45600-18

# COD 反应器/THM 反应器
# 使用说明书

© 哈希公司，2000．保留所有权利．

# 哈希公司所用商标

AccuGrow®
AccuVac®
AccuVer™
AccuVial™
Add-A-Test™
AgriTrak™
AluVer®
AmVer™
APA 6000™
AquaChek™
AquaTrend®
BariVer®
BODTrak™
BoroTrace™
BoroVer®
C. Moore Green™
CA 610™
CalVer®
ChromaVer®
ColorQuik®
CoolTrak®
CuVer®
CyaniVer®
Digesdahl®
DithiVer®
Dr. F. Fluent™
Dr. H. Tueau™
DR/Check™
EC 310™
FerroMo®
FerroVer®
FerroZine®
FilterTrak™ 660
Formula 2533™
Formula 2589™
Gelex®
$H_2O$ University™
$H_2OU$™
Hach Logo®
Hach One®
Hach Oval®
Hach.com™
HachLink™
Hawkeye The Hach Guy™
HexaVer®
HgEx™
HydraVer®
ICE-PIC™
IncuTrol®
Just Add Water™
LeadTrak®
m-ColiBlue24®
ManVer®
MolyVer®
Mug-O-Meter®
NetSketcher™
NitraVer®
NitriVer®
NTrak®
OASIS™
On Site Analysis.
Results You Can Trust℠
OptiQuant™
OriFlow™
OxyVer™
PathoScreen™
PbEx®
PermaChem®
PhosVer®
Pocket Colorimeter™
Pocket Pal™
Pocket Turbidimeter™
Pond In Pillow™
PourRite™
PrepTab™
ProNetic™
Pump Colorimeter™
QuanTab®
Rapid Liquid™
RapidSilver™
Ratio™
RoVer®
*sens**ion***™
Simply Accurate℠
SINGLET™
SofChek™
SoilSYS™
SP 510™
Spec√™
StablCal®
StannaVer®
SteriChek™
StillVer®
SulfaVer®
Surface Scatter®
TanniVer®
TenSette®
Test 'N Tube™
TestYES!℠
TitraStir®
TitraVer®
ToxTrak™
UniVer®
VIScreen™
Voluette®
WasteAway™
ZincoVer®



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

# 目　录

**安全警示 ..... 5**
**技术参数 ..... 8**
**操　　作 ..... 9**
**第1节　　操作 ..... 11**
1.1 概述 ..... 11
*1.1.1 COD 反应器 ..... 11*
*1.1.2 THM 反应器 ..... 11*
*1.1.3 附加功能 ..... 12*
1.2 操作 ..... 13
1.3 操作控制器及指示器 ..... 14
1.4 线路电压选择 ..... 15
1.5 准备反应器，150℃或 100℃模式 ..... 16
1.6 准备反应器，温度调节模式 ..... 16
1.7 操作注意事项 ..... 17
**第2节　　仪器维护 ..... 19**
2.1 150℃温度调节 ..... 19
2.2 100℃温度调节 ..... 20
2.3 更换保险管 ..... 20
2.4 加热釜的取出及安装（清洗 COD 反应器） ..... 22
2.5 清洗 THM 反应器 ..... 23
**常规信息 ..... 25**
**可更换部件 ..... 27**
**订购指南及维修服务 ..... 29**
**质量保证 ..... 29**
**证明 ..... 31**
**附录A：哈希COD测定方法 ..... 34**
**比色反应消解法 ..... 36**
**消解 ..... 38**
**比色测量法，0到40 mg/L COD ..... 41**

# 目录， 继续

比色测量法，0 到150 mg/L COD ..... 43
比色测量法，0 到1500及0 到15,000 mg/L COD ..... 45
滴定测量法，0 到150，0 到1500及0 到15,000 mg/L COD ..... 47

附录 B： 哈希COD测量法 ..... 57

三价锰反应器消解法 ..... 59

附录 C： THM Plus™ 法 ..... 69

THM 反应器法 ..... 71



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

# 安全警示

在开箱、安装或操作该仪器之前请阅读本手册的全部内容，特别要注意所有的危险警示和注意事项。如果不这样做可能会对操作者导致严重的人身伤害或对仪器造成损坏。

为确保本仪器所提供的保护措施免受损害，请不要以本手册规定以外的方式使用或者安装本仪器。

## 危险指示信息

如果存在多种危险，本手册将对应其最大危害程度分别使用指示性的词汇（危险、小心、注意）。

***危险（DANGER）***
***表示潜在的或者是迫近的危险情况，如果没有避免的话将导致死亡或者严重的伤害。***

***小心（CAUTION）***
***表示可能有害的情况，这种情况可能导致轻微的或中度的伤害。***

***注意（NOTE）***
***需要特别强调的信息。***

## 警告标记

请阅读贴在仪器上的所有标记和标签。如果没有严格遵守它们的话可能发生人员伤害或仪器损坏。

⚠ 如果仪器上标明了这个符号，请参考仪器手册和/或安全信息。

⚠ ***1.2 节： 操作***

⚠ ***1.4 节： 线电压选择***

⚠ ***1.5 节： 反应器准备工作，150℃或100℃模式***

⚠ ***1.6 节： 反应器准备工作，温度调节模式***

⚠ ***2.3 节： 保险丝更换***

⚠ ***2.4 节： 清除堵塞物及安装（清洗COD 反应器）***

# 安全警示，继续

### ⚠ COD 反应器操作

该仪器用于高温下对盛有少量有害成份的玻璃瓶进行加热。辩认并遵守仪器上的安全警示标签，并仔细阅读试剂瓶上的物质安全数据单（MSDS）。请参见***第 1 节 操作***。

### ⚠ THM 反应器操作

该仪器用于在高温下加热玻璃瓶。辩认并遵守仪器上的安全警示标签，并仔细阅读试剂瓶上的物质安全数据单（MSDS）。请参见***第 1 节 操作***。

## 处理试剂瓶

在处理试剂瓶时应十分小心，并且应穿上工作服。请参见***第 1 节 操作***。完成测试过程后，按照国家的相关法规处理用过的药剂瓶。在型号为 45600 的 COD 反应器中，仅能使用哈希公司提供的 COD 试剂瓶。

## 保安设备

当操作反应器时，应使用保护性的着装，包括护目镜或面罩，以及手套等。请参见***第 1 节 操作***。强烈建议在操作 COD 或 THM 反应器时使用防护物。

## 溢出的试剂

请立即清除溢出的试剂。请参见 17 页的 1.7 节。如果试剂不小心沾到皮肤上，请用水充分清洗该部分皮肤。尽量避免吸入挥发出的试剂蒸气。请阅读每种试剂上的物质安全数据单（MSDS）以获得完整的化学信息。

## 火灾

避免将可燃性液体靠近正在运行的反应器。这样做有可能会导致火灾。



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

# 安全警示，继续

## ⚠ 电源线

型号为 45600 的 COD 反应器和型号为 49100THM 反应器配有一根电源线，适用于美国和加拿大的 115V 交流线电压。如果上述两种仪器中的任一种需要使用 230V 的交流电，则必须使用一根经过认证的带 NEMA 6-15P 型电线引出管的 UL/CSA 型电线，以替代所提供的 115V 交流电源线。

型号为 45600-02 的 COD 反应器和型号为 49100-02 的 THM 反应器是专门为欧洲 230V 的交流线电压设计并制造的。该型号仪器所配的电源线有一个欧洲大陆型插头，且列于 VDE 名单中，可用于 250V 的交流线电压。

## 线电压选择

核对固有的线电压，选择开关的位置及合适的额定容量的保险丝。请参见 *15 页的 1.4 节*。

## 更换保险丝

使用指定的额定电流和电压的保险丝。请参见 *20 页的 2.3 节*。

# 技术参数

技术参数如有变动，恕不另行通知。

**操作环境温度：**+10 到+45℃

**存放温度：**-40 到+60℃

**温度稳定性：**±0.5℃(100 到 150℃)

**容量（COD）：**25 个 16×100 mm 的试剂瓶， 一个温度计。

任选附件中还包括：21 个 16 mm 的试管及 4 个 22mm 的试管，外加一个温度计。

**COD 的精确性（150℃的模式）：**在环境温度为 25℃时为±2℃。

**THM 的精确性（100℃的模式）：**在环境温度为 25℃时为±2℃。

**范围调节幅度（COD）：**100 到 155℃时，调节幅度的最小量。

**范围调节幅度（THM）：**50 到 105℃时，调节幅度的最小量。

**定时：**0 到 120 分钟，带听觉警报，并有自动关机模式。

**加热釜：**可摘除， 黑色的钝化铝， 11.4cm 见方×6.3cm 高。

**温度计：**1 英寸转盘型，0 到 200℃，1%的精度，可进行重校准，相邻两条刻度线之间代表 2℃。

**电源要求：**可在 115V 交流或 230V 交流间进行选择， ±8.5%， 50/60Hz，2.4/1.2 安培交流，220W。

**尺寸：**20.3cm 宽×12 cm 高×30.5 cm 深。

**重量：**净重：3.5 公斤；装运重量：4 公斤。

**加热升温时间：**从+25℃加热到+150℃时需要 30 到 40 分钟。

# 操　　作

## *危 险*

*处理化学样品、标准物及试剂时可能会有危险。请在处理任何化学物质之前先查看必要的物质安全信息页（MSDS）并熟悉所有的安全性流程。*

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

# 第 1 节　　操作

## 1.1 概述

### 1.1.1 COD 反应器

型号为 45600 的 COD 反应器（图 1）是一个带有 25 孔的、干浴式恒温器，可以为哈希公司生产的用于测定化学需氧量（COD）的测试系统提供所需的 150°C的温度环境。除了用于 COD 测量过程外，该仪器还具有定时操作及温度调节的功能。在 COD 消解模式下，温度开关设置在 150°C的位置，且温度在 150±2°C的范围内保持恒定。可将仪器附带的温度计插入加热釜上的温度计插孔中，从而可以得到加热釜的温度值。

在可调节的温度模式下（100 到 155°C），该仪器也可用于消解具有不同消解温度的其它样品。仪器还装备了一个 2 小时的定时器，应用于需要定时消解的过程。使用该功能时，在所选择时间段的终点，会听到铃声，且该设备会自动关闭。在不受限模式下操作时，也可使用不带关机功能的定时器。

### 1.1.2 THM 反应器

型号为 49100 的 THM 反应器是一个带有 10 孔的干浴式恒温器，可以为哈希公司生产的用于测定三卤甲烷（THM）Plus™ 系统提供所需的 100°C的温度环境。除了用于 THM 测量过程外，该仪器还具有定时操作及温度调节的功能。在 THM 消解模式下，温度开关设置在 100°C的位置，且温度在 100±2°C的范围内保持恒定。将仪器附带的温度计插入加热釜的温度计插孔中，从而可得到加热釜的温度值。

### 1.1.3 附加功能

仪器既可在 115V 交流，也可在 230V 交流下操作，只需改变相应的开关即可。 随 COD 反应器和 THM 反应器同时提供的附件包括一个转盘式温度计、电源线、合适的的保险管以及带快速参考卡的仪器说明书。所提供的任选附件包括一套保护性防护物和一个特殊的加热釜，该加热釜上有 21 个能装入 16mm 的试管和 4 个 22mm 米试管的孔。请参见 27 页的 ***任选附件***。

任选的防护物是一块涂覆着 15 英寸高、3/16 英寸厚的聚碳酸脂的钢板。它放置于 COD 反应器或 THM 反应器前面的实验台上，以避免操作者受到破裂的试剂瓶（一般不会发生）中溅出试剂的伤害。

