

雷  磁 DGB-401 型  
多参数水质分析仪

使用说明书



**IN|E|S|A**  
INSTRUMENT  
仪电科学仪器

上海仪电科学仪器股份有限公司  
Shanghai INESA Scientific Instrument CO.,Ltd



## 友情提示

- 请在使用本仪器前，详细阅读本说明书。
- 仪器超过一年必须送计量部门或有资格的单位复检，合格后方可使用。
- 用户在实际的使用中需要接触如浓硫酸等有害的化学物质，以及其他强氧化剂、强腐蚀性的物质，如铬酸洗液等，因此用户在操作时务必要小心谨慎，注意不要溅在身体或衣物上，以免灼伤身体或损坏仪器，对您造成不必要的损失。
- 对于具有强腐蚀性的洗液还要注意回收，用户用毕要回收废液，可反复使用。分析结束后应集中收集，妥善处理。
- 消解装置的详细操作请用户参见消解装置的使用说明书，并严格按照规范操作，以免发生意外。
- 在打开消解装置前，一定要先盖上保护罩。消解过程中不得打开消解保护罩，以免受到伤害。消解结束后，需冷却到常温才能打开。
- 消解装置使用时，加热温度可达 150℃，切勿用手或身体其他部位去触摸加热体，以免烫伤。
- 消解过程中操作人员脸部不得靠近消解装置的正上方，以免受到伤害。
- 消解试管及试管帽发现破损不得使用。
- 比色管是易碎品，用户应尽量轻拿轻放，避免使用很大的力量插入比色池中，反之亦然。为了更好地固定比色管，比色池设计的固定装置可能比较紧，用户拿放比色管时请注意。
- 如果仪器右上角显示“电池”标志时，表示电池电量不足，请重新更换电池方可继续使用，否则仪器无法保证测量的准确性。
- 在更换电池前请先关机，然后再更换电池。
- 消解比色管为易耗品，用户可与本厂联系购



## 目录

1 概述	1
2 仪器主要技术性能	3
3 仪器结构	5
4 仪器的安装	12
5 仪器的使用	13
5.1 仪器的开关机	13
5.2 仪器的参数设置	13
5.3 数据查阅功能	16
5.4 测量	19
5.4.1 常规测量步骤	19
5.4.2 高低 COD(化学需氧量)的测量方法	20
5.4.3 氨氮的测量方法	28
5.4.4 总磷的测量方法	33
5.5 通信功能	38
6 仪器的维护	39
7 仪器的成套性	39
8 附录	40
附录1 化学需氧量 (COD) 的测定所需试剂配制	40
附录2 氨氮—纳氏试剂法所需试剂配制	42
附录3 总磷—钼酸铵分光光度法所需试剂配制	45
附录4 比色管筛选和标记参考	47
附录5 USB 相关驱动以及安装说明	49
附录6 故障现象与故障排除表	50

## 1. 概述

DGB-401 型多参数水质分析仪（以下简称仪器）是一种分析精度相当高的分析仪器。仪器采用新的 LED 测试技术，集成多种波长的 LED 光源，摒弃了传统复杂、笨重的光路系统，仪器具有体积小，操作方便等优点，直接使用比色管作为消解和测量的容器，大大方便了用户。主要适用于焦化、造纸、石化、印染、皮毛、制革、制药、试剂、食品加工等工业废水或者其他水质的测定。本仪器具有以下特点：

- 采用新的 LED 测试技术，使用不同波长的 LED 光源，结构简单、信号稳定，提高了测量精度；
- 仪器集成了四种波长，包括 420nm、470nm、620nm、700nm；允许测量不同浓度的化学需氧量 COD 值、氨氮、总磷等参数，对于其他具有相应吸收峰的参数也可以测量；
- 支持 IP65 防水等级；
- 采用单片机技术，良好人机界面；
- 仪器直接读取测量结果，无需滴定等其它方法进行分析；
- 仪器支持两种测量模式，包括平衡测量模式和连续测量模式；
- 仪器支持多点校准，最多 20 点；支持用户建立标准曲线；
- 仪器使用图形显示方式，支持显示标定数据、存贮数据，直观方便。
- 仪器具有 USB 接口，可以实现与 PC 的连接。
- 仪器具有断电保护功能，在仪器使用完毕关机后 或非正常断电情况下，仪器内部贮存的测量数据、校正数据、设置参数不会丢失。
- 仪器支持电池供电或者 USB 自动取电；

- 仪器支持 GLP 规范：

仪器要求设置操作者编号，并自动记录每次测量的相关校正数据以及操作者、校正时间等信息；

仪器记录并允许查阅、打印(输出)校正数据。

仪器最多支持存贮符合 GLP 规范的 4 种波长各 200 套测量数据。

- 仪器支持固件升级，允许功能扩展和应用拓展。满足特殊用户的测量需求。

## 2. 仪器主要技术性能

### 2.1 波长

- a) 420nm;
- b) 470nm;
- c) 620nm;
- d) 700nm。

### 2.2 测量范围

- a) 氨氮：(0.000~4.000) mg/L, 可扩展至 300mg/L;
- b) 低浓度 COD：(0.0~150.0) mg/L;
- c) 高浓度 COD：(150~1500) mg/L;
- d) 总磷：(0.000~1.000) mg/L, 可扩展至 25mg/L。

### 2.3 仪器基本误差

- a) 氨氮：±10%;
- b) 低浓度 COD：±8%;
- c) 高浓度 COD：±8%;
- d) 总磷：±10%;

### 2.4 仪器的重复性

- a) 氨氮：±3%;
- b) 低浓度 COD：±3%;
- c) 高浓度 COD：±3%;
- d) 总磷：±3%;

### 2.5 仪器的稳定性

- a) 氨氮：20min 内氨氮值变化应小于 0.200mg/L;
- b) 低浓度 COD：20min 内 COD 值变化应小于 6mg/L;
- c) 高浓度 COD：20min 内 COD 值变化应小于 6mg/L;



d) 总磷：20min 内总磷值变化应小于0.050mg/L；

## 2.6 输出方式

点阵式液晶显示屏；USB 接口。

## 2.7 仪器正常工作条件

环境温度：（5.0~35.0）℃；

相对湿度：不大于85%；

供电电源：4节碱性电池（1.5V）、USB 端口直接供电；

周围无影响性能的振动存在；

周围空气中无腐蚀性的气体存在；

除地磁场外，周围无电磁场干扰。

## 2.8 外形尺寸(mm)

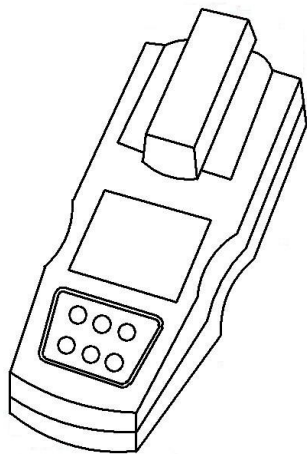
230×86×47(长×宽×高)。

## 2.9 重量(kg)

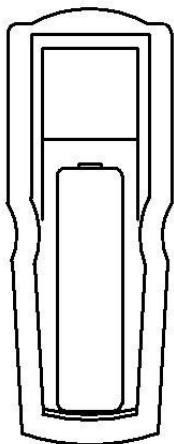
约0.4。

### 3 仪器结构

#### 3.1 仪器正面图



#### 3.2 仪器背面图



## 3.3 键盘说明

### 3.3.1 按键功能介绍

本仪器共有 6 个按键，分别为 F1 键、F2 键、F3 键、确认/菜单键、取消键、开/关/背光键等。其中：

1、F1 键/F2 键/F3 键：它们的功能含义是不固定的，对于每一个具体的功能模块，它们实际的功能含义对应于按键上方位置仪器的提示。比如，在仪器的起始状态，如图，仪器显示屏下方显示“开始”、“ ”、“测量”，即表示此时 F1 键对应于“开始”，按此键可以打开起始状态下的许多功能，包括设置功能、查阅标定数据、查阅存贮数据、标定等等；F2 键上方为空白，表示此时 F2 功能键无效；F3 键对应于“测量”，此时按 F3 功能键即可开始测量。



2、确认/菜单键：本键为双功能键，在不同的具体功能模块里面有不同的作用。通常以确认作为第一功能，菜单作为第二功能。

3、取消键：退出测量状态或者放弃当前设置等。

4、开/关/背光键：仪器的开关机和背光控制键。在关机状态下，按一下此键可以打开仪器，用户就可以正常操作仪器；开机后，按一下此键可以打开背光，重复按一下可关闭背光；操作完毕，长按此键 3 秒以上即关闭仪器，仪器自动断电。

