）。

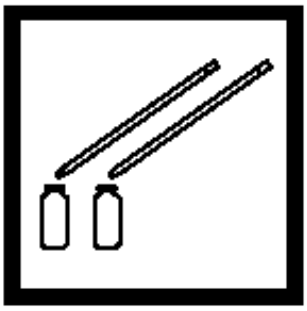
11. 使用移液管，吸取0.5 mL的羟胺氢氧化物溶液到每个管。旋转混合。



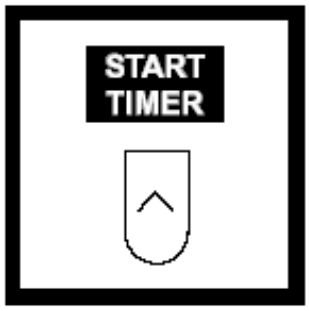
12. 使用移液管，量取2.0 mL的4.5N的氢氧化钠溶液到每个管。旋转混合。



13. 加入10mL的硫酸氯化铁溶液到每个管。旋转混合。



14.加入10mL的去离子水到每个管。旋转混合。



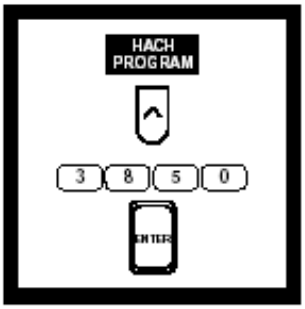

15. 立即按START TIMER，并开始3分钟的反应计时。
注：在3分钟的反应期间，完成步骤16-17。

16. 擦干每个管，立即放入试剂空白到比色瓶槽。关上遮光盖。

17. 按ZERO。屏幕将显示：0 mg/L HOAC。

18. 当计时器鸣叫时，马上将待测试样放入比色瓶槽。关上遮光盖。屏幕将显示挥发性酸，如醋酸的含量，单位是mg/L。

锌　　0 ~ 3.000 mg/L 锌酮法

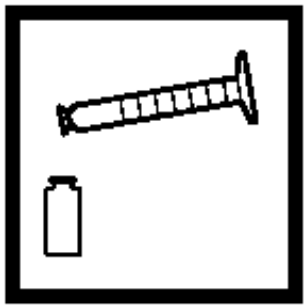



1.在 HACH PROGRAM 下，输入锌酮法法程序编号 3850，按 ENTER。
注：分析前调节贮存样品的pH值。

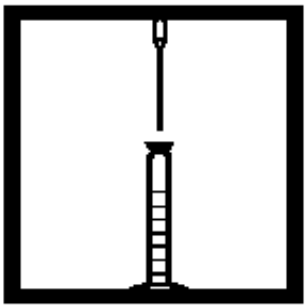
2. 屏幕显示：HACH PROGRAM : 3850 Zinc，波长自动调节为620 nm。

3. 将20 mL 样品装入25mL混合量筒中。
注：该程序只能使用玻璃塞量筒。使用前用1：1的盐酸和去离子水冲洗。
注：为了验证准确度，用0.5 mg/L的锌标准溶液代替样品。

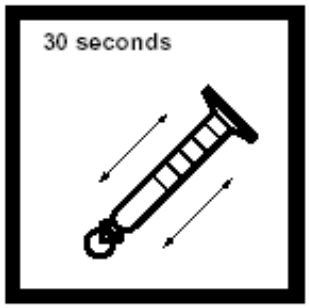
4. 将一包ZincoVer 5试剂药包加入量筒中，塞好塞子。反转多次使粉末完全溶解。注意！该步骤中的试剂含有氰化物，取出试剂或吸入气体都是有毒的。不能加到酸性样品中（(<pH 4)。
注：如果粒子不完全溶解，低锌浓度会引起读数不一致。
注：样品应为橙色。如果呈棕色或蓝色，稀释样品并重新测试。可能是锌浓度太高或存在干扰金属元素。



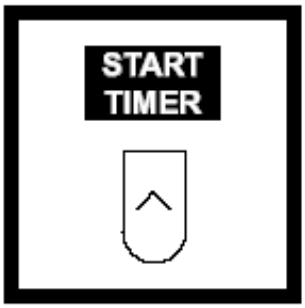
5. 倒入10 mL溶液到比色瓶（空白试样）。



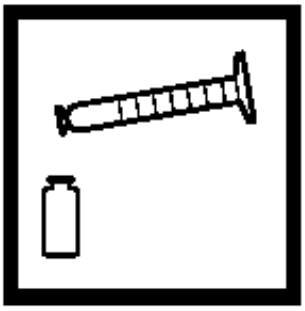
6. 加0.5 mL环己酮到量筒剩余的溶液中。
注：使用塑胶点滴器如橡皮球会污染环己酮。




7. 按START TIMER。在此同时，塞好量筒并强烈摇晃30秒。（此为待测试样）。
注：样品呈微红色、橙色、棕色或蓝色，取决于锌的浓度。




8. 按 START TIMER，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。关上遮光盖。

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。关上遮光盖。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，锰，镍 | 大于5mg/L。 |
| 铁（三价） | 大于7mg/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。 |

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