**图 1　　45600 型 COD 反应器**

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

### 1.2 ⚠ 操作

**危险**

***该仪器用于恒温加热可能含有有害物质的测试样品。操作时应穿着保护性的服装，包括手套、护目镜或面罩等。当出现样品溅洒现象时，应立即擦拭干净；如果不慎溅到皮肤上，请用水充分冲洗该部分皮肤。请阅读所有的物质安全数据单以获得足够的相关化学信息。***

## 1.3 操作控制器及指示器

（见图 2）

***电源指示器*** — 当线路电源接通时变亮。如果仪器处于定时模式，在定时器上必须设置一定的时间，以使电源指示灯变亮。

***温度模式开关*** — 为 COD 反应器选择 150°C的恒定温度，为 THM 反应器选择 100°C的恒定温度，**或**选择温度可调操作模式，这样就可以选择 100 到 150°C范围内的任何温度。在 COD 反应器的背部面板上有 ADJUST（调节）控制器，在 THM 反应器的背部面板上有 50 到 105°C的 ADJUST（调节）控制器。

***定时*** — 用于选择以分钟表示的消解时间。指示器上的指针显示出消解过程尚剩余的时间。

***定时开关*** — 当设置在 TIMER 位置上时，与定时器一同用于反应器的定时消解操作中。当设置的时间过去后，反应器会自动关闭。将定时器的开关打在无穷大的位置时，定时器会关闭，或使用听觉信号来记录消解时间。只要仪器处于开启状态，加热釜的温度仍会维持在选定温度上。

***加热指示器*** — 仅当在加热过程中才会变亮。维持在一个稳定的温度下时，该指示灯会时亮时灭。

***电力输入组件*** — 包括一个电源开关、电源插座和一个线路保险丝。

***电压选择开关*** — 可让机器适于 115 伏或 230 伏的操作电压。出厂的内部设置为 115 伏交流。

***温度控制器*** — 当温度开关设置在 ADJ 位置上时，用于选择可更改的恒温温度。顺时针旋转该控制旋钮可升高温度。对于 COD 反应器，温度可在 100 到 155°C之间进行调节。对于 THM 反应器，温度可在 50 到 105°C之间进行调节。

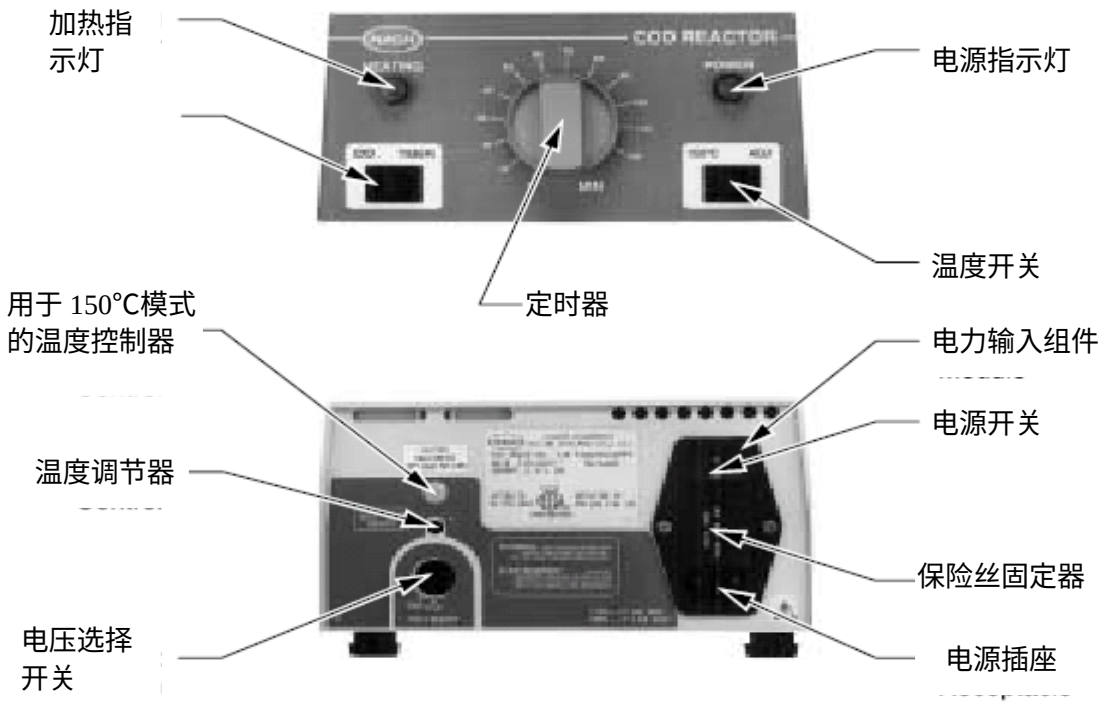
***150°C模式下的温度调节器（COD 反应器）*** — 用于 150°C温度模式，可调节温度使之稳定于 150°C。请参见 19 页的 2.1 节。



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

***100℃模式下的温度调节器（COD 反应器）*** — 用于100℃温度模式，可调节温度使之稳定于 100℃。请参见 *20 页的 2.2 节。*

**图 2　COD 反应器的控制开关，指示灯和连接头**




## 1.4 ⚠ 线路电压选择

***注意：如果该仪器误用了不当的交流线电压，会对仪器造成严重损害。在连接到电源线路上之前，请确保仪器的电压选择开关设置满足所要求的交流线电压要求。***

仪器在出厂前已将所需电压设置成 115 伏的交流电，同时配备了合适的保险管。如果要使仪器在 230 伏的交流线电压下操作，请按下述步骤进行：

1. 从电力输入组件的插座上取下电源线。
2. 旋转电压选择开关，使上面的指示性开槽对准 230V 的位置。

3. 去掉两个 3 安培的保险管，换上两个 1.6 安培的保险管。请参见 *20 页的 2.3 节*。

4. 将电源线线照原样装上。

## 1.5 ⚠ 准备反应器，150℃或 100℃模式

将电源开关设置为 **I**（开），将温度开关设置成 150℃（如果是 COD 反应器）或 100℃（如果是 THM 反应器）。确保定时开关设置在无穷大的位置。等待约 30 分钟让仪器升温。当加热指示灯时亮时灭的时候，表示加热釜的温度已稳定。将温度计插入加热釜上的小孔中可以测得加热釜中的真实温度。

此时仪器即可用于消解样品了。如果想在消解过程结束时使用定时器将反应器关闭，请将定时开关设置在 **TIMER** 的位置，并顺时针旋转定时器的旋钮，使其指向所需的消解时间。

## 1.6 ⚠ 准备反应器，温度调节模式

1. 将电源开关设置成 **I**（开），并将温度开关设置为 **ADJ**。确保定时器开关设置在无穷大的位置。

2. 在加热釜的温度计孔中插入一支温度计，并让温度读数稳定下来。

***注意：****调节温度控制器时应小心仔细。该控制器是一种单向旋转的电位器，当其旋转到量程的最高端时，如果用力过大会导致此控制器永久性损坏。一旦察觉到有旋转阻力时，请停止用力。如果已发生了旋转过度的情况，并且该电位器发生损坏时，请与**哈希公司客户服务部**联系。请参见 **30 页的维修服务**。*

3. 使用绝缘的螺丝启子或修整器进行调节，如果要降低温度，请将温度调节控制器轻轻地反时针旋转；如果要升温，则顺时针旋转。让温度计的读数稳定，以确定是否还需进一步调节控制器。重复该步骤，直至温度计的读数稳定在所需的温度上。如果使用的是任选的玻璃温度计，请取出该温度计。



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

## 1.7 操作注意事项

- 不要将 COD 反应器放在一个通风太强、阳光直射的环境中，也不要将其靠近能放热或吸热的设备旁边。否则会影响温度的稳定性。
- 强烈要求使用任选的安全性防护罩。
- 建议仅在准备仪器的过程中要检验加热釜的温度时才使用玻璃温度计。因为玻璃温度计容易打碎，因此在反应器的常规操作中最好能取出玻璃温度计。
- 要得到最佳实验结果，请使用与加热釜上的孔具有相近尺寸的试剂瓶和试管。
- 在操作过程中，空加热釜的温度可能与插满试剂瓶的温度有少量差异。此外，当把冷试管插入加热釜时会使加热釜的温度下降几度，此时需要等待几分钟来加热试管并让温度回复。如果温度不能完全回复，应调节温度控制器，以对温度进行补偿。请参见 *19* 页的 ***2.1 节 150℃温度调节***或 **20** 页的 ***2.2 节 100℃温度调节***。
- 把随 COD 反应器附带的转盘式温度计浸入一个冰浴槽中，可以对其进行再校准，让温度达到平衡，并调节转盘下的螺母，让读数为 0℃。

***注意：****当出现意外的情况下，如不小心将样品洒入加热釜，请断开仪器的电源，并让其冷却。当仪器冷却后，取出所有的试剂管，然后取出加热釜清洗。请参见 22 页的 2.4 节* ***加热釜的取出及安装****（清洗 COD 反应器）。如果溅洒情况很严重，且不仅仅洒在加热釜上或釜内，则有可能会破坏仪器的电子元件。此时请与相应的客户服务部联系。请参见 30 页的* ***维修服务****。*

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

# 第 2 节　　仪器维护

该仪器无需定期维护。它必须保持干净，当有试剂溅在上面时，应立即擦去。如果有必要的话，对于 150°C模式及 100 °C模式下的温度设置可以按照下面的描述进行调节。如果您的反应器无法正常工作，请与哈希公司的客户服务部联系。请参见 30 页的***维修服务***。

## 2.1 150°C温度调节

由于水样中化合物的消解，150°C温度设置可能需要及时调节。如果设置过程是在加热釜装满试剂瓶的时候进行，则可能得到最精确的结果。请按下述过程进行操作：

1. 将 COD 消解试剂瓶放入加热釜上的孔中，并将温度计插入温度计插孔中。
2. 将定时开关打在无穷大的位置，将温度模式开关打在 150 °C的位置，然后将电源开关打到 **I**（开）。让加热釜的温度稳定下来。
3. 当温度已稳定后，观察温度计的读数。

***注意：****调节温度控制器时，请小心仔细。该控制器是一种单向旋转的电位器，当其旋转到量程的最高端时，如果用力过大会导致此控制器永久性损坏。一旦察觉到有旋转阻力时，请停止用力。如果已发生了旋转过度的情况，并且该电位器发生损坏时，请与****哈希公司客户服务部****联系。请参见* ***30 页的维修服务****。*

4. 从 150°C温度控制器的开孔中摘下插头。请参见 *15 页的图 2*。使用一个绝缘的螺丝启子或一个调节工具，轻轻地将 150°C控制器顺时针旋转，以升高加热釜的温度，或是反时针旋转使温度降低。在每次调节之间，等待温度稳定。有必要的话，请重复该步骤，直到温度计的读数稳定在所需的温度上。将后部面板开孔上的插头复位。

## 2.2 100°C温度调节

由于水样中化合物的消解，100°C模式的温度设置可能需要及时调节。如果设置过程是在加热釜装满试剂瓶的时候进行，则可能得到最精确的结果。请按下述过程进行操作：

1. 将 THM Plus™ 试剂瓶放入加热釜上的孔中，并将温度计插入温度计插孔中。
2. 将定时开关打在无穷大的位置，将温度模式开关打在 100 °C的位置，然后将电源开关打到 **I**（开）。让加热釜的温度稳定下来。
3. 当温度已稳定后，观察温度计的读数。

***注意：****调节温度控制器时，请小心仔细。该控制器是一种单向旋转的电位器，当其旋转到量程的最高端时，如果用力过大会导致此控制器永久性损坏。一旦察觉到有旋转阻力时，请停止用力。如果已发生了旋转过度的情况，并且该电位器发生损坏时，请与**哈希公司客户服务部**联系。请参见 **30 页的维修服务**。*