本机具有自动关机功能，如果用户在设定的时间内没有任何按键操作，仪器也会自动关机（将自动关机时间设置为零可关闭此功能）。

本机具有背光时间自动控制功能，用户可以自己设定背光时间，设置为零可关闭此功能，此时一旦背光打开，将始终点亮，需要用户手动关闭。

### 敬告用户

本仪器使用了电源管理技术，背光打开时，会多消耗 10mA 左右的电流，为节省功耗，建议用户尽量少使用背光。打开背光查看数据后，尽量马上手动关闭背光，或者将背光时间值设置得小一些也可。如果连接 USB 接口或者 USB 电源适配器，则可以不关闭背光。

### 3.3.2 按键操作介绍

本仪器是便携式仪器，既要美观、漂亮，又要实用、方便。为此，本仪器将按键减少到 6 个，同时，精心设计操作界面，尽量在使用上减少用户的按键次数，有效保证用户快速方便地使用仪器。下面举例说明。



#### 例子 1：菜单选择。

由于按键数量的限制，本仪器使用了较多的菜单功能以更好地使用仪器。如图，进入菜单选择后，仪器显示当前的菜单项，显示屏顶部为当前菜单名称，中间为相应菜单项，一页最多显示 4 个菜单项。仪器高亮显示当前的菜单项，用户可按“F1”键（图示向上箭头）或者“F2”键（图示向下箭头）上下移动高亮条查看菜单项内容，移动至需要的菜单项后，按“确认”键即可选择当前菜单项功能，左图中按确认键将选择

设置系统时间功能。

仪器通常需要多菜单功能来完成操作。比如，在仪器的起始状态，按“开始”键，仪器允许用户完成设置系统时间等的设置功能、查阅标定数据的查阅功能、查阅存贮数据的查阅功能、标定数据的标定功能等。显示屏顶部的菜单名称有左右箭头的表示支持多菜单，用户按“F3”键(图示左右移动箭头)可依次查看其它菜单下的内容。

### 例子 2、数据的输入

在许多情况下，要设置必要的参数，本仪器在只有 5 个有效按键的情况下，设计了二种比较有效的数据输入方法，显示如图。



定时输入示意

按键输入示意

第一种：定时器输入法（左图）。

顶部为要求设置或者输入的参数名称，上方为当前的数据输入区。仪器设计了三个时间器对应三个按键 F1、F2、F3，将“0”、“1”、“2”、“3”、“4”、“5”、“6”、“7”、“8”、“9”、“-”、“.”、“C”等键盘序列周期性地滚动显示，相当于设计了 3 个滚动的实时键盘。F1 按键设计的滚动周期为 1 秒，F2 按键的滚动周期为 1.5 秒，F3 按键为 2 秒。对应每个功能键仪器同时提前显示 3 个按键的名称，用户只需等待滚动的按键到达最下面时按相应功能键即可完成输入。如图中，如果此时用户按 F1 功能键，即可输入数字“7”；按 F2 功能键输入“.”；按 F3 功能键输入数字“0”。仪器发现用户有按键

盘后会停止滚动 2 秒，稍后再继续滚动。这种方法比起第二种输入法可以大大减轻用户移动光标等操作。用户只需等待，看到需要的键名滚动到来时按下功能键即可。

按“0”~“9”键可输入数字，按“-”号键输入负数；按“.”输入小数；按“C”键表示清除(Clear)，每次按键后将自动清除最后一个输入数。

第二种：键盘输入法(右图)。

顶部为要求设置或者输入的参数名称，上方为当前的数据输入区；左下方设计有一个小数字键盘，右下方为当前键盘位置的映射图，底部为按键提示；用“F1”键、“F2”键可以上下左右移动键盘位置，同时“F3”键上方的提示也会自动跟踪改变，输入任意数字后，键盘上面的“-”号会自动修改为“C”，表示可以清除前面的输入，一旦将键盘移到此点时再按“F3”键（此时仪器同步提示由“输入”更改为“清除”）即可清除最后一个输入的数字。一旦有错误，用户即可按此方法修改。

例如：输入 12.6，操作步骤如下

1. 起始光标在数字‘1’上，直接按 F3，输入数字‘1’
2. 按 F1 移到光标到数字‘2’上，按 F3 输入数字‘2’
3. 按 F1,F1 移到光标到‘.’上，按 F3 输入数字‘.’
4. 按 F1,F1,F1,F2 移到光标到数字‘6’上，按 F3 输入‘6’
5. 按“确认/菜单”完成输入。

### 特别提示

1. 后面的所有操作说明中，对应 F1、F2、F3 等功能键的操作，将按照显示的提示作为说明，不再按照实际按键说明，比如，“此时按 F3 功能键即可开始测量”会修改为“此时按“测量”键即可开始测量”。
2. 对应“确认/菜单”键，也将按照实际的功能作为操作说明，如果是确认功能，会以按“确认”键说明；如果是菜单功能，会以按“菜单”键说明。
3. 为了方便用户切换数据输入法，特别设计了在输入数据完成后，按“确认”键时提示，不过用户需按两次确认键才能完成一个数据的输入。

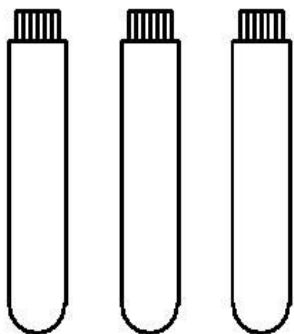
### 例子 3、输入法的切换

在用户完成数据输入后，按“确认”键时，仪器显示如图，按 F1 或者 F2 功能键选择“设置输入模式”并确认后即可切换输入模式。

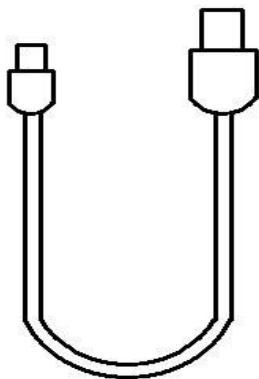


### 3.4 仪器部分配件、选配件及附件

接下来将为您介绍仪器的几种重要的配件、选配件及附件，他们是保证您实现仪器某种功能所不可缺少的。



可消解比色管，直径 D=16mm



USB 通讯线



## 4 仪器的安装

### 4.1 电源的安装

仪器支持两种供电方式：碱性电池供电和 USB 端口直接供电。

如果用户使用碱性电池，请按以下步骤操作：

本仪器采用 4 节 AA 碱性电池，当您第一次使用本仪器时请打开仪器机箱后面板电池盖，将四节新的 AA 碱性电池按照机箱内指示的“+”、“-”方向小心装入机箱，盖上电池盖。此时仪器应自动开机并进入工作状态。

若电池装好后，仪器没有任何显示，您应该重新检查电池是否安装正确、电池是否为新电池、接头处有否脱落等，如果还是无法工作，请通知我公司相关部门进行检修。

如果您长时间不使用本仪器时，请打开仪器后盖，取出电池，这样可以防止电池可能腐烂导致仪器损坏，给您带来不必要的损失。

当仪器显示“电池”标志时（位于显示屏右上角），表示电池电量已经不足，此时应立即更换全部电池，按照上面的方法重新安装新电池，否则在此状态下测量，仪器无法保证测量的准确性，请用户切记。

如果用户使用 USB 线连接仪器，仪器会自动切换到 USB 供电，可以有效延长电池的寿命，如果方便建议用户使用 USB 供电方式。使用完毕，在 USB 接口处装上相应测量密封套。

### 4.2 USB 通讯线的连接

如果用户希望使用配套通讯软件连接计算机通讯，则可将 USB 通讯线连接到仪器和计算机上，正确安装配套通讯软件后即可实现通讯。

如果不接通讯线并且使用电池供电，则需在 USB 接口处装上相应测量密封套。

## 5 仪器的使用

### 5.1 仪器的开/关机

每次正确安装新电池或者连接仪器至 USB 接口后，仪器会自动运行。

在平时关机状态下，按一下仪器的“开关/背光”键可打开电源开关。仪器开机后，首先显示仪器名称、型号、软件版本号等信息，稍等片刻，仪器进入起始状态，用户即可开始使用仪器。

使用完毕以后，长按“开关/背光”键 4 秒以上，仪器显示“系统关机”字样，随即关机。

本机具有自动关机功能，如果用户在设定的时间内没有任何按键操作，仪器也会自动关机，将自动关机时间设置为零可关闭此功能。

### 5.2 仪器的起始状态

仪器的起始状态显示如图，仪器显示有当前的系统时间。在仪器的起始状态，按“测量”键可以开始测量；按“开始”键允许设置系统时间、操作者编号、设置液晶显示对比度、自动关机时间、背光时间；查阅标定数据；查阅存贮数据；标定等。