4. 从 100°C温度控制器的开孔中摘下插头。请参见 *15 页的图 2*。使用一个绝缘的螺丝启子或一个调节工具，轻轻地将 100°C控制器顺时针旋转，以升高加热釜的温度，或是反时针旋转使温度降低。在每次调节之间，等待温度稳定。有必要的话，请重复该步骤，直到温度计的读数稳定在所需的温度上。将后部面板开孔上的插头复位。

## 2.3 ⚠ 更换保险管

***危险***

***为了长期保护仪器以防止着火，更换保险管时请使用指定型号及额定电流的保险管。***

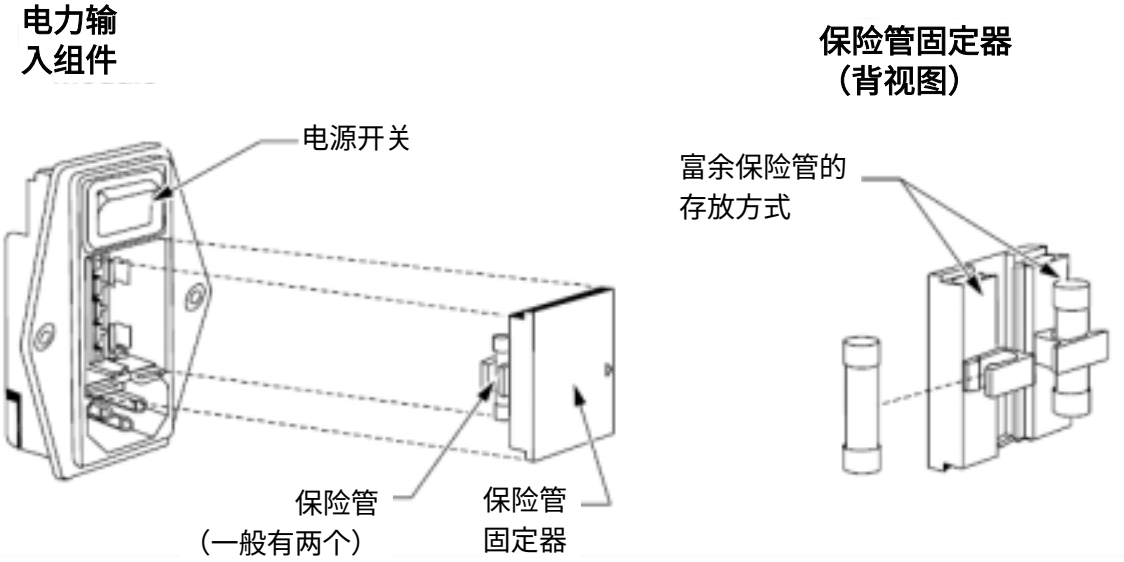


安恒公司 http://www.watertest.com.cn Tel:010-88018877(北京) 021-63176770(上海)

保险管的固定器位于后部面板上，在电力输入组件内。请见图 3。

1. 在摘下保险管固定器前请从仪器上取下电源线。
2. 将一个小螺丝启或其它的定点工具插到这个小孔中，使固定器从仪器上松脱，然后摘下保险管固定器。电源线的两端都有保险管。
3. 对 115 伏的操作，请用 3 安培的保险管，如果是 230 伏的操作，则用 1.6 安培的保险管。请参见 *27 页的**可更换零件***找到合适的保险管的描述及产品编目。多余的保险管可存放在保险管固定器内的两个簧片式夹子上。
4. 将保险管固定器放回原处，并连上电源线。

**图 3　更换保险管**



## 2.4 ⚠ 加热釜的取出及安装（清洗 COD 反应器）

***危险***

***没有采取护手措施之前不要去触摸该加热釜，除非您确信该加热釜已充分冷却。否则可能会发生严重的烧伤。***

每次都将可移动式加热釜以相同方位放于仪器中，这样可避免测试过程出现混乱现象。当从仪器的前部观看时，标记测试孔的读数最好这样的：数字从左至右递增，字母从前往后递增。

在打算取出加热釜之前，请将仪器关闭并让加热釜冷却。取出所有的加热瓶。按下述方法取出加热釜：

1. 加热釜是用两个沉头机械螺钉固定在仪器上，可在加热釜上看见这两个螺钉。使用 COD 加热釜附属元件中提供的六角扳手拧松并取下这两个沉头螺钉。该加热釜与其下部的加热板贴在一起，因为要对加热釜的底面进行加热。左右或前后晃动加热釜使之从仪器上脱离下来。
2. 如果有试剂流入到某个加热孔中，请在自来水下面冲洗，去除里面的残留物。从加热釜的底部摘下加热元件及加热板。使用 COD 加热釜的安装元件中的敷涂器擦拭加热釜和加热板以除去以前的化合物。用异丙醇润湿一块布并用其将加热釜和加热板擦拭干净。



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

***注意：****如果以前的加热化合物未能去除干净，则可能发生导热不良的现象，导致加热釜升温时间及响应时间加长。*

3. 在加热釜的底表面涂上一层加热化合物，然后准备将加热釜安装到仪器上去。请使用 COD 加热釜可更换元件中列出的化合物和敷涂器。用敷涂器的锯齿边往加热釜的底部涂上一层均匀厚度的并全部覆盖的化合物。
4. 让加热孔的序号从左至右递增，字母在左侧排布的方位将加热釜放入仪器中。安上两个沉头螺钉并用六角扳手紧固。
5. 将电源线重新连到仪器上，并将温度计插入温度计孔中。当温度稳定下来时，检查加热釜的温度。如果有必要的话，请按 2.1 和 2.2 节所述调节温度设置。如果使用的是玻璃温度计（任选），请在使用加热釜之前取出温度计。

## 2.5 清洗 THM 反应器

关闭仪器，从仪器上取下电源线，让加热釜冷却。取出所有的试剂瓶。用一块湿布将加热釜擦拭干净。

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

# 常规信息

在哈希公司，用户服务部是我们生产的每一种产品的一个重要组成部分。

牢记这一点，我们编译了下面的信息以便您参考。

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

# 可更换部件

**所需器具**

| 描述 | 每次测量所需量 | 单 位 | 产品编目 |
|---|---|---|---|

COD 加热釜可更换元件……45649-00
包括：
螺丝， 8×32 沉头型（2）
导热化合物， 每瓶 2-盎司
导热化合物的涂敷器
六角扳手，9/64 英寸
说明书
COD 反应器的可更换式加热釜，带 25 个直径为 16mm 的孔
（包括 COD 加热釜的可更换元件）……...45609-01
保险管，3A， 250V，慢膨胀型，用于 115 伏交流电的操作（经 UL，CSA 认证）
（需要 2 个）（45600-00 随机配给 ）……...45640-00
保险管，1.6A， 250V，慢膨胀型，用于 230 伏交流电的操作（经 UL，CSA 认证）
（需要 2 个）（45600-02 随机配给 ）……...30307-00
保险管，1.6A， 250V，慢膨胀污型，用于 230 伏交流电的操作（IEC 型，经 VDE 认证） （需要 2 个）(与 45600-02 随机配 ）……...30306-00
说明书……..……45600-18
电源线，UL，经 CSA 认证，用于 115 伏交流电操作…….……18010-00
电源线，经 VDE 认证，用于欧洲 230 伏交流电操作…….……46836-00
快速操作指南卡…….....……45600-44
温度计，转盘式，0 到 200℃……..45655-00

## 任选附件

COD 附属加热釜元件， 有 21 个 16mm 的孔及 4 个 22mm 的孔，
（包括 COD 加热釜的可更换元件）…….……...…….. 45717-01
异丙醇， 工业纯， 100mL…….……..12276-42
隔热手套……..21788-00
防护眼镜……..20972-00
安全屏罩…….....……23810-00
修理调节工具……18933-00

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

# 订购指南及维修服务

**预订购及维修哈希公司的产品，或要寻求技术和客户服务，可与哈希（中国）公司的办事处联系，哈希公司技术和客户服务部门的工作人员非常乐意回答关于我们产品和它们使用方面的问题咨询，分析方面的专家也很高兴用他们的才能为您服务。**

**哈希（中国）公司北京办事处**
北京建国门外大街 22 号赛特大厦 2301 室
邮政编码：100004
电话：010-65150290
传真：010-65150399

**哈希（中国）公司上海办事处**
上海天目西路 218 号嘉里不夜城第一座 1208 室
邮政编码：200070
电话：021-63543218
传真：021-63543215

**哈希（中国）公司广州办事处：**
广州体育西路 109 号高盛大厦 15 楼 B 座
邮政编码：510620
电话：020-38791592，38795800
传真：020-38791137

**哈希（中国）公司重庆办事处：**
重庆渝中区中山三路 131 号希尔顿商务中心 805 室
邮政编码：400015
电话：023-89061906,89061907,89061908
传真：023-89061909

## 订货时需提供的信息

- 哈希公司客户号码（如果有的话）
- 您的姓名和电话
- 订单号
- 仪器的简述或型号
- 交货地址
- 运输地址
- 产品编目
- 数量

# 质量保证

哈希公司保证：绝大多数产品自发货之日起，至少一年内不存在任何由于材料不合格或者工厂制造方面造成的产品故障，对于某些物品可提供更长时间的保证期。

**哈希公司向其一手购买者保证哈希产品将遵守任何由哈希公司提供给买主的关于质量保证的书面表达。除了前面句子中明确阐明的以外，哈希公司不对任何产品提供任何其它保证。哈希公司明确地拒绝所有为了某一特定的销售或适应目的而提供任何虽通过但是不仅限于法律来暗指的保证。**

**补救措施限制：**哈希公司会履行买卖合同，负责更换或修理不合格产品，或者返还用户所有的货款。**这是任何违反本质量保证书行为的唯一补救措施。**

**损坏限制：基于严格的赔偿责任，哈希公司决不会为任何因违反本保证书、疏忽大意而导致的偶然或间接的损坏行为承担责任。**

本保证仅适用于在美国购买和交付使用的哈希产品。

部件描述、图片以及规格，虽然我们尽可能做到准确，但是我们不保证或承诺一定准确。

要得到一份哈希公司质量保证政策的完整描述，请向我们的客户服务部索取关于美国销售术语和条款的副本。



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

# 证明

哈希公司证明本仪器在出厂前经过了彻底的测试和审查，发现其符合公司公布的详细规格。

COD和THM反应器已经过测试，证明符合下列的仪器标准：

## 产品安全性

UL 1262（ETL 编目 # H0492805390），115V 模式，45900-00

CSA C22.2 序号：1010.1 （ETLc 认证号＃H0492805390），115 V模式， 45900-00

认证工作由哈希公司完成，仪器符合EN 61010 （IEC 1010-1）73/23/EEC的要求。支持性的测试记录是由Dash, Straus & Goodhue (即现在的Intertek测试服务部)完成的，230伏模式，45900-02。

## 抗干扰特性

**EN61326：1998**（关于测量、控制及实验室用途的电力设备的EMC要求）**符合 89/336/EEC EMC的要求**：支持性的测试记录及认证工作是由哈希公司完成。

### 标准包括：

IEC 1000-4-2：1995 (EN 61000-4-2：1995) 抗静电放电干扰特性（标准B）

IEC 1000-4-3：1995 (EN 61000-4-3:1996) 抗辐射RF 电磁场干扰特性（标准A）

IEC 1000-4-4：1995 (EN 61000-4-4：1995) 电力快速瞬间流/峰值冲击（标准B）

IEC 1000-4-5：1995 (EN 61000-4-5：1995) 振荡（标准B）

IEC 1000-4-6：1996 (EN 61000-4-6：1996) RF 电磁场引起的传输干扰（标准A）

IEC 1000-4-11：1994 (EN 61000-4-11：1994) 电压倾角/短促干扰（标准B）

**其它的抗干扰标准包括：**

ENV 50204：1996 数字电话引起的辐射电磁场（标准A）

## 证明，继续

### 射频发射：

符合**89/336/EEC EMC:EN61326:1998**（关于测试、控制和实验室用电子设备的EMC 要求）B类发射限值。支持性的测试记录是由哈希公司完成的。