### 5.3 仪器的参数设置

仪器的参数设置包括设置系统时间、设置操作者编号、设置液晶显

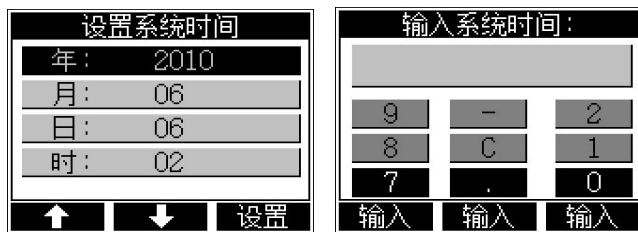
示对比度、自动关机时间、背光时间等。

为了确保用户正确、更好地使用仪器，用户第一次使用时，必须检查一遍仪器所设置的参数是否符合自己的使用条件，若不符合，就必须重新设置所需的参数，确保仪器正确的工作。平常使用时，用户如果发现某些使用条件或日期、时间有误时，需重新设置相应的参数。

在仪器的起始状态下，按“开始”键，仪器将弹出设置菜单，如图。按方向键来移动高亮条至所需设置的参数上，然后按确认键，即可进入相应的参数设置模块。

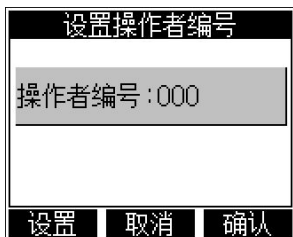
### 5.3.1 设置系统时间

仪器的时钟由一颗纽扣电池提供电源，具有一定的计时误差，长时间使用可引起走时不准，必要时请按照实际时间重新设置。在仪器起始状态下按“开始”键选择设置系统时间项即可设置，如图。用户按方向键移动高亮条到需要设置的时间项，然后按设置键，仪器弹出输入窗口，用户输入实际时间即可，设置完毕仪器自动保存设置的时间。



### 5.3.2 设置操作者编号

仪器允许用户设置一个编号作为记录 GLP 规范的一部分；允许设置的范围为0~200。



在仪器的起始状态下，按“设置”键并选择“设置操作者编号”项，显示如图。用户按设置键直接输入合适的操作者编号即可。

### 注意

用户所有的测量结果、标定数据，仪器将自动包含操作者编号、时间等符合 GLP 规范的信息。

## 5.3.3 设置对比度



仪器支持一定程度的液晶对比度调节，如果用户觉得显示效果比较差，可以通过调节对比度改善。

在仪器的起始状态下，按“开始”键并选择“设置对比度”项，显示如图。用户按“++”或者“--”键直接调节液晶的对比度至合适即可。

## 5.3.4 设置自动关机时间

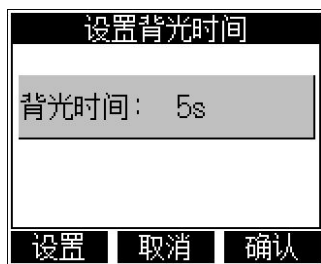


为了节省电源，仪器支持自动关机功能。

自动关机时间即设置仪器的连续运行时间，以 min(分钟)为单位。当仪器运行时，仪器将检测是否有用户操作，一旦在

设定的时间内用户没有任何操作，则进入自动关机状态。比如，设定自动关机时间为 10 min（分钟），则在 10 min（分钟）内，如果用户没有任何按键操作，仪器即自动关机。将自动关机时间设置为零可关闭此功能。

### 5.3.5 设置背光时间



当背光打开时，仪器将多消耗 10mA 左右的电能。为了节省电源，仪器支持背光时间控制。

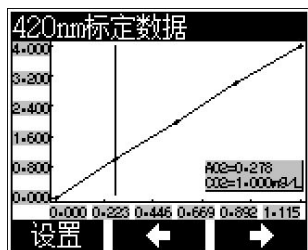
背光时间，以 s（秒）为单位，即设置背光点亮后的延时时间。为了减少仪器的功耗，用户应尽量将此时间设置得小一些，或者打开背光查看数据后，马上手动按“开/关/背光”键关闭背光。

将背光时间设置为零可关闭此功能，背光打开后需要手动关闭。使用 USB 端口供电时可以关闭此功能。

## 5.4 数据查阅功能

仪器支持查阅标定数据功能和存贮数据功能。用户可以在测量状态或者仪器的起始状态查阅。

### 5.4.1 查阅标定数据



仪器以图形方式显示上一次的标定数据，比较直观。在仪器的起始状态下，按“开始”键，选择查阅标定数据下的具体菜单项，即可查阅具体波长的标定数据，图示为查阅 420nm 波长的标定数据显示示意图。

图中，仪器显示相应波长下所有标定数据关于浓度与吸光度的 C-A 图，图示表示前一次标定时，采用 5 个标准浓度的标液进行标定得到的曲线图。

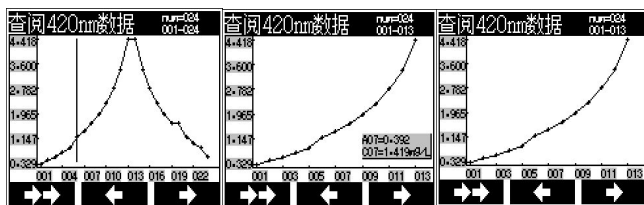
当前指示线对应第二个标液，相应吸光度为  $A02=0.278$ ，相应浓度值为  $C02=1.000\text{mg/L}$ 。用户按光标键可移动相应指示线查看详细的数据。

按“设置”键，用户可以选择重新标定曲线、打印输出标定数据、查阅标定的相关详细参数以及恢复默认数据等功能；或者用户可以自己手动修改曲线，包括插入数据点、删除数据点、修改当前浓度值、修改当前吸光度值等；或者查阅其他波长的标定数据。



## 5.4.2 查阅存贮数据

仪器支持存贮测量数据，支持存贮不同波长下各 200 套测量数据。用户在起始状态、测量状态下都可以查阅存贮的数据功能。进入查阅存贮数据状态后，显示如图：



仪器以图形方式显示存贮的数据。上方为存贮数测量时使用的波长，右上方数字 num=\*\*\*表示存贮的实际数量，001-013 数字表示当前查阅的数据范围，用户可以按照需要设置查阅范围。显示屏中间为当前范围内的所有数据曲线，图中为浓度值数据曲线。

用户按“确认/菜单”键可以打开菜单功能，仪器允许设置查阅范围、查阅当前的详细参数、设置按吸光度值查阅、设置按浓度值查阅、设置提示窗打开或者关闭；或者输出当前数据、当前显示的全部数据、或者输出存贮的全部数据；仪器也允许删除数据操作。

为了方便用户使用，仪器允许查阅其他波长下存贮的数据。



## 5.5 测量

### 5.5.1 常规测量步骤

样品的测量通常包含以下三个部分：

#### 第一步、测量前准备

1. 比色管预处理。对于测量，特别是需要高精度测量时，建议用户检测比色管的均匀性，找到最合适的方向并标记，下次测量时按照标记方向放入比色管，尽可能地减少由于比色管不均匀而影响测量结果，详细的比色管标记和筛选法可参见附录。
2. 试样或标定溶液的制备。
3. 对制备好的试样或标定溶液进行消解操作或显色反应。

#### 第二步、测量过程

- 1、打开仪器，选择合适波长测量。

用户应该熟悉所需测量样品的吸收峰，仪器提供有四种波长供用户选择，用户按照实际样品的测量所需选择合适的波长。

- 2、选择测量模式。

仪器支持两种测量模式，平衡测量模式和连续测量模式。

**平衡测量模式：**这是最常使用的一种测量模式，用户首先应该设置好平衡条件(在测量状态下按“设置”键设置平衡条件)，开始测量后，仪器自动测量、计算并显示测量结果，一旦测量结果符合设定好的平衡条件，则本次测量结束，仪器将锁住刚才的结果，用户可以读取或者保存结果值。用户可以按“重测”键重复测量。

**连续测量模式：**开始测量后，仪器将始终连续测量、计算和显示测量结果，用户在测量期间可以查阅测量参数、标定结果、存贮或打印测量结果等等，测量结束，用户按“取消”键并“确认”后退出测量模式。



### 3、开始测量。

选择合适的波长和测量模式后，即可开始测量。待仪器显示值稳定后，打开仪器比色池窗口，将消解好的样品小心放入比色池中，待显示再次稳定后，即可得到当前样品的浓度值；

### 4、标定。

如果用户需要精确测量，则可以使用预先制备好的标定溶液进行标定，然后重复步骤 3 进行测量。

建议用户每次测量前，使用新配置的标准溶液重新标定，这样可以提高测量精度。

## 第三步、测量后处理

### 1、测量结束处理

### 2、废液处理

## 5.5.2 高低浓度 COD(化学需氧量)的测量方法

### 5.5.2.1 测量前的准备

#### 1、比色管预处理

使用消解比色管（比色管管盖内已装好密封圈和隔膜，若无，应装配好），先用铬酸洗液浸泡 24h，倒去铬酸洗液，再用重蒸馏水清洗干净，并在 110℃ 下用烘箱烘干备用。以后每次使用之前都要用重蒸馏水清洗干净，并在 110℃ 下用烘箱烘干，并冷却至室温备用。

#### **注：铬酸洗液配制方法：**

将 20g 重铬酸钾 ( $K_2Cr_2O_7$ ) 溶于 20ml 重蒸馏水中，再慢慢加入 400ml 浓硫酸（密度为 1.84g/ml）。

## 警 告

- 1、铬酸洗液为强腐蚀性物质，要小心操作，注意不要溅在身体或衣物上
- 2、洗液具有强腐蚀性，防止烧伤皮肤及衣服等。用毕回收，可反复使用。

### 2、相关试剂的制备

标准溶液、专用氧化剂等相关试剂的制备详见附录。

### 3、消解操作

- 取出干净干燥的消解比色管，移入 2 ml 水样，废水中含有氯离子时，预先加入 0.05g 硫酸汞。
- 根据样品 COD 浓度的范围，移入 4ml 专用氧化剂 A 或 B（0~150mg/L COD 选用专用氧化剂 B，150~1500mg/L COD 选用专用氧化剂 A）。
- 旋紧盖子(检测管盖内的密封圈和隔膜应完好，否则更换)，反复颠倒试管几次，使试剂和样品充分混合，待用。
- 如果需要标定，则用重蒸馏水、不同浓度 COD 标准溶液代替样品，重复 1~3 步骤，制备标定溶液。（一般选择两点标定，即用重蒸馏水和 150mg/L COD 标准溶液（或 1500mg/L COD 标准溶液）代替样品，制备标定溶液，若需要精确测量，可选择多点标定，用多种合适浓度的 COD 标准溶液代替样品制备标定溶液。）
- 使用消解装置将上述配制好的溶液放入消解装置中进行消解：在 150℃下消解 120min，消解结束后，等待约 20min，等反应管温度低于 120℃后，取出反应管颠倒几次，自然冷却至室温。

## 警 告

1. 试剂中含浓硫酸，因此用户在操作时务必小心谨慎，以免灼伤身体或损坏仪器。
2. 消解装置的详细操作请用户参见消解装置的使用说明书，并严格按照规范操作，以免发生意外。

## 重要提示

**1、有关氯离子干扰问题** 由于水中的氯离子能被重铬酸钾氧化，并且与试剂中的硫酸银作用产生沉淀，影响测量结果，故在消解前必须向水样中加入硫酸汞，使成为络合物以消除干扰。因硫酸汞毒害性强，若确定水样中没有氯离子，则不加硫酸汞。根据水样中氯离子含量，控制硫酸汞的加入量，一般硫酸汞与氯离子的质量比为 10: 1。

**2、高浓度 COD 的测量** 对 COD 浓度为 1500 mg/L 以上的样品，应预先采取以下方法中的一种进行处理。  
方法 1: 减少样品的取样量，其余用重蒸馏水补足至 2ml。  
方法 2: 样品先用重蒸馏水稀释到 COD 浓度为 1500 mg/L 以下，再取样 2ml。根据稀释的倍数计算结果。

## 警 告

请用户严格遵循以下原则，小心使用，避免受到人身伤害和意外事故，给您带来不必要的损失！

1. 在打开消解装置前，一定要先盖上保护罩。消解过程中不得打开消解保护罩，以免受到伤害。
2. 消解装置使用时，加热温度可达 150℃，切勿用手或身体其他部位去触摸加热体，以免烫伤。
3. 消解过程中操作人员脸部不得靠近消解装置的正上方，以免受到伤害。
4. 消解试管及试管帽发现破损不得使用。
5. 专用试剂内含有浓硫酸及有害的化学物质，使用时应避免溅到身体及其他物体上，以免伤害及损坏。
6. 铬酸洗液为强腐蚀性物质，要小心操作，注意不要溅在身体或衣物上。
7. 比色管是易碎品，用户应尽量轻拿轻放，避免使用很大的力量插入比色池中，反之亦然。为了更好地固定比色管，比色池设计的固定装置可能比较紧，用户拿放比色管时请注意。
8. 分析结束后应集中收集，妥善处理。
9. 如果仪器右上角显示“电池”标志时，表示电池电量不足，请重新更换电池方可继续使用，否则仪器无法保证测量的准确性。
10. 在更换电池前请先关机，然后再更换电池。
11. 消解比色管为易耗品，用户可与本厂联系购买！

### 5.5.2.2 样品测量

仪器始终保存有上一次标定数据，若不需要标定，用户可直接进行测量，测量数据是根据上一次标定数据计算所得。若需要标定，用户需先按照标定步骤进行标定后再测量。

- 1、 用户按前面的消解步骤制备好样品，并自然冷却至室温，详见消解操作。
- 2、 打开仪器开关，进入测量状态，选择合适的测量波长（COD 为 0~150mg/L 选择 470nm 波长测量，COD 为 150~1500mg/L 选择 620nm 波长测量），预热一段时间(通常需要几分钟时间)，等显示稳定后即可开始测量，仪器显示如图，图示为连续测量模式。



- 3、 把消解后的样品小心放入比色池中，使光路均匀通过比色管，然后盖紧比色池窗口，进行测量。如果用户事先筛选过比色管，对比色管进行了标记，则可以将比色管按照标记方向小心放入比色池中，稍微旋转比色管，使比色管上的标记对准仪器比色池上面的三角形标志。
- 4、 仪器具有两种测量方式：平衡测量模式和连续测量模式。用户可以随时切换。

平衡测量模式：这是最常使用的一种测量模式，用户首先应该设置好平衡条件(在测量状态下按“确认/菜单”键设置平衡条件)，开

始测量后，仪器自动测量、计算并显示测量结果，仪器将闪烁显示吸光度值，一旦测量结果符合设定好的平衡条件，则本次测量结束，仪器将锁住测量的结果，用户可以读取或者保存结果值。用户可以按“重测”键重复测量。

连续测量模式：开始测量后，仪器将始终连续测量、计算和显示测量结果，用户在测量期间可以查阅测量参数、标定结果、存贮或打印测量结果等等，测量结束，用户按“取消”键并确认后退出测量模式。

### 5.5.2.3 标定

为了高精度的测量，或者由于仪器本身光源受环境、设备、热源等的影响导致漂移变化；或者用户测量样品的不同等情况导致上一次的校正曲线未必能更好地反应样品的参比情况时，用户应该重新标定，为保证测量的准确性，建议每次测量前都标定一次。

用户在仪器的起始状态下，按“开始”键，再选择相应的菜单项即可进行标定，或者在测量状态下，按“标定”键进行标定。图示为标定时显示示意图。仪器显示有当前的吸光度、标准溶液的标称浓度值以及目前已经标定的数量等。



标定的步骤如下：

- 1、 用户应该按照实际测量的参数选择与被测样品相关的标准样，并参考实际样品的浓度配制不同浓度的标准溶液，建议标准溶液的浓度值包含被测样品的浓度，并且尽量靠近被测样品的浓度范围。一般选择两点标定，即用重蒸馏水和 150mg/L COD 标准溶液（或 1500mg/L COD 标准溶液）代替样品，制备标定溶液进行标定，若需要精确测量，可选择多点标定，用多种合适浓度的 COD 标准溶液代替样品制备标定溶液进行标定。
- 2、 按照消解步骤，将标准溶液消解后并自然冷却至室温；
- 3、 把消解后的标准溶液小心放入比色池中，使光路均匀通过比色管，盖紧比色窗。如果用户事先对比色管有关筛选并做了标记，则放置比色管后稍微旋转比色管，使筛选时的标记对应比色池的三角形标志，这样可以减小由于比色管的不均匀影响测量的精度。
4. 按“标称值”键，输入当前 COD 标准溶液对应的浓度值。
- 5、 等显示稳定后，按“标定”键，仪器存贮标定数据；
- 6、 重复上述过程，依次放入待标定的标准溶液，然后完成标定操作。
- 7、 标定完毕，按“取消”键退出校正状态。用户即可开始样品的测量。

#### 5.5.2.4 测量结束处理

- 1、 测量结束后，比色管及管盖使用完毕后，应及时先用去离子水清洗干净（试剂里含有银离子，直接用自来水洗会产生沉淀），并在 110℃ 下用烘箱烘干备用。
- 2、 比色管清洗、烘干、贮存及使用时应注意不要划伤管壁，以免影响测量。
- 3、 用滤纸或干净的软布擦干净仪器，盖好仪器的上盖。