**所要求的标准包括：**

EN 55014 （CISPR 14）发射标准，由ETL/Dash, Straus & Goodhue (即现在的Intertek 测试服务部) NVLAP ＃ 0270，

EN 55022 （CISPR 22）发射标准，B类限值，由哈希公司测试。

**其它标准包括：**

EN 61000-3-2 （IEC 1000-3-2）由电力设备引起的协调性扰动
EN 61000-3-3 （IEC 1000-3-3）由电力设备引起的电压波动（抖动）干扰

**加拿大引起干扰设备的规定，1374， A 类发射限值：**

支持性的测试记录是由哈希公司和ETL/Dash, Straus & Goodhue (即现在的Intertek 测试服务部)完成的， NVLAP ＃ 0270，认证工作是由哈希公司完成的。

这个A 类数字设备符合加拿大引起干扰设备的规定的所有要求。

**FCC 第15 部分，**A 类限值：支持性的测试记录是由哈希公司和ETL/Dash, Straus & Goodhue (即现在的Intertek 测试服务部) 完成的，NVLAP ＃ 0270，认证工作是由哈希公司完成的。

该设备遵照FCC 规定中第15 部分的要求，其操作服从下面两个条件：

（1）这个设备不能够引起有害的干扰，并且（2）这个设备必须能够耐受其所受到的任何干扰，包括可能会引起不当操作的干扰。



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

# 证明，继续

针对该设备所进行的任何未得到认证方明确批准的更改或者修改都将意味着废止了用户对该仪器的操作授权。

本设备已经经过测试，证明其符合条例FCC 规定中第15 部分A 类数字设备的限值。设计这些限值是为了提供一个合理的保护以避免该设备作为商业用途时引起有害的干扰。如果未按照指导手册进行安装和使用，该设备产生、使用以及能够辐射的无线电频率能量可能会对无线电通讯产生有害影响。本设备如果安装在居民区可能会引起有害的干扰，在这种情况下用户将被要求自行付费来消除这种干扰。下列降低干扰问题的技术可以很容易地被使用。

1．断开COD或THM反应器的外部电源来验证仪器是否是干扰源。

2．如果COD或THM反应器与产生干扰的仪器使用的是同一个电源输出插头，请改用另一个输出插头。

3．让COD或THM反应器远离受到干扰的设备。

4．为受到干扰的设备重新配置接收天线。

5．考虑将上述方法同时使用。

# 附录 A：哈希 COD 测定方法

## 重铬酸盐反应消解方法
## 已经过 USEPA 批准

## 消解
## 比色测量法
## 滴定测量法



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

## 化学需氧量，　　对水、废水及污水

# 比色反应消解法*

**经 USEPA 认证的用于废水分析的方法****

## 介绍

化学需氧量（COD）的测试过程被广泛地用于估计废水中的总有机物含量。它反映的是与废水中可被强化学氧化剂氧化的物质相平衡的氧的量，此处为比色法。当废水中仅含有能被细菌利用的物质且不含有毒物质时，COD 的测量结果可用于估计生化需氧量（BOD）的值。

在比色反应消解法的测试过程中，COD 的测试过程比色分馏法简单。在装有预先测量过的试剂（包括催化剂和氯化物）的瓶子中加入少量水样。这些试剂瓶在加热釜中被加热，直到完成消解过程，然后被冷却。COD 的测量方法既可以用比色法（美国国家环保局认可的方法），或用滴定法确定。

## 物质安全数据单及标记

所有的试剂均附带有物质安全数据单（MSDS）。阅读 MSDS 和试剂包装上的标签是一个很好的实验习惯，这样可使您熟悉该方法中所用的试剂。

---

* Jirka, A. M.; Carter, M.J. 分析化学， 1975，47（8）：1397

** Federal Register, 4 月 21 号，1980，45（78）：26811-26812。极低浓度范围（0 到 10mg/L）COD 瓶是**未**经美国环保局审定的。高浓度范围以上（0 到 15,000mg/L）的 COD 瓶是**未**经美国环保局审定的。滴定测量法是**未**经美国环保局审定的。



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

# 化学需氧量，继续

## 分析方法

在该部分内容中详细地介绍了测量重铬酸盐化学需氧量（COD）的滴定法和比色法。两种方法均需对样品进行消解，其后可任选一种方法进行分析。两种方法中，比色法较简单也较快速，并得到美国环保局的批准。如果样品消解后浊度较高或仍含有其它致色物质，则需要使用哈希公司提出的滴定测量法；该法未得到美国环保局的批准。

## 废弃物的管理

样品最后会含有汞、银及铬，它们的浓度水平可能会达到联邦 RCRA 中规定的有害废物的浓度标准。请您咨询当地的政府机构或法律机构，以充分了解如何处理这些有害物质的详细信息。

## 消解

**方法：8000**

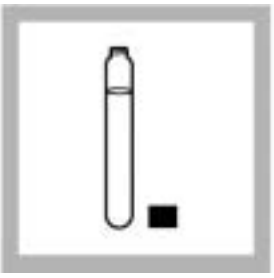
1. 在一个搅拌机内将 100mL 样品匀化约 30 秒。

***注意：****在匀化样品之前请混合样品。要提高精度及可重现性，请将已匀化的样品倒入一个 250 mL 的烧杯中，并用磁力搅拌桨轻轻地搅拌。对于含有大量固体的样品，请增加匀化时间。*

***注意：****该分析方法中某些化学品及器具如果操作不当或偶尔误用时，可能会对使用者的健康和安全造成危害。请阅读本说明书中的所有警告及有关安全章节。为了充分保障使用者的安全，请穿戴护目镜及合适的服装。如果皮肤接触到了化学品，请用流动水冲洗沾染的皮肤。请仔细遵照说明书的内容进行操作。*

2. 打开 COD 反应器。预热到 150°C。在反应器前面放置塑料防护物。

***注意：****确保安放了安全性的装置，这样可保护分析员免于受到溅出的试剂的伤害。*



3. 选择合适范围的 COD 消解试剂瓶，并拧下瓶盖。

| 样品浓度范围（mg/L） | COD 消解试剂瓶的型号 |
|---|---|
| 0 到 10 | 超低浓度范围 |
| 0 到 150 | 低浓范围 |
| 0 到 1500 | 高浓范围 |
| 0 到 15000 | 高浓范围以上 |

***注意：****该试剂混合物是光敏性的。请将未用过的试剂瓶装在不透光的包装盒中，有必要的话，请放在冰箱中。在测试过程中，光对试剂瓶的影响不会影响测试结果。*

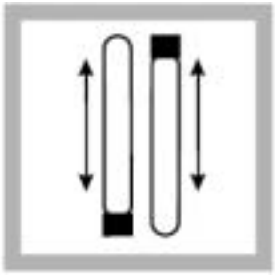
4. 以 45 度角拿着试剂瓶。量取 2.00 mL (如果是 0 到 15000 mg/L 范围内的水样则量取 0.2 mL) 的水样于试剂瓶中。

***注意 :对于0 到15000 mg/L 范围内的水样，****只需取 0.20 mL 的水样，而不是 2.00 mL，请使用 TenSette 移液管。要得到更高的精度，至少需要进行三次重复分析实验，并将结果取平均值。*

***注意：****试剂溢出或溅洒会影响测试结果，并对皮肤及其它物质有危害。不要使用已发生溅洒的试剂瓶进行测试实验。如果试剂瓶发生了溅洒或溢出，请用流动水将其冲洗干净。*

# 化学需氧量，继续

5. 盖上瓶盖并拧紧。用去离子水冲洗 COD 试剂瓶的外表面，然后用纸巾将瓶子擦干净。



6. 拿住瓶子的盖子及未被液体浸没的瓶体部分。轻轻地倒转几次以混合里面的液体。将该瓶子放在经过预加热的 COD 反应器中。

***注意：**在混合过程中，瓶子会变得很热。*

7. 按步骤 3 到 6 准备一支空白的试剂瓶，此时不加入水样，而是加入 2.00 mL（如果是 0 到 15000 mg/L 的范围，则加入 0.2 mL）的去离子水。

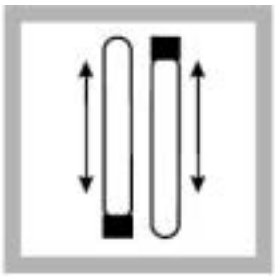
***注意：**请确保移液管是干净的。*

***注意：**对于每一个系列的水样，必须使用一个空白。请用同一规格的试剂瓶进行水样和空白的测试。*

8. 将试剂瓶加热 2 小时。

***注意：**许多水样在少于 2 个小时的消解时间内就可充分消解。可以每隔 15 分钟测一下浓度值（不过仍很热）直到读数不发生变化时为止。将试剂瓶冷却到室温，以进行最终的测量过程。*

# 化学需氧量，继续



9. 关闭反应器。等待约 20 分钟使试剂瓶冷却到 120°C或更低。

10. 当瓶子仍是温热时，将每个瓶子颠倒倒几次。将瓶子放在试管架上。等待瓶子冷却到室温。

***注意：****如果反应的样品中出现了很纯的绿色，请测量样品的 COD 值，如果有必要的话，请用稀释的样品重复该测试过程。*

11. 使用如下所述技术的任一种测量 COD：

- 比色法， 0-40 mg/L COD
- 比色法， 0-150 mg/L COD
- 比色法，0-1500 mg/L COD
- 比色法，0-15000 mg/L COD
- 滴定法，0-150，0-150，0-1500，0-15000 mg/L COD



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

# 化学需氧量，继续

## 比色测量法，0 到 40 mg/L COD*

1. 如果使用 DR/40000 型分光光度计，请按位于 **HACH PROGRAM** 字样下的软按键。

使用数字键按下 **2700**，为低浓度范围的 COD 选择所存储的程序序号。

按：**ENTER** 键。

2. 屏幕上将显示：

**HACH PROGRAM: 2700 COD，ULR**

仪器会自动选择波长（λ）为 350nm。

3. 将测试试管插槽滑入翼形螺钉下部的固定槽中，使其进入样品池组件中。然后用翼形螺钉紧固。

***注意：****DR/4000 型测试试管插槽**不**允许插入热的试剂（150°C）进行读数。*

4. 用毛巾将实验空白的瓶外壁擦干净。

***注意：****先用一块湿布擦，然后再用一块干布擦，这样可以去除指纹或其它痕迹。*

---

* 超低浓度的试剂瓶未经 USEPA 认证，且仅能用于可产生 350nm 波长的分光光度计中。

# 化学需氧量，继续

5. 将空白放入插槽中，让瓶上的 Hach 标志正对着仪器的前部。盖上挡光板。

***注意：****关于空白的准备工作已在消解过程中进行过描述。*

***注意：****空白在黑暗中保存是稳定的；请参见 51 页的****比色法测量过程中的空白****。*

6. 按下位于 ***ZERO*** 字样下的软按键。

屏幕上将显示：

**0.0 mg/L COD**

***注意：****要改变浓度单位，请按****OPTION*** *软按键。然后按位于* ***UNIT*** *字样下的软按键可在不同的选择间进行转换。按****ENTER*** *键返回到读数下的屏幕显示。*

7. 用毛巾将样品瓶的外表面擦干净。

8. 将样品瓶放入插槽中，让瓶上的 Hach 标志正对着仪器的前部。盖上挡光板。屏幕上显示以 mg/L（或以所选择的单位）表示的 COD 值。

***注意：****结果可以 mg/L COD 或 mg/L* $O_2$ *表示。按下位于* ***OPTION*** *字样下的软按键，然后按****FORM*** *键，可以在不同选项间进行转换。*

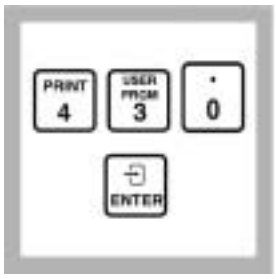
***注意：****如果屏幕上显示* ***45 mg/L COD*** *和/或****OVER!****，表示样品的浓度超过了测量范围的限值。请使用稀释的样品重复测量步骤，或使用低浓度范围/高浓度范围的 COD 试剂瓶。*



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

# 化学需氧量，继续

## 比色测量法(DR2010)，0 到 150 mg/L COD

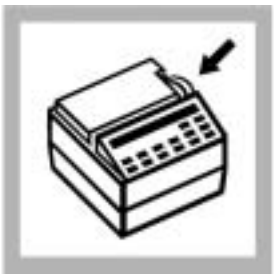



1. 输入低浓范围化学需氧量（COD）的程序序号：

按： **4 3 0 ENTER**

屏幕上将显示：

**Dial nm to 420**。



2. 转动波长转盘直至小屏上显示：

**420 nm**

当已正确地设置波长值后，屏幕上将很快显示：

**Zero Sample**

然后是：**mg/L COD LR**

***注意：****设置波长时请从高往低设置。*

3. 将 COD 试剂瓶的插槽放入样品池的固定器中，并让标志对着右方。

4. 用一块毛巾将空白的外表面擦干净。

***注意：****先用一块湿布擦，然后再用一块干布擦，这样可以擦除指纹或其它痕迹。*

# 化学需氧量，继续

5. 将空白放入插槽中，让瓶上的 Hach 标志正对着仪器的前部。把盖子盖在该插槽上。

***注意：****空白放在黑暗中是稳定的。请参见* ***比色法测量过程中的空白****。*

6. 按：**ZERO** 键。屏幕上将显示：

**Zeroing…**

然后显示：

**0. mg/L COD LR**

7. 用一块毛巾将样品瓶的外表面擦干净。

8. 将样品瓶放入插槽中，让瓶上的 Hach 标志正对着仪器的前部。把盖子盖在该插槽上。

9. 按：**READ** 键。屏幕上将显示：

**Reading…**

然后屏幕上将显示以 mg/L COD 表示的测量结果。

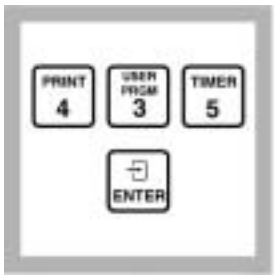
***注意：****对于浓度靠近 150 mg/L COD 的样品要获得最大精度，请用稀释的样品重复分析过程。*



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

# 化学需氧量，继续

## 比色测量法(DR2010)，0 到 1500 及 0 到 15,000 mg/ 方法：8000




1. 输入高浓范围化学需氧量（COD）的程序序号：

按： **4 3 5 ENTER**

屏幕上将显示：

**Dial nm to 620**。

2. 转动波长转盘直至小屏上显示：

**620 nm**

当已正确地设置波长值后，屏幕上将很快显示：

**Zero Sample**

然后是：**mg/L COD LR**

3. 将 COD 试剂瓶的插槽放入样品池的固定器中，并让标志对着右方。

4. 用一块毛巾将空白的外表面擦干净。

***注意：****先用一块湿布擦，然后再用一块干布擦，这样可以擦除指纹或其它痕迹。*

* 高浓或更高范围（0 到 15,000 mgL）COD 试剂瓶是未经 USEPA 认证的。

# 化学需氧量，继续

5. 将空白放入插槽中，让瓶上的 Hach 标志正对着仪器的前部。把盖子盖在该插

***注意：****空白放在黑暗中是稳定的。请参见* ***比色法测量过程中的空白****。*

6. 按：**ZERO** 键。屏幕上将显示：

**Zeroing…**

然后显示：

**0. mg/L COD LR**

7. 用一块毛巾将样品瓶的外表面擦干净。

8. 将样品瓶放入插槽中，让瓶上的 Hach 标志正对着仪器的前部。把盖子盖在该插槽上。

9. 按：**READ** 键。屏幕上将显示：

**Reading…**

然后屏幕上将显示以 mg/L COD 表示的测量结果。

***注意：****当使用超高浓 COD 消解瓶时，请将读数值乘以 10。*

***注意：****对于浓度靠近 1500 或 15,000 mg/L COD 的样品要获得最大精度，请用稀释的样品重复分析过程。*



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

## 化学需氧量，继续

## 分光光度法（DR2400） （LR 3~150.0 mg/L、HR 20-1500mg/L、UHR 200-15000mg/L COD 反应消化法

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

2、以毛巾擦拭试管外壁。
注：先以湿毛巾擦拭，再以干毛巾擦去指印等污染。

3、将 16-mm 试管匣安装入测试箱。放入空白样。

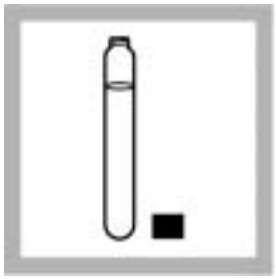
4. 按 ZERO 归零，屏幕将出现“0.0mg/l COD”。

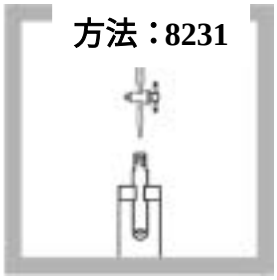
5、将试样置入 DR4000 内，按 READ，即可测得 mg/L COD 浓度。

6、如果测试超高量程，结果乘以 10。

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

# 滴定测量法，0 到 150，0 到 1500 及 0 到 15,000 mg/L COD*






1. 从消解瓶上小心地摘下瓶盖。用少于 1mL 的去离子水淋洗瓶子的内壁。

2. 往瓶子中加入一个聚四氟的小搅拌子及一滴合适浓度的试亚铁灵指示剂。当使用低浓范围 COD 试剂瓶时，请使用低浓度的试亚铁灵指示剂溶液。当使用高浓范围或超高浓范围 COD 消解试剂瓶时，请使用高浓度试亚铁灵指示液。

***注意：****如果制备的样品的颜色由蓝绿色变成橙棕色时，表明样品中 COD 值超出测量范围。此时请稀释样品并重复消解过程。*

3. 将试剂瓶放在搅拌台上。打开磁力搅拌器。

4. 用一定浓度的硫酸亚铁铵标准液（FAS）滴定样品，直到样品颜色突然由蓝绿色变成橙棕色。当使用低浓 COD 消解试剂瓶时，请使用 0.0125 N 的 FAS。当使用高浓或超高浓 COD 消解试剂瓶时，请使用 0.125 N 的 FAS。记录滴定体积（mL）。滴定样品所需的体积为 B，滴定空白所需的体积为 A。

***注意：****在使用前请充分混合 FAS 瓶。*

***注意：****A 值和 B 值将在第 8 步中要用到。*

---

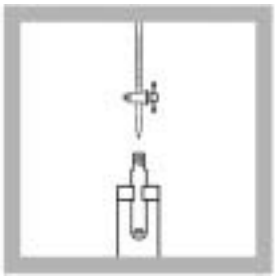
* 用于经过消解反应的样品的滴定法未得到 USEPA 认证。

5. 用移液管量取 2.00 mL 的重铬酸钾标准液于一个空白的试剂瓶中。当使用低浓 COD 消解试剂瓶时，请使用 0.025 N 的溶液。当使用高浓或超高浓范围的 COD 消解试剂瓶时，请使用 0.25 N 的溶液。

往试剂瓶中加入 3 mL 硫酸。旋转使之混合。等待溶液变冷直到试剂瓶可以用手触摸。

***注意：****第 5 到 7 步必须在同一天完成，因为时间过长时，FAS 会变质。*

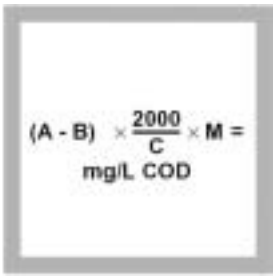
6. 加入一滴在第 2 步中选择好的试亚铁灵指示液。



7. 加入一颗搅拌子，然后用第 4 步中选择好的硫酸亚铁铵溶液滴定，直到颜色由蓝绿色转变为橙棕色。记录所需的 mL 数。该体积数即为下面方程中的 C 值。

***注意：****在使用前请混合 FAS 瓶。*

***注意：****要从试剂瓶中取出搅拌子，请用一只手以一定角度拿着试剂瓶，然后另一只手握着搅拌子回收器。将回收器靠近试剂瓶底部的**外**壁。顺着外壁从下往上移动回收器，直到瓶子的顶部。*




8. 根据上面的公式确定 mg/L COD 值。

此处：

A = 用于滴定空白的 mL 数。

B = 用于滴定样品的 mL 数。

C = 用于滴定前面第 7 步中的标准液的 mL 数。

M = 0.1 （当使用低浓 COD 消解试剂瓶时）

M = 10（当使用高浓 COD 消解试剂瓶时）

例如：当使用低浓 COD 试剂瓶时：

A = 3.95 mL
B = 2.00 mL
C = 4.00 mL
M = 0.1
mg/L COD
$=(3.95\text{-}2.00)\times \frac{2000}{4.00} \times 0.1 = 97.5$

# 化学需氧量，继续

## 采样与保存

将样品采集在玻璃瓶中。仅当已知样品中不含有有机物时才能使用塑料瓶。尽快测试具有生物活性的样品。匀化含有固体的样品，以确保得到具有代表性的水样。用硫酸将样品的 pH 值调到低于 2 （每升约加入 2 mL 硫酸）并保存在 4°C的条件下，这样可以将样品保存 28 天。当使用大量的防腐剂时，应该对所加入的酸进行体积修正。此时应将最终测量读数乘以总体积（样品+酸），然后除以实际的样品体积。

## 精度检查

**标准溶液法**

用 30 mg/L 的 COD 标准液来检查范围在 0 到 40 mg/L 的测量精度。使用 A 级玻璃器具，称取 850 mg 干燥的（120°C，一整夜）邻苯二甲酸氢钾（KHP）溶于 1000mL 不含有机物的去离子水中，可制得 1000 mg/L COD 标准液。取 3.00 mL 该溶液于 100.0 mL 的容量瓶中可得到 30 mg/L 的稀释液。用去离子水稀释至刻度线，盖上瓶塞，颠倒约 10 次以充分混合。

用 100 mg/L 的标准液检查 0 到 150 mg/L 范围的精度。称取 85 mg 干燥的（120°C，一整夜）邻苯二甲酸氢钾（KHP）溶于 1 升的去离子水中。取 2 mL 作为样品的体积。预期结果将为 100 mg/L COD。**或者，**取 10 mL 浓度为 1000 mg/L 的 COD 标准液稀释至 100 mL 可制得浓度为 100 mg/L 的标准液。

既可用 300 mg/L 的标准液，也可用 1000 mg/L 的 COD 标准液检查 0 到 1500 mg/L 范围的精度。取 2 mL 标准液作为样品的体积。预期结果将分别为 300 mg/L 或 1000 mg/L COD。