### 5.5.2.5 废液处理

专用试剂内含有浓硫酸及六价铬，分析结束后应集中收集。处理过程如下：

- 1、废液混合液浓度若较高应稀释到1%以后再进行还原。
- 2、废液处理应在通风橱内进行操作。
- 3、用亚硫酸氢钠中和、还原，使六价铬还原为三价铬，硫酸充分中和完全。
- 4、用氢氧化物共沉淀法或硫化物共沉淀法处理。
- 5、用过滤或倾析法将沉淀分离。
- 6、检查滤液中不含重金属离子后再排放。



### 5.5.3 氨氮的测量方法

#### 5.5.3.1 测量前的准备:

##### 1、比色管预处理

比色管预处理过程同高、低浓度 COD（化学需氧量）的测量时比色管预处理一样。详细参见相关章节。

##### 2、相关试剂的制备

相关试剂的制备详见附录。

##### 3、水样预处理

水样中含有悬浮物、余氯、钙镁等金属离子、硫化物和有机物时，对比色测定有干扰，处理方法如下：

##### 1) 除余氯

加入适量的 3.5g/L 硫代硫酸钠溶液，每 0.5mL 可除去 0.25mg 余氯。也可用淀粉-碘化钾试纸检验是否除尽余氯。

##### 2) 絮凝沉淀

100mL 水样中加入 1mL 100g/L 硫酸锌溶液和 0.1~0.2mL 250g/L 氢氧化钠溶液，调节 pH 约为 10.5，混匀，放置使之沉淀，倾取上清液作试份进行测量。必要时，用经水冲洗过的中速滤纸过滤，弃去初滤液 20mL。也可对絮凝后样品离心处理。

##### 3) 络合掩蔽

加入酒石酸钾钠溶液，可消除钙镁等金属离子的干扰。

##### 4) 蒸馏法

用絮凝沉淀和络合掩蔽后，水样仍浑浊和带色，则应采用蒸馏法。

将 50mL 20g/L 硼酸溶液移入接收瓶内，确保冷凝管出口在硼酸溶液液面之下。分取 250mL 样品，移入烧瓶中，加几滴溴百里酚蓝指示剂，必要时，用 1mol/L 氢氧化钠溶液或 1mol/L 盐酸溶液调整 pH 至 6.0（指

示剂呈黄色)~7.4(指示剂呈蓝色)之间,加入0.25g轻质氧化镁及数粒玻璃珠,立即连接氮球和冷凝管。加热蒸馏,使馏出液速率约为10mL/min,待馏出液达200mL时,停止蒸馏,加水定容至250mL。

蒸馏过程中,某些有机物很可能与氨同时馏出,对测定有干扰,其中有些物质(如甲醛)可以在酸性条件(pH<1)下煮沸除去。在蒸馏刚开始时,氨气蒸出速度较快,加热不能过快,否则造成水样暴沸,馏出液温度升高,氨吸收不完全。馏出液速率应保持在10mL/min左右。

### 5.5.3.2 样品测量

仪器始终保存有上一次标定数据,若不需要标定,用户可直接进行测量,测量数据是根据上一次标定数据计算所得。若需要标定,用户需先按照标定步骤进行标定后再测量。

1、当水样中氨氮浓度低于4mg/L时,向50mL具塞刻度试管中加入50mL水样。(清洁水样,直接取50mL;有悬浮物或色度干扰的水样,取经预处理的水样50mL)

若水样中氨氮浓度超过4mg/L,则适当少取水样,用无氨水稀释至50mL;或先将水样稀释至氨氮浓度在4mg/L以下,再取稀释后的水样50mL,在420nm测量状态下,按照稀释倍数设置测量系数后进行测量。

#### 注意:

经蒸馏或在酸性条件下煮沸方法预处理的水样,须加一定量氢氧化钠溶液,调节水样至中性,用水稀释至50mL。

2、加入1.0mL酒石酸钾钠溶液,摇匀,再加入纳氏试剂( $\text{HgCl}_2\text{-KI-KOH}$ )1.5mL或( $\text{HgI}_2\text{-KI-NaOH}$ )1.0mL,摇匀。室温下放置10min,待显色稳定后转移至比色管中测量。

- 3、打开仪器开关，进入测量状态，选择 420nm 波长测量，预热一段时间(通常需要几分钟时间)，按“设置”键，设置相应的**测量系数**(未经稀释的水样测量系数为 1.0，稀释后的水样测量系数为相应的稀释倍数，例如待测样品氨氮浓度为 300mg/L，预先稀释至 3mg/L，则测量系数输入 100)，等显示稳定后即可开始测量，仪器显示如图，图示为连续测量模式。



- 4、把显色后的样品小心放入比色池中，使光路均匀通过比色管，然后盖紧比色池窗口，进行测量。如果用户事先筛选过比色管，对比色管进行了标记，则可以将比色管按照标记方向小心放入比色池中，稍微旋转比色管，使比色管上的标记对准仪器比色池上面的三角形标志。
- 5、测量样品。仪器具有两种测量方式：平衡测量模式和连续测量模式。用户随时可以切换。

平衡测量模式：这是最常使用的一种测量模式，用户首先应该设置好平衡条件(在测量状态下按“确认/菜单”键设置平衡条件)，开始测量后，仪器自动测量、计算并显示测量结果，仪器将闪烁显示吸光度值，一旦测量结果符合设定好的平衡条件，则本次测量结束，仪器将锁住测量的结果，用户可以读取或者保存结果值。用户可以按“重测”键重复测量。

连续测量模式：开始测量后，仪器将始终连续测量、计算和显示测量结果，用户在测量期间可以查阅测量参数、标定结果、存贮或打印测量结果等等，测量结束，用户按“取消”键并确认后退入测量模式。

### 5.5.3.3 标定

为了高精度的测量，或者由于仪器本身光源受环境、设备、热源等的影响导致漂移变化；或者用户测量样品的不同等情况导致上一次的校正曲线未必能更好地反应样品的参比情况时，用户应该重新标定，为保证测量的准确性，建议每次测量前都标定一次。

用户在仪器的起始状态下，按“开始”键，再选择相应的菜单项即可进行标定，或者在测量状态下，按“标定”键进行标定。图示为标定时显示示意图。仪器显示有当前的吸光度、标准溶液的标称浓度值以及目前已经标定的数量等。



标定的步骤如下：

- 1、 用户应该按照实际测量的参数选择与被测样品相关的标准样，并参考实际样品的浓度配制不同浓度的标准溶液，建议标准溶液的浓度值包含被测样品的浓度，并且尽量靠近被测样品的浓度范围。一般选择两点标定，即用重蒸馏水和 4.000mg/L 氨氮标准溶液（取 20.0mL 氨氮标

准工作溶液稀释至 50mL) 代替水样, 制备标定溶液进行标定, 若需要精确测量, 可选择多点标定, 用多种合适浓度的氨氮标准溶液代替样品制备标定溶液进行标定。

- 2、 按照显色步骤, 将标准溶液显色后转移至比色管中;
- 3、 把显色后的标准溶液小心放入比色池中, 使光路均匀通过比色管, 盖紧比色窗。如果用户事先对比色管有关筛选并做了标记, 则放置比色管后稍微旋转比色管, 使筛选时的标记对应比色池的三角形标志, 这样可以减小由于比色管的不均匀影响测量的精度。
5. 按“标称值”键, 输入当前氨氮标准溶液对应的浓度值。
- 8、 等显示稳定后, 按“标定”键, 仪器存贮标定数据;
- 9、 重复上述过程, 依次放入待标定的标准溶液, 然后完成标定操作。
- 10、 标定完毕, 按“取消”键退出校正状态。用户即可开始样品的测量。

#### **5.5.2.4 测量结束处理**

- 1、 测量结束后, 比色管及管盖使用完毕后, 应及时先用去离子水清洗干净, 并在 110℃ 下用烘箱烘干备用。
- 2、 比色管清洗、烘干、贮存及使用时应注意不要划伤管壁, 以免影响测量。
- 3、 用滤纸或干净的软布擦干净仪器, 盖好仪器的上盖。

#### **5.5.2.5 废液处理**

废液中含汞等有害物, 须集中回收处理后才能排放。

## 5.5.4 总磷的测量方法

### 5.5.4.1 测量前的准备:

#### 1、比色管预处理

比色管预处理过程同高、低浓度 COD（化学需氧量）的测量时比色管预处理一样。详细参见相关章节。

#### 2、相关试剂的制备

相关试剂的制备详见附录。

#### 试样的制备:

取 25mL 水样于 50mL 具塞刻度试管中，取时应仔细摇匀，以得到溶解部分和悬浮部分均具有代表性的试样。清洁水样，直接取用；有悬浮物或色度干扰的水样，需先预处理。若水样中总磷浓度超过 1mg/L，则适当少取水样，用去离子水稀释 25mL；或先将水样稀释至总磷在 1mg/L 以下，再取稀释后的水样 25mL，计算结果时乘以稀释倍数。

#### 3、消解

##### 1) 过硫酸钾消解:

向试样中加入 4mL 50g/L 过硫酸钾，将具塞刻度管的盖塞紧后，用一小块布和线将玻璃塞扎紧(或用其他方法固定)，放在大烧杯中置于高压蒸汽消毒器中加热，待压力达 1.1kg/cm<sup>2</sup>，相应温度为 120℃时、保持 30min 后停止加热。待压力表读数降至零后，取出放冷。然后用水稀释至标线。

#### 注意:

如用硫酸保存水样。当用过硫酸钾消解时，需先将试样调至中性。

##### 2) 硝酸-高氯酸消解:

取 25mL 试样于锥形瓶中，加数粒玻璃珠，加 2mL 硝酸，在电热

板上加热浓缩至 10mL。冷后加 5mL 硝酸，再加热浓缩至 10mL，放冷。加 3mL 高氯酸，加热至高氯酸冒白烟，此时可在锥形瓶上加小漏斗或调节电热板温度，使消解液在锥形瓶内壁保持回流状态，直至剩下 3~4mL，放冷。加水 10mL，加 1 滴酚酞指示剂。滴加 1mol/L 或 6mol/L 氢氧化钠溶液至刚呈微红色，再滴加硫酸溶液（约  $c(1/2H_2SO_4)=1mol/L$ ）使微红刚好退去，充分混匀。移至 50mL 具塞刻度管中，用水稀释至 25mL。

**注意：**

- 1、用硝酸-高氯酸消解需要在通风橱中进行。高氯酸和有机物的混合物经加热易发生危险，需将试样先用硝酸消解，然后再加入硝酸-高氯酸进行消解。
- 2、绝不可把消解的试作蒸干。
- 3、如消解后有残渣时，用滤纸过滤于具塞刻度管中，并用水充分清洗锥形瓶及滤纸，一并移到具塞刻度管中。
- 4、水样中的有机物用过硫酸钾氧化不能完全破坏时，可用此法消解。

### 5.5.4.2 样品测量

仪器始终保存有上一次的标定数据，若不需要标定，用户可直接进行测量，测量数据是根据上一次标定数据计算所得。若需要标定，用户需先按照标定步骤进行标定后再测量。

- 1、分别向各份消解液中加入 1mL 100g/L 抗坏血酸溶液，混匀，30s 后加 2mL 钼酸盐溶液，充分混匀。

**注意：**

- 1、如试样中含有浊度或色度时，需配制一个空白试样(用水代替水样进

行消解)，然后向试料中加入 3mL 浊度-色度补偿液，但不加抗坏血酸溶液和钼酸盐溶液。然后从试料的吸光度中扣除空白试料的吸光度。

2、砷大于 2mg/L 干扰测定，用硫代硫酸钠去除。硫化物大于 2mg/L 干扰测定，通氮气去除。铬大于 50mg/L 干扰测定，用亚硫酸钠去除。

2、室温下放置 15min，待显色稳定后转移至比色管中测量。

3、打开仪器开关，进入测量状态，选择 700nm 波长测量，预热一段时间(通常需要几分钟时间)，按“设置”键，设置相应的测量系数(未经稀释的水样测量系数为 1.0，稀释后的水样测量系数为相应的稀释倍数，例如待测样品总磷浓度为 10mg/L，预先稀释至 1.0mg/L，则测量系数输入 10)，等显示稳定后即可开始测量，仪器显示如图，图示为连续测量模式。



4、把显色后的样品小心放入比色池中，使光路均匀通过比色管，然后盖紧比色池窗口，进行测量。如果用户事先筛选过比色管，对比色管进行了标记，则可以将比色管按照标记方向小心放入比色池中，稍微旋转比色管，使比色管上的标记对准仪器比色池上面的三角形标志。

5、测量样品结果。仪器具有两种测量方式：平衡测量模式和连续测量模式。用户随时可以切换。

平衡测量模式：这是最常使用的一种测量模式，用户首先应该设



置好平衡条件(在测量状态下按“确认/菜单”键设置平衡条件),开始测量后,仪器自动测量、计算并显示测量结果,仪器将闪烁显示吸光度值,一旦测量结果符合设定好的平衡条件,则本次测量结束,仪器将锁住测量的结果,用户可以读取或者保存结果值。用户可以按“重测”键重复测量。

连续测量模式:开始测量后,仪器将始终连续测量、计算和显示测量结果,用户在测量期间可以查阅测量参数、标定结果、存贮或打印测量结果等等,测量结束,用户按“取消”键并确认后退出测量模式。

#### 5.5.4.3 标定

为了高精度的测量,或者由于仪器本身光源受环境、设备、热源等的影响导致漂移变化;或者用户测量样品的不同等情况导致上一次的校正曲线未必能更好地反应样品的参比情况时,用户应该重新标定,为保证测量的准确性,建议每次测量前都标定一次。

用户在仪器的起始状态下,按“开始”键,再选择相应的菜单项即可进行标定,或者在测量状态下,按“标定”键进行标定。图示为标定时显示示意图(与实际显示可能不同)。仪器显示有当前的吸光度、标准溶液的标称浓度值以及目前已经标定的数量等。



标定的步骤如下：

- 1、 用户应该按照实际测量的参数选择与被测样品相关的标准样，并参考实际样品的浓度配制不同浓度的标准溶液，建议标准溶液的浓度值包含被测样品的浓度，并且尽量靠近被测样品的浓度范围。一般选择两点标定，即用重蒸馏水和 1.000mg/L 磷标准溶液（取 5.0mL 磷标准工作溶液稀释至 25mL）代替水样，制备标定溶液进行标定，若需要精确测量，可选择多点标定，用多种合适浓度的标准溶液代替样品制备标定溶液进行标定。
- 2、 按照显色步骤，将标准溶液显色后转移至比色管中；
- 3、 把显色后的标准溶液小心放入比色池中，使光路均匀通过比色管，盖紧比色窗。如果用户事先对比色管有关筛选并做了标记，则放置比色管后稍微旋转比色管，使筛选时的标记对应比色池的三角形标志，这样可以减小由于比色管的不均匀影响测量的精度。
4. 按“标称值”键，输入当前标准溶液对应的浓度值。
- 5、 等显示稳定后，按“标定”键，仪器存贮标定数据；
- 6、 重复上述过程，依次放入待标定的标准溶液，然后完成标定操作。
- 7、 标定完毕，按“取消”键退出校正状态。用户即可开始样品的测量。

#### 5.5.4.4 测量结束处理

- 1、 测量结束后，比色管及管盖使用完毕后，应及时先用去离子水清洗干净（试剂里含有银离子，直接用自来水洗会产生沉淀），并在 110℃ 下用烘箱烘干备用。
- 2、 比色管清洗、烘干、贮存及使用时应注意不要划伤管壁，以免影响测量。

3、用滤纸或干净的软布擦干净仪器，盖好仪器的上盖。

#### **5.5.3.5 废液处理**

废液中含过硫酸钾、酸等有害物，须集中回收处理后才能排放。

### **5.6 通信功能**

仪器支持 USB 接口，允许连接 PC 机，配合专门开发的数据采集软件 REX V2.0，可以读取当前测量结果或者存贮数据等，方便用户使用。详细操作和使用参见软件操作使用说明书。

## 6 仪器的维护

- 1、 为确保仪器的正常稳定工作，用户应小心对待使用的比色管，特别是在放入或者取出比色管时，尽量做到轻拿轻放，避免使用很大的力量，因为比色管是易碎物品，容易损坏，特别是装有溶液的比色管，一旦损坏，有可能对您造成伤害、严重影响仪器的性能等。
- 2、 仪器开机进入测量后，应等待一段时间再开始样品测量，建议每次测量前重新进行标定，防止仪器由于漂移产生测量误差。
- 3、 仪器应放置在坚固平稳的工作台上，防止振动对仪器测量的影响。
- 4、 仪器不可受到阳光的照射，周围应无发热体存在。
- 5、 试剂含浓硫酸在操作时应小心谨慎，以免灼伤或损坏仪器。
- 6、 比色管及管盖使用完毕后，应及时先用去离子水清洗干净（试剂里含有银离子，直接用自来水洗会产生沉淀），并在 110℃ 下用烘箱烘干备用。