或者，溶解 425 mg 干燥的（120°C，一整夜）邻苯二甲酸氢钾（KHP）可制得 500mg/L 的标准液。用去离子水稀释至 1 升。

用 10,000 mg/L 的标准液检查 0 到 15,000 mg/L 范围的精度。称取 8.500 g 干燥的（120°C，一整夜）邻苯二甲酸氢钾（KHP）



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

溶于 1 升的去离子水中。取 0.2 mL 作为样品的体积。预期结果将为 10,000 mg/L COD。

## 制备不含有机物的水

要制备不含有机物的水（即水中 COD 值无法测出）：

1. 将 1 升含有较低 COD 值的去离子水倒入一个 2 升的 Erlenmeyer 烧瓶中。
2. 往烧瓶中加入一包过硫酸钾粉末。摇晃使之溶解。
3. 在烧瓶中悬挂一个 UV 灯，让灯泡的玻璃部分浸入到溶液中，让灯泡的酚醛树酯部分高于液面。请按照 UV 灯的安全与操作说明进行操作。必须配戴 UV 护目镜以保护眼睛。
4. 用 UV 灯辐照溶液至少 2 小时（一整夜比较好）。
5. 从溶液中取出灯泡。往溶液中加入一勺（约 0.05 克）的硫酸镍。
6. 加热溶液至沸腾。从加热板上取下烧瓶，并用一个表面皿盖住。
7. 让烧瓶冷却至室温。该瓶内的水中需氧量为零。用铝箔封住烧瓶以防止氧气的接触。如果经过适当地密封，该水溶液在一周内不会产生需氧量。

## 比色法测量过程中的空白

当使用同一批试剂瓶时，空白可能要重复用于测量过程中。将空白保存在黑暗中。在合适的波长下（350，420，或 620 nm）测量吸光度可监测分解情况。在吸收模式下对仪器调零，请使用装有 5 mL 去离子水的培养管（参见 56 页的**任选器具**）。测量空白的吸光度并记录吸光值。当吸光度变化了约 0.010 个吸光度单位时，请制备空白样。

# 化学需氧量，继续

## 比色测量法的精度

在专门的实验室，使用浓度为 100mg/L 和 500mg/L COD 的标准液以及 DR/2010 型分光光度计的两套试剂时，专业操作者可以分别获得±2.7 mg/L COD（对于 0 到 150 mg/L COD）、±18 mg/L COD（对于 0 到 1500 mg/L COD）和±100 mg/L COD（对于 0 到 15,000 mg/L COD）的标准偏差。

## 估计检测限（EDL）

EDL 是计算出的去离子水基体内的最低平均浓度，它与零不同（置信水平为 99%）。程序 2700 的 EDL 为 0.2mg/L COD，在程序 430 中为 2 mg/L COD。

程序 435 的 EDL 为 5mg/L COD，要获得更多的关于偏差和哈希公司产品的估计检测限的使用方法，请参见您手中的哈希分光光度计使用手册。

## 干扰物

当测量 COD 浓度时，氯化物是主要的干扰物。每一个哈希公司生产的 COD 试剂瓶中均含有硫酸汞，它可消除如下表第 1 栏中指出的浓度范围以下的氯化物干扰。具有较高氯化物浓度的样品必须经稀释后才能测定。充分稀释样品，直到样品中氯化物浓度降低到第 2 栏中指出的浓度水平。

如果样品的稀释会导致 COD 浓度过低，从而影响测量准确度时，可在样品加入之前往每一个 COD 试剂瓶中加入 0.50g 的硫酸汞（$HgSO_4$）。额外加入的硫酸汞可以提高样品中氯化物允许存在的最高浓度（如第 3 栏所列的浓度水平所示）。

溴化物的干扰不能通过硫酸汞来加以控制。



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

# 化学需氧量，继续

| 使用的试剂瓶类型 | 样品中氯离子的最高浓度 (mg/L) | 建议稀释样品中氯离子的浓度 (mg/L) | 加入 0.5g $HgSO_4$ 时样品中允许存在的最高氯离子浓度（mg/L） |
|---|---|---|---|
| 超低浓度范围 | 2000 | 1000 | NA |
| 低浓范围 | 2000 | 1000 | 8000 |
| 高浓范围 | 2000 | 1000 | 4000 |
| 超高浓范围 | 20,000 | 10,000 | 40,000 |

## 方法总结

以 mg/L 表示的 COD 定义为：每升水样在该操作条件下消耗的氧气量（以 mg/L 表示）。在该操作过程中，水样与强氧化剂重铬酸钾共同加热两小时。可被氧化的有机物发生反应，将重铬酸根离子（$Cr_2O_7^{2-}$）还原成绿色的铬离子（$Cr^{3+}$）。当使用 0-40 mg/L 或 0-150 mg/L 的比色法时，测量的是 $Cr^{6+}$离子的量。当使用 0-1500 mg/L 或 0-15,000 mg/L 的比色法时，测量的是 $Cr^{3+}$离子的量。COD 试剂也含有银和汞离子。银是催化剂，而汞是用于掩蔽氯化物的干扰。

# 化学需氧量，继续

## 所需试剂（用于比色测量法）

| 描述 | 每次测量所需量 | 单 位 | 产品编目 |
|---|---|---|---|
| 选择合适的 COD 消解试剂瓶： | | | |
| 超低浓度范围， 0 到 45 mg/L COD | 1-2 | 25/pkg | 24158-25 |
| 低浓度范围， 0 到 150 mg/L COD | 1-2 | 25/pkg | 21258-25 |
| 高浓度范围， 0 到 1500 mg/L COD | 1-2 | 25/pkg | 21259-25 |
| 超高浓度范围， 0 到 15,000 mg/L COD | 1-2 | 25/pkg | 24159-25 |
| 去离子水 | 可变 | 4 L | 272-56 |

## 所需试剂（用于滴定测量法）

| 描述 | 每次测量所需量 | 单 位 | 产品编目 |
|---|---|---|---|
| 选择一或两种重铬酸钾标准液： | | | |
| 0.025 N | 2 mL | 500 mL | 164-49 |
| 0.25 N | 2 mL | 1000 mL | 1809-53 |
| 硫酸，ACS | 3 mL | 500 mL** | 979-49 |
| 去离子水 | 可变 | 4 L | 272-56 |
| | | | |
| 选择合适的 COD 消解试剂瓶： | | | |
| 低浓度范围 | 1-2 | 25/pkg*** | 21258-25 |
| 高浓度范围 | 1-2 | 25/pkg*** | 21259-25 |
| 超高浓度范围 | 1-2 | 25/pkg | 24159-25 |
| 选择一种或两种试亚铁灵指示剂 | | | |
| 低浓度范围 | 1-2 滴 | 29 mL DB | 20551-33 |
| 高浓度范围 | 1-2 滴 | 29 mL DB*** | 1812-33 |
| 选择一种或两种硫酸亚铁铵溶液*** | | | |
| 0.0125 N | 可变 | 1000 mL | 14237-53 |
| 0.125 N | 可变 | 500 mL | 20548-49 |

---

* 不包括试剂空白或标准化的试剂或器具。

** 如需要较大尺寸的，请与哈希公司联系。

*** 哈希公司制备的装有硫酸亚铁铵标准液的试剂瓶中均有一根镉金属丝。这根镉金属丝的目的是为了保护标准液。在填充滴定管之前，应将瓶子旋转以使溶液的上层部分与镉金属丝接触。当滴定这些溶液时，不要将滴定管中剩余的溶液重新装回瓶子中，也不允许将溶液长时间地存放在滴定管中。不要使用带蓄水槽的自动滴定管，因为这种滴定管装有较多的溶液，这些溶液可能在一天内都用不完。



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

# 化学需氧量，继续

## 所需器具（用于比色测量法）

| 描述 | 每次测量所需量 | 单 位 | 产品编目 |
|---|---|---|---|
| COD 反应器， 115/230 伏交流， 50/60Hz： | | | |
| 北美型保险管及插头 | 1 | 个 | 45600-00 |
| COD 反应器， 230 伏交流， 50 Hz： | | | |
| 欧洲型保险管及插头 | 1 | 个 | 45600-02 |
| COD 测试管插槽， DR/4000 | 1 | 个 | 48189-00 |
| COD 试剂瓶插槽， DR/2010 | 1 | 个 | 44799-00 |
| 移液管， TenSette®, 0.1 到 1.0 mL | 1 | 个 | 19700-01 |
| 定容移液管，A 级， 2.00 mL | 1 | 个 | 14515-36 |
| 移液漏斗，安全玻泡 | 1 | 个 | 14651-00 |
| 测试管架 | 1-2 | 个 | 18641-00 |

## 所需器具（用于滴定测量）

| 描述 | 每次测量所需量 | 单 位 | 产品编目 |
|---|---|---|---|
| 洗瓶，500mL | 1 | 个 | 620-11 |
| 滴定管夹，双 | 1 | 个 | 328-00 |
| 自动滴定管 | 1 | 个 | 20550-37 |
| COD 反应器， 115/230 伏交流， 50/60 Hz： | | | |
| 北美型保险管及插头 | 1 | 个 | 45600-00 |
| COD 反应器， 230 伏交流， 50 Hz： | | | |
| 欧洲型保险管及插头 | 1 | 个 | 45600-02 |
| 定容移液管，A 级， 2.00 mL | 1 | 个 | 14515-36 |
| 移液管，Mohr 型， 5.00 mL | 1 | 个 | 20934-37 |
| 移液漏斗，安全玻泡 | 1 | 个 | 14651-00 |
| 安全屏罩，实验台上用 | 1 | 个 | 23810-00 |
| 搅拌子 | 1 | 个 | 20549-59 |
| 搅拌子回收器 | 1 | 个 | 15232-00 |
| 磁力搅拌器，120 伏交流 ，50/60 Hz | 1 | 台 | 23444-00 |
| 磁力搅拌器，240 伏交流 ，50/60 Hz | 1 | 台 | 23444-02 |
| 支架 | 1 | 个 | 563-00 |
| 测试管架，钢制品，8 排 | 1 或 2 | 个 | 18641-00 |
| 滴定架，用于测试试管 | 1 | 个 | 18642-00 |

# 化学需氧量，继续

## 所需器具（用于比色测量法）

| 描述 | 每次测量所需量 | 单 位 | 产品编目 |
|---|---|---|---|
| COD 消解试剂瓶，用于 0 到 40 mg/L 的 COD | | 150/pkg | 24158-15 |
| COD 消解试剂瓶，用于 0 到 150 mg/L 的 COD | | 150/pkg | 21258-15 |
| COD 消解试剂瓶，用于 0 到 1500 mg/L 的 COD | | 150/pkg | 21259-15 |
| COD 标准溶液，300 mg/L | | 200 mL | 12186-29 |
| COD 标准溶液，1000 mg/L | | 200 mL | 22539-29 |
| 硫酸汞，ACS | | 28.3 克 | 1915-20 |
| 硫酸镍， ACS | | 25 克 | 11264-24 |
| 邻苯二甲酸氢钾， ACS | | 500 克 | 315-34 |
| 硫酸， ACS | | 500 mL* | 979-49 |
| 过硫酸钾粉末包 | | 100/pkg | 20847-69 |

## 任选器具

| | | | |
|---|---|---|---|
| 分析天平， 115 V交流 | | 台 | 26103-00 |
| 分析天平， 220 V交流 | | 台 | 26103-02 |
| 烧瓶， 250 mL | | 个 | 500-46 |
| 搅拌器，120 V 交流， 1.2-L，2-速 | | 台 | 26161-00 |
| 搅拌器，220 V 交流， 1.2-L， 2-速 | | 台 | 26161-02 |
| 培养管，16 x 100 | | 6/pkg | 22758-06 |
| 培养管盖 | | 6/pkg | 22411-06 |
| 带刻度的量筒，5 mL | | 个 | 508-37 |
| 电磁搅拌器， 120 V 交流，带电极架 | | 台 | 45300-01 |
| 电磁搅拌器， 230 V交流，带电极架 | | 台 | 45300-02 |
| 容量瓶，A级，1000 mL | | 个 | 14574-53 |
| 容量瓶，A级， 100 mL | | 个 | 14574-42 |
| pH 试纸，1 到11 pH | | 5 卷/pkg | 391-33 |
| 血清移液管，5 mL | | 支 | 532-37 |
| 滴管，用于 19700-01 TenSette® 移液管 | | 50/pkg | 21856-96 |
| 定容移液管，A级，10 mL | | 支 | 14515-38 |
| 用于COD反应器的安全屏罩 | | 个 | 23810-00 |
| 量匙， 0.5 g | | 个 | 907-00 |
| 搅拌子， 22.2 x 4.76 mm | | 个 | 45315-00 |
| 搅拌子回收器 | | 个 | 15232-00 |
| UV 灯元件，115 V交流 | | 付 | 20828-00 |
| UV 灯元件，230V交流 | | 付 | 20828-02 |