## 7 仪器的成套性

- |                     |     |
|---------------------|-----|
| 1、 DGB-401型多参数水质分析仪 | 1台； |
| 2、 COD-401-1 型消解装置  | 1台； |
| 3、 消解比色管            | 7只； |
| 4、 附件：以随机装箱单为准      | 一套。 |

## 8 附录

### 附录 1 化学需氧量 (COD) 的测定所需试剂配制

注意:

除非另有说明, 实验时所用试剂均为符合国家标准的分析纯试剂。

#### 1. 重蒸馏水的制备

将高锰酸钾加入蒸馏水中再蒸馏, 在重蒸馏的过程中应始终保持水中高锰酸钾的紫红色不得消退, 否则应及时补加高锰酸钾。溶液配制所用水均为重蒸馏水, 或用其他方法制备的不含还原性物质的水。

#### 2. 硫酸银( $\text{Ag}_2\text{SO}_4$ ), 分析纯

#### 3. 硫酸汞( $\text{HgSO}_4$ ), 分析纯

#### 4. 浓硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), $\rho = 1.84\text{g} / \text{mL}$ 。

#### 5. 硫酸银—硫酸试剂:

向 1L 硫酸( $\rho = 1.84\text{g} / \text{mL}$ )中加入 10g 硫酸银, 放置 1—2 天使之溶解, 放置期间, 摇晃几次, 促使硫酸银溶解, 使瓶内实际浓度均匀。若硫酸银加入硫酸后变浑浊, 则硫酸纯度不够, 杂质过多, 应更换硫酸重新配制以免影响测量结果。

#### 6. COD 标准溶液的配制

- 1500 mg/L COD 标准溶液: 准确称取预先在(105~110)°C 烘干 2h 的基准或优级纯邻苯二甲酸氢钾( $\text{HOOC}_6\text{H}_4\text{COOK}$ )1.2755g, 溶于重蒸馏水中, 转移至 1000ml 容量瓶中, 用重蒸馏水稀释至标线。
- 150 mg/L COD 标准溶液: 移取 10 mL 1500 mg/L COD 标准溶液至 100 mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度线。
- 其它浓度的 COD 标准溶液用 1500mg/L 或 150mg/L 的 COD 标准

溶液稀释制得。

7. 专用氧化剂 A 的配制

准确称取预先经 120℃ 烘干 2 小时在干燥器内冷至室温的基准重铬酸钾( $K_2Cr_2O_7$ ) 2.6476g, 溶于重蒸馏水中, 转移至 100ml 容量瓶中, 用重蒸馏水稀释至标线。此溶液为 0.09mol/L 重铬酸钾溶液。此 0.09mol/L 重铬酸钾溶液与 98%浓硫酸(溶有 1%硫酸银)按体积比 1: 3 稀释成(0~1500mg/L)专用消解液。

8. 专用氧化剂 B 的配制

准确称取预先经 120℃ 烘干 2 小时在干燥器内冷至室温的基准重铬酸钾( $K_2Cr_2O_7$ ) 0.2648g, 溶于重蒸馏水中, 转移至 100ml 容量瓶中, 用重蒸馏水稀释至标线。此溶液为 0.009mol/L 重铬酸钾溶液。此 0.009mol/L 重铬酸钾溶液与 98%浓硫酸(溶有 1%硫酸银)按体积比 1: 3 稀释成(0~150mg/L)专用消解液。

## 附录 2 氨氮的测定——纳氏试剂法所需试剂配制

### 注意：

除非另有说明，实验时所用试剂均为符合国家标准的分析纯试剂。

#### 1. 无氨水

在无氨环境中用下述方法之一制备。

- 离子交换法

蒸馏水通过强酸性阳离子交换树脂（氢型）柱，将流出液收集在带有磨口玻璃塞的玻璃瓶内。每升流出液加10g树脂，以利于保存。

- 蒸馏法

在 1000mL 的蒸馏水中，加 0.1mL 硫酸（ $\rho = 1.84\text{g/mL}$ ），在全玻璃蒸馏器中重蒸馏，弃去前 50mL 馏出液，然后将约 800mL 馏出液收集在带有磨口玻璃塞的玻璃瓶内。每升馏出液加 10g 强酸性阳离子交换树脂（氢型）。

- 纯水器法

用市售纯水器直接制备。

#### 2. 轻质氧化镁

不含碳酸盐，在 500℃ 下加热氧化镁，以除去碳酸盐。

#### 3. 盐酸， $\rho = 1.18\text{g/mL}$

#### 4. 纳氏试剂，可选择下列方法的一种配制。

- 二氯化汞-碘化钾-氢氧化钾（ $\text{HgCl}_2\text{-KI-KOH}$ ）溶液

称取 15.0g 氢氧化钾（KOH），溶于 50mL 水中，冷至室温。称取 5.0g 碘化钾（KI），溶于 10mL 水中，在搅拌下，将 2.50g 二氯化汞（ $\text{HgCl}_2$ ）粉末分多次加入碘化钾溶液中，直到溶液呈深

黄色或出现淡红色沉淀溶解缓慢时，充分搅拌混和，并改为滴加二氯化汞饱和溶液，当出现少量朱红色沉淀不再溶解时，停止滴加。

在搅拌下，将冷却的氢氧化钾溶液缓慢地加入到上述二氯化汞和碘化钾的混合液中，并稀释至100mL，于暗处静置24h，倾出上清液，贮于聚乙烯瓶内，用橡皮塞或聚乙烯盖子盖紧，存放暗处，可稳定一个月。

● 碘化汞-碘化钾-氢氧化钠 (HgI<sub>2</sub>-KI-NaOH) 溶液

称取 16.0g 氢氧化钠 (NaOH)，溶于 50mL 水中，冷至室温。称取 7.0g 碘化钾 (KI) 和 10.0g 碘化汞 (HgI<sub>2</sub>)，溶于水中，然后将此溶液在搅拌下，缓慢加入到上述 50mL 氢氧化钠溶液中，用水稀释至 100mL。贮于聚乙烯瓶内，用橡皮塞或聚乙烯盖子盖紧，于暗处存放，有效期一年。

5. 酒石酸钾钠溶液， $\rho = 500\text{g/L}$

称取 50.0g 酒石酸钾钠 (KNaC<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>6</sub>•4H<sub>2</sub>O) 溶于 100mL 水中，加热煮沸以驱除氨，充分冷却后稀释至 100mL。

6. 硫代硫酸钠溶液， $\rho = 3.5\text{g/L}$

称取 3.5g 硫代硫酸钠 (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 溶于水中，稀释至 1000mL

7. 硫酸锌溶液， $\rho = 100\text{g/L}$

称取 10g 硫酸锌 (ZnSO<sub>4</sub> • 7H<sub>2</sub>O)，溶于水中，稀释至 100mL。

8. 氢氧化钠溶液， $\rho = 250\text{g/L}$

称取 25g 氢氧化钠 (NaOH)，溶于水中，冷却至室温，稀释至 100mL。

9. 1mol/L 氢氧化钠溶液

称取 4g 氢氧化钠 (NaOH)，溶于水中，冷却至室温，稀释至



100mL。

#### 10. 1mol/L 盐酸溶液

量取 8.5mL 盐酸 ( $\rho = 1.18\text{g/mL}$ ) 于约 80mL 水中, 冷却至室温, 转移至 100mL 容量瓶中, 定容至刻度线。

#### 11. 硼酸 ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) 溶液, $\rho = 20\text{g/L}$

称取 20g 硼酸, 溶于水中, 稀释至 1000mL。

#### 12. 溴百里酚蓝指示剂, $\rho = 0.5\text{g/L}$

称取 0.05g 溴百里酚蓝, 溶于 50mL 水中, 加入 10mL 无水乙醇, 用水稀释至 100mL

#### 13. 淀粉-碘化钾试纸

称取 1.5g 可溶性淀粉于烧杯中, 用少量水调成糊状, 加入 200mL 沸水, 搅拌混匀放冷。加 0.5g 碘化钾 (KI) 和 0.5g 碳酸钠 ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), 用水稀释至 250mL。将滤纸条浸渍后, 取出晾干, 装棕色瓶中密封保存。

#### 14. 氨氮标准溶液

- 氨氮标准贮备溶液,  $\rho_{\text{N}} = 1000\text{mg/L}$ 。

称取 3.8190g 氯化铵 ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ , 优级纯, 在  $100^\circ\text{C} \sim 105^\circ\text{C}$  干燥 2h), 溶于水中, 移入 1000mL 容量瓶中, 稀释至标线, 可在  $2^\circ\text{C} \sim 5^\circ\text{C}$  保存 1 个月。