***要得到技术性支持及关于产品价格和订购信息，请参见常规信息。***

**在 U.S.A. 国内 — 请致电800-227-4224**

**在 U.S.A. 之外 — 请与当地的哈希客户服务部联系。**

*与哈希公司联系，可得到更大尺寸的产品。



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

# 附录 B： 哈希 COD 测量法

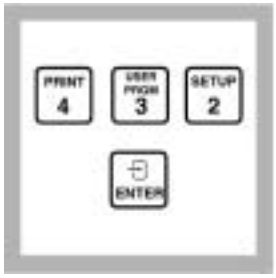
## 三价锰 COD 测量量

## 消解
## 比色测量法

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

# 化学需氧量，（20 到 1000mg/L）　　对水和废水

## 三价锰反应器消解法*（去不去除氯化物均可）




1. 往仪器中输入三价锰法测量 COD 的用户程序序号。

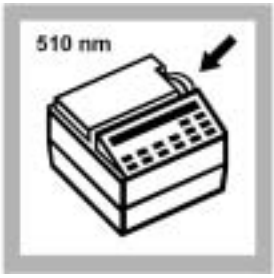
按：**4 3 2 ENTER**

屏幕上将显示：

**Dial nm to 510**

***注意：****如果样品不能立即进行分析，请参见 64 页的**采样和保存**。*

***注意：****在程序中将 COD 反应器预热到 150℃，以便使用。*




2. 转动波长转盘，直到小屏幕上显示：

**510 nm**

当用转盘输入了正确的波长后，屏幕上将立即显示：

**Zero Sample**

然后显示：

**mg/LCOD Mn III**

***注意：****按从高到低的方向设置波长。*

3. 在一个搅拌器中将 100 mL 样品匀化约 30 秒。

***注意：****混合可以使样品中的固体粒子分布均匀，提高测量的精度和重现性。*

***注意：****如果样品中存在悬浮粒子，请在滴定时持续地拌和水样。*

4. 如果样品含有氯化物†，请跳到第 6 步，然后按照氯化物去除步骤进行。

如果氯化物存在的量并不是很多，请移取 0.50 mL 经过匀化的水样于一个 Mn III COD 试剂瓶中。盖上瓶盖，然后颠倒几次进行混合。

***注意：****如果样品的 COD 值不在 20 到 1000mg/L 之间，且无需进行氯化物去除过程时，请用去离子水稀释样品，以使其 COD 位于 20 到 1000 mg/L 的范围之内。将最终结果乘以稀释因子。*

† 要确定氯化物是否存在干扰，请采用氯化物去除步骤测量样品，同时不采用氯化物去除步骤测量样品，并将两次的结果加以比较。

---

美国专利，5,556,787

# 化学需氧量，继续

5. 用 0.5mL 去离子水代替样品制取空白

操作过程的第 19 步。

***注意：****空白试剂是稳*

*用。测量空白的吸光度，并将其与装有去离子水的干净 COD 试剂瓶的吸光度加以比较，从而可核对空*

*度的范围应该在 1.45-1.51 之内。*

**去除氯化物的方法**
***（第 6-18 步）***

6. 使用 TenSette 移液管（或一个移液管加一个安全泡），往一个空的玻璃混合池内移取 9.0mL 的匀化水样。如果样品的 COD 值超过了 1000 mg/L，请按表 1 所示稀释样品。

***注意：****如果水样内含有悬浮固体，请在移取水样的同时仍继续拌和水样。*

7. 使用自动加液器或 TenSette 移液管，往混合池内加入 1. 0 mL 浓硫酸。

***注意：****将浓硫酸与水混合时不满足加和关系。往 9.0 mL 的水样中加入 1.0 mL 的浓硫酸时，其最终体积不会是 10.0 mL。该因子已体现在校准曲线中。*

8. 将混合池盖紧，然后颠倒数次。溶液会变热。在继续操作之前，将其冷却至室温。

***注意：****酸化的水样放于 4℃冷藏时可稳定数月之久。*

**表 1 稀释表 （仅用于氯化物的去除过程）**

| 水样（mL） | 去离子水（ mL） | 范围（ mg/L COD） | 乘积因子 |
|---|---|---|---|
| 6.0 | 3.0 | 30-1500 | 1.5 |
| 3.0 | 6.0 | 60-3000 | 3 |
| 1.0 | 8.0 | 180-9000 | 9 |
| 0.5 | 5.8 | 360-18，000 | 18 |

对于所有的稀释液，均要求水样与硫酸的比例为9：1。对于未列于表1中的其它稀释液，只要将水样体积+去离子水体积，然后除以水样体积即可得到乘积因子。

**例如：**

将水样稀释到90-4500 mg/L COD的范围内。

水样体积 （2.0mL）+去离子水体积 （7.0mL）= 总体积 （9.0mL）

乘积因子 = 总体积/水样体积 = 9.0 mL/2.0 mL = 4.5

标准的测试范围为 20-1000 mg/L COD.

水样测试范围 = 4.5 （20）到4.5（1000）= 90-4500 mg/L COD

最好用0.5 mL或更多的水样稀释。如果水样的COD值超过18,000 mg/L COD，在进行氯化物去除过程之前，请进行独立的水样稀释过程。

# 化学需氧量，继续

9. 用 9.0 mL 去离

***注意：****空白试剂定的，且可用。测量空白的吸光度，并将其与装有去离子水的干净 COD 试剂瓶的吸光度加以比较，从而可核对空白试剂的品质。吸光度的范围应该在 1.45-1.51 之内。*

***注意：****请使用另一根干净的移液管或将取水样用的移液管充分冲洗干净。*

***注意：****每一批试剂均要使用一个空白样。请使用同一批剂剂瓶操作所有的水样和空白（批号印在了包装标签上）*

10. 如果 COD 反应器尚未开启，此时请打开它并预热到 150 °C。请将防护罩放置在反应器前面。

***注意：****确保安全性的防护罩放置就位，以保护分析人员免于受到溅出溶液的伤害。剂剂溅（溢）出会影响测量精度，且存在危害。不要使用已发生溅洒的试剂瓶进行测试。*

11. 给每个 Mn III COD 试剂瓶作上标盖。将试剂瓶放在真空预处理装置（VPD）*基号的一个孔

***注意：****VPD 必须与一个能产生 20 到 25 英寸汞柱真空的真空泵（不是一个吸气型真空吸尘器）相连。*

* 正在申请专利。

12. 将 VPD 顶盖放在基座上。直接从每一个 Mn III COD 试剂瓶的上部插入一支新的氯化物去除药剂筒（CRC）**。用所

VPD 顶部的每一个开孔。

* 美国专利 5,667,754 和 5,663,914。

节 VPD 顶部的真空调节阀，直到内部的压力表读数到达 20 英

***注意：****最佳的的设置是让水样在 30 到 45 秒内流过 CRC。*

14. 往 CRC 中移取 0.60mL 的酸化水样（由第 6 到 8 步制得）。往另一个 CRC 中移取 0.6 mL 的酸化空白样。应该花费 30-45 秒使液体通过 CRC 流入到每一个试剂瓶中。

***注意：****如果水样不能流过 CRC，请增加真空度直至水样开始流动，然后减少真空度到 20 英寸水柱。照平常的做法继续。*

15. 完全关闭真空调节阀，这样得到完全真空态。在完全真空度下保持 1 分钟后，打开真空调节阀，释放真空度。

***注意：****VPD 真空压力表的最高限为 40 英寸水柱。它不会显示所得到的完全真空水平。完全真空度为 20 - 25 英寸汞柱，该真空度是在带有能校正为英寸汞柱的压力表*

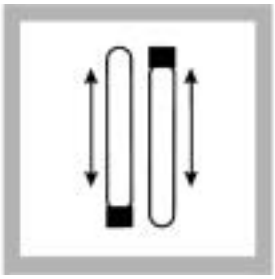
16. 关闭真空泵。取下 VPD 的顶盖，并把它放在基座的旁边。

# 化学需氧量，继续

17. 用镊子摘下每一个 CRC 顶部的过滤器。将每一个过滤器放入相应的 Mn III COD 试剂瓶中（请使用 VPD 上的序号作指引）。

***注意：****为避免交叉污染，在每个样品操作之间请用干净的毛巾擦拭镊子的顶部或用去离子水冲洗镊子的顶部。*

***注意：****如果样品不含有悬浮固体，就没必要将过滤器转移到消解瓶中去。*



18. 从真空室内取出 Mn III COD 试剂瓶，并盖上其原有的盖子。拧紧瓶盖。颠倒几次混合均匀。

***注意：****请将已用过的氯化物去除药剂筒扔弃，不要重复使用它。*

19. 将试剂瓶放入已预热到 150°C的 COD 反应器中。消解 1 小时。

***注意：****如果在消解过程中试剂瓶内的样品发生沸腾，表示试剂瓶未能封严；此时测试结果将无效。*

***注意：****样品消解时间可长达 4 小时，这样可以氧化更多的样品中存在的有机物。制备的空白样也须在相同的操作条件下进行处理。*

20. 取出试剂瓶，并将它们在一个冷却支架上放置 2 分钟进行空气冷却。然后再将它们放在一个冷水浴中或放在流动的自来水下冷却至室温。这样做通常需要花 3 分钟的时间。

***注意：****偶然情况下，试剂瓶内会出现上层为无色而下层为紫色的现象，此时请将试剂瓶颠倒几次，将溶液混合均匀，然后继续进行分析操作。此现象不会影响分析结果。*

21. 从水中取出试剂瓶，然后用一块干净而干燥的纸巾擦干。

将试剂瓶颠倒几次以混合。

22. 将 COD 试剂瓶的插槽放入插槽固定器中。

23. 将空白样放入样品池的插槽中。将盖子盖在插槽上。

24. 按：**ZERO**。

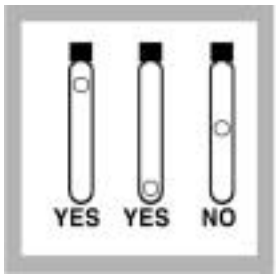
屏幕上将**显示：**

**Zeroing…**

然后显示：

**0 mg/L COD Mn III**

# 化学需氧量，继续




25. 如果已完成了氯化物去除过程，请确保过滤用的圆盘状物浮在试剂瓶的中部；它会干扰仪器的读数。轻轻晃动瓶子或轻轻地在桌面上移动。

26 将样品放入样品池的插槽中。将盖子盖在插槽上。

27. 按：**READ**。
屏幕上将**显示：**
**Reading…**
然后显示以 mg/L 表示的 COD 值。
***注意：****如果在第 4 到 6 步中对样品进行过稀释，请校正测量结果。*

## 采样及保存

将样品采集到干净的玻璃瓶中。仅当已知水样中不含有机污染物时才使用塑料瓶。尽可能早地测量具有生物活性的水样。匀化含有固体的水样，以确保样品具有代表性。用浓硫酸将水样 pH 值调到低于 2（大约每升加入 2 mL）并保存在 4°C的冷藏条件下，可将样品最多保存 28 天。请对加硫酸导致的体积增加进行结果修正。请参见您手边的哈希分光光度计使用手册以得到更多的相关信息。

### 精度检验

**标准溶液法**

称取 0.6808 g 干燥的（103°C，一整夜）邻苯二甲酸氢钾（KHP）溶于 1000 mL 去离子水中，可制得 800 mg/L COD 标准液。量取 0.50 mL 该溶液（对于氯化物去除过程则量取 0.60 mL）作为水样体积。预期结果将为 800±26 mg/L COD。浓度为 800 mg/L 的 COD 溶液也可直接从哈希公司购买得到。（请参见 67 页的***任选试剂和器具***。）



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

# 化学需氧量，继续

## 该方法的性能

### （对于没有进行氯化物去除过程的锰 III COD 法）

**精度**

在专门的实验室，使用浓度为 800mg/L COD 的标准液以及 DR/2010 型分光光度计的两套试剂时，专业操作者可以获得 ±20 mg/L COD 的标准偏差。

**估计检测限（EDL）**

程序 432 的 EDL 为 4mg/L COD。EDL 是计算出的去离子水基体内的最低平均浓度，它与零不同（置信水平为 99%）。要获得更多的关于偏差和哈希公司产品的估计检测限的使用方法，请参见您手中的哈希分光光度计使用手册。

## 干扰物

无机物也能被三价锰氧化，当存在大量无机物时，会对测量结果产生正干扰。氯化物是最主要的干扰物，可以在样品预处理过程中用氯化物去除筒进行去除。如果已知水样中不存在氯化物或氯化物的存在水平极低，则预处理过程可以省略。一个确定氯化物是否影响测量结果的方法是：在去除及不去除氯化物的条件下进行常规的样品测试，然后比较测量结果。

其它无机干扰物（例如：亚硝酸盐、铁离子、硫化物）通常不会存在较大的量。要修正它们的干扰，请分别测量它们的浓度。然后用接近这些浓度值的标准溶液进行 COD 测试，并从样品 COD 的测试结果中减去此处 COD 的测量结果。

如果样品中存在氯化物，硝酸铵会对测量结果产生干扰，但如果不存在氯化物时，它不会产生干扰。

## 方法总结

化学需氧量（COD）的定义为：与水样中可被强氧化剂氧化的有机物相平衡的氧气量。（APHA 标准法，第 19 版，1995）

# 化学需氧量，继续

三价锰是一种强的、非致癌的化学氧化剂，当它与有机物发生反应时，会定量地由紫色变成无色。一般它能氧化约 80% 的有机化合物。研究表明它发生的反应具有极高的重现性，且其测量结果与生物需氧量（BOD）和六价铬 COD 的测量结果极为相关。没有一种需氧量测量过程能 100% 地氧化所有的有机化合物。

此处提供了一种校准方法，该方法是在氧化邻苯二甲酸氢钾（KHP）的基础上建立起来的。在分析不同的废水时会得到不同的灵敏度。KHP 校准过程能适用于大多数的应用场合。当测量结果与标准参比法（如 BOD 或铬盐 COD 法的其中一种）相关时，可得到最高的测试精度。特殊的废水则需要独立的校准过程，以直接获得以 mg/L COD 表示的读数或对预校准的 KHP 精度产生一个修正因子。对于含有难氧化物的水样，消解时间可延长至 4 小时。

## 所需试剂（用于比色测量法）

| 描述 | 每次测量 | 单 位 | 产品编目 |
|---|---|---|---|
| 氯化物去除试剂筒 (CRC) | 1 | 25/pkg | 26618-25 |
| 氯化物去除试剂筒 (CRC) | 1 | 150/pkg | 26618-15 |
| 锰 III COD 试剂瓶，20 到1000 mg/L COD | 1 | 25/pkg | 26234-25 |
| 锰 III COD 试剂瓶，20 到 1000 mg/L COD | 1 | 150/pkg | 26234-15 |
| 浓硫酸，ACS | 1 mL | 4 kg | 979-09 |
| 去离子水 | 可变的 | 4 L | 272-56 |



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

# 化学需氧量，继续

## 所需试剂（用于比色测量法）

| 描述 | 单 位 | 产品编目 |
|---|---|---|
| COD插槽，DR/2010 | 1 个 | 44799-00 |
| 混合器，Osterizer，120 V交流，14-速 | 1 台 | 26747-00 |
| 混合容器，50–250 mL | 1 2/pkg | 26748-00 |
| 带聚四氟内衬的瓶盖，用于混合瓶 | 1 12/pkg | 24018-12 |
| COD 反应器， 115/230 V交流，50/60 Hz, 北美型保险管及插头 | 1 个 | 45600-00 |
| 或 | | |
| COD 反应器，230 V交流， 50 Hz， 欧洲型保险管及插头 | 1 个 | 45600-02 |
| 镊子，尖端特细型 | 1 个 | 26696-00 |
| 玻璃制的混合瓶，用于样品+ 酸 | 1 个 | 24347-06 |
| 移液管， TenSette®，1.0 到 10.0 mL | 1 根 | 19700-10 |
| 滴管，用于19700-10 TenSette® | 2 50/pkg | 21997-96 |
| 移液管，TenSette®, 0.1 到 1.0 mL | 1 根 | 19700-01 |
| 滴管，用于19700-01 TenSette® | 2 50/pkg | 21856-96 |
| 安全防护罩 | 1 个 | 23810-00 |
| 钢制测试管架， 8 排 | 1 个 | 18641-00 |
| 真空预处理设备 (VPD) | 1 台 | 49000-00 |
| 真空泵，115 V交流 | 1 台 | 14697-00 |
| 或 | | |
| 真空泵，220 V交流 | 1 台 | 14697-02 |

**任选试剂及器具**

| | | |
|---|---|---|
| COD 标准溶液，800 mg/L COD | 200 mL | 26726-29 |
| 数字型加液器，用于硫酸 | 个 | 25631-37 |
| 滴管，用于19700-10 TenSette® | 1000/pkg | 21997-28 |
| 滴管，用于19700-10 TenSette® | 250/pkg | 21997-25 |
| 邻苯二钾酸氢钾，ACS | 500 g | 315-34 |

***要寻求技术支持、价格和定货信息，请参见常规信息。***

**在美国国内 — 请致电 800-227-4224**

**在美国国外 — 请与当地的哈希客户服务部联系。**

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

# 附录 C： THM Plus™ 法

## 消解和比色测量法

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

方法：10140

# THM Plus™ 三卤甲烷法* (对于饮用水为 0 到 200 ppb 三氯甲烷)

## THM 反应器法

1. 将 COD 反应器放在通风橱中，并将塑料防护屏放在反应器前面。

打开 COD 反应器。预热到 100°C。

2. 按下 ***HACH PROGRAM*** 字样下的软按键。按数字键盘上的 **3560**，为三卤甲烷（THM） Plus 法选择机器内存储的程序序号。

按 **ENTER** 键。

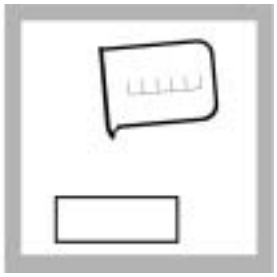
***注意：****要得到最精确的结果，请使用相匹配的样品池。请参见 77 页的****样品池匹配****。*

3. 屏幕上将显示：

**HACH PROGRAM：**

**3560 THM Plus。**

仪器会自动选择波长（λ）值为 515 nm。



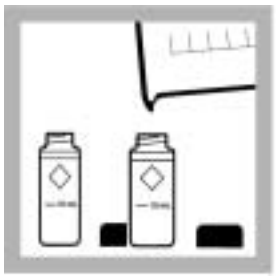
4. 往一个蒸发皿中加入 500 mL 的冷自来水（18-25°C），准备一个冷水浴。

***注意：****请将水温保持在 18 到 25°C之间。*

***注意：****如果分析的水样超过四个，请使用 450 mL 自来水。*

* 正在申请专利

## THM Plus™ 三卤甲烷法，继续

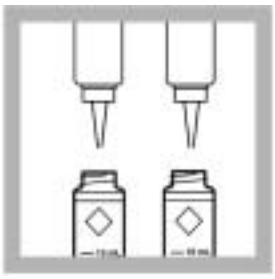


5. 往样品池中加入水样直至 10 mL 的标线。将给其中一个标记为样品，另一个标记为空白。

***注意：****请快速进行第 5 到第 9 步的操作，*

*THM 的损失。如果您测试了一种以上的水样，请先完成一个样品的第 5 到 9 步后，再进行另一个样品的测量。*

***注意：****如果使用移液管添加水样，移液管内的液体必须快速放出，这样才不会对水样充气或产生背压。*

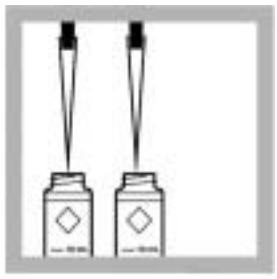


6. 往每一个样品池

Plus 1 试剂。

7. 将每个样品池盖紧，然后轻轻旋转三次以混合样品。

*动会导致 THM 的损失。*



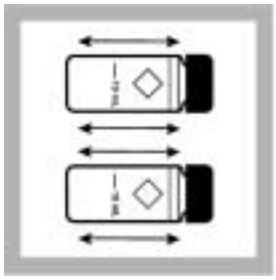
8. 使用 TenSette®移液管往每个样品池中加入 3 mLTHM Plus 2 试剂。

***注意：****该液体粘度较高，加液后可能在移*

*少量液体。这不会影响测试结果。*

***注意：****在使用前，THM Plus 2 试剂必*

*下。*

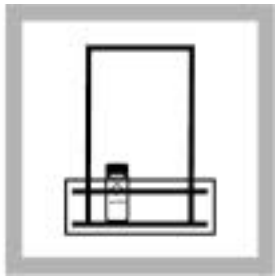


9. 将每个样品池盖紧,然后摇晃 10 次以混合样品。

***注意：****完全混合可确保所有的 THM 能进入液体中，而不会积累在样品瓶的上部。*

10. 将每个样品池放入 100℃的 THM 反应器中。将空白放在一边。

11. 按 ***800 START TIMER***，开始为时 8 分钟的反应过程。



12. 在反应过程终止时，从反应器上取下样品池，并将它们排列在样品池支架上。

将样品池支架放入一个冷水浴中。



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

# THM Plus™ 三卤甲烷法，继续

***TIMER*** 键。

***注意：****按两次* ***NEXT TIMER*** *键可跳过*

*是用于水浴消解的。*

14 按：***START TIMER 2*** 键。冷却 3 分钟。

在冷却过程终止时，从冷水浴中取出样品池。

15 使用 Jr 移液管往样品池及空白中加入 1 mL 的 THM Plus 3 试剂。旋转以混合。

***注意：****样品会发热。*

***注意：****该液体粘度较大，如果采用其它移液法进行测量的话，是无法完全将液体放出来的。*

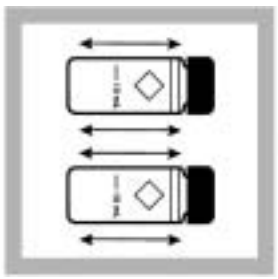
16. 将冷却水换上新鲜
样品及空白样品池的支架放入冷水浴中。

17 按 ***START TIMER 3*** 键。冷却 3 分钟。

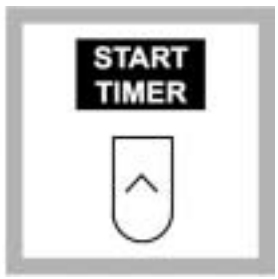
在冷却过程终止时，从冷水浴中取出样品池。

***注意：****在冷却时间的终点，样品的温度应保持在 15 到 25 ℃之间。*

18 往每个样品池及空白中各加入一包 THM Plus 4 试剂粉末。



19 盖紧瓶子并摇晃，使试剂溶解。




20 按 ***START TIMER 4***
钟的产生颜色的过程。

# THM Plus™ 三卤甲烷法，继续

21. 当颜色已生成后，将 AccuVac