- 氨氮标准工作溶液,  $\rho_{\text{N}} = 10\text{mg/L}$ 。

吸取 5.00mL 氨氮标准贮备溶液于 500mL 容量瓶中, 稀释至刻度。临用前配制。

## 附录3 总磷的测定——钼酸铵分光光度法所需试剂配制

注意：

所用试剂除另有说明外，均为符合国家标准或专业标准的分析试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

1. 硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )，密度为 1.84g/mL。
2. 硝酸( $\text{HNO}_3$ )，密度为 1.4g/mL。
3. 高氯酸( $\text{HClO}_4$ )，优级纯，密度为 1.68g/mL。
4. 1：1 硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )  
将 250mL 98%硫酸边搅拌边缓慢加入 250mL 水中，搅拌均匀，冷却至室温，转移至试剂瓶中，备用。
5. 硫酸，约  $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4)=1\text{mol/L}$   
将 27mL 硫酸加入到 973mL 水中。
6. 氢氧化钠( $\text{NaOH}$ )，1mol/L 溶液  
将 40g 氢氧化钠溶于水并稀释至 1000mL。
7. 氢氧化钠( $\text{NaOH}$ )，6mol/L 溶液  
将 240g 氢氧化钠溶于水并稀释至 1000mL。
8. 过硫酸钾，50g/L 溶液  
将 5g 过硫酸钾( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ )溶解于水，并稀释至 100mL。
9. 100g/L 抗坏血酸溶液：  
溶解 10g 抗坏血酸( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ )于水中，并稀释至 100mL。此溶液贮于棕色的试剂瓶中，在冷处可稳定几周。如不变色（变黄）可长时间使用。
10. 钼酸盐溶液：

溶解 13g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 于 100mL 水中,溶解 0.35g 酒石酸锑钾 $[\text{KSbC}_4\text{H}_4\text{O}_7\cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}]$ 于 100mL 水中。在不断搅拌下把钼酸铵溶液徐徐加到 300mL 1: 1 硫酸中,加酒石酸锑钾溶液并且混合均匀。此溶液贮存于棕色试剂瓶中,在冷处可保存二个月。

#### 11. 浊度-色度补偿液

混合两个体积 1:1 硫酸和一个体积 100g/L 抗坏血酸溶液。使用当天配制

#### 12. 磷标准溶液

- 磷标准贮备溶液 (50.0mg/L 磷)

称取  $0.2197\pm 0.001\text{g}$  于  $110^\circ\text{C}$  干燥 2h 在干燥器中放冷的磷酸二氢钾 $(\text{KH}_2\text{PO}_4)$ ,用水溶解后转移至 1000mL 容量瓶中,加入大约 800mL 水、加 5mL 1: 1 硫酸,用水稀释至标线并混匀。本溶液在玻璃瓶中可贮存至少六个月。

- 磷标准使用溶液 (5.0mg/L 磷)

将 10.0mL 的磷标准贮备溶液转移至 100mL 容量瓶中,用水稀释至标线并混匀。使用当天配制。

#### 13. 10g/L 酚酞溶液

0.5g 酚酞溶于 50mL 95%乙醇中。

## 附录4 比色管筛选和标记参考

由于比色管受到制造材料、加工工艺、烧结温度、融涨系数的限制，不可能做到任何一个方向的透光性一致，更不能保证一批比色管的均匀性达到一致！而使用比色法测量对光线的均匀性很敏感，不同的比色管、不同的测量方向可能直接影响测量结果，因此有必要对使用的比色管进行筛选，甚至进行方向标记。下面所说的方法仅供用户参考，用户完全可以自己按照使用的经验筛选比色管。

1. 将手头所有的比色管登记编号。
2. 依次放入比色池中，慢慢旋转一周，观察并记录最大和最小的吸光度值。
3. 全部比色管测量完毕，就可以知道这批比色管的大致情况，可以确定是否有可能筛选出几个比较均匀、透光性很接近的比色管来。这里有几种情况，一种是比色管都很好，不但同一个比色管的最大吸光度和最小吸光度很接近，而且不同比色管之间的数据也很接近，如果是这样，用户就不必进一步筛选，或者标记了，当然这种情况不太多。另一种情况是，尽管同一个比色管的最大吸光度与最小吸光度差距较大，但整体的吸光度范围比较接近，还是能够选出部分比色管，这样的话就需要标记了。
4. 将上述所有的吸光度数据平均就可以得到一个平均值，以此为基准，用户直接筛选掉吸光度不在此范围的不合格比色管，将剩下的比色管再次放入比色池中，慢慢旋转，并查看显示的吸光度值，直到找到与基准吸光度很接近的位置时停止旋转，将这个位置标记出来（在比色管的管壁上做记号，使记号与仪器的三角形标志

对准)，同样道理，将所有筛选出的比色管标记一遍，筛选工作即告完成。实际使用时，用户按照标记的位置放入比色池中进行测量即可。

## 附录5 USB 相关驱动以及安装说明

如果用户使用我公司提供的专用软件，则按照说明书要求操作即可；如果用户的 PC 机上没有安装相关软件，则可按以下步骤操作：

- 1、本仪器使用 Silicon Labs 公司的 USB to UART 转换芯片 CP2102 作为 USB 通讯接口，因此相应的要安装相关的 USB 驱动程序，可以联系我公司销售部门，或者用户自己到 Silicon Labs 公司网站 (<http://www.silabs.com>) 下载最新的 USB 驱动程序版本；
- 2、安装驱动成功后，用仪器提供的 USB 连接线连接仪器至 PC 机，打开仪器，如果是第一次连接 PC 机，则 PC 机上会有发现硬件并安装驱动等提示。用户可以查看 PC 机的设备管理器的串口(我的电脑\管理\设备管理器\端口\)，上面有 Silicon Labs CP210x USB to UART Bridge (COMx) 的标识，表示驱动已经安装成功，上面的 COMx 的 x 表示串口号，否则需要重新安装驱动或者下载最新版本的 USB 驱动。
- 3、本仪器使用标准的 RS232 通讯，格式为：9600, n, 8, 1，即 9600bps 的波特率，无奇偶校验，8 位数据位，1 个停止位。
- 4、用户使用普通的串口调试软件即可通讯。在查阅标定数据、查阅存贮结果等情况下可输出相应结果。

## 附录6 故障现象与故障排除

现象	故障原因	排除方法
仪器没有显示	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 没有安装电池</li> <li>2. 电池电量过低</li> <li>3. 仪器处于关机状态</li> <li>4. 仪器已损坏</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 检查电池是否安装正确</li> <li>2. 更换相同类型的电池</li> <li>3. 按开关键打开仪器</li> <li>4. 联系公司相关部门</li> </ol>
按键没有反应	仪器只对当前有效的按键起作用	按当前有效的按键
某个比色管重复性差	<ol style="list-style-type: none"> <li>1、比色管的质量较差</li> <li>2、每次测量时比色管位置变动较大</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1、购买质量好一点的比色管；</li> <li>2、对比色管进行筛选，并标记位置，测量时按标记处测量</li> </ol>
同一批比色管重复性差	比色管的质量较差，不同比色管之间的吸光度相差较大	<ol style="list-style-type: none"> <li>1、购买质量好一点的比色管；</li> <li>2、对比色管进行筛选，并标记位置，测量时按标记处测量</li> </ol>
测量结果重复性较差	<ol style="list-style-type: none"> <li>1、比色管质量较差</li> <li>2、每次测量时比色管位置变动较大</li> <li>3、比色管没有筛选</li> <li>4、测量池由于经常使用有灰尘积累影响光源；</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1、购买质量好点的比色管；</li> <li>2、筛选比色管并标记，按标记处测量；</li> <li>3、筛选比色管并标记，按标记处测量；</li> <li>4、使用擦镜布小心擦拭测量池，以不影响测量为准。</li> </ol>
PC机无法识别USB设备	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 没有安装USB驱动</li> <li>2. USB驱动程序错误</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 安装USB驱动</li> <li>2. 重新下载最新的USB驱动程序</li> </ol>
PC机通信失败	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 没有正确选择COM口</li> <li>2. 波特率设置错误</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 选择正确的COM口</li> <li>2. 设置合适的波特率9600,N,8,1</li> </ol>







沪制 02220128 号

产品标准编号: Q/YXLG 208

[型式批准证书编号: 2014C302-31](#)

产品说明书版本号: [201401](#)

印刷 [2014](#) 年 [11](#) 月 第 [1](#) 次印刷

生产和维修地址: 上海安亭园大路 5 号

电话: 021-59577340, 021-39506397/99

传真: 021-39506377, 021-39506398

邮编: 201805

网址: <http://www.lei-ci.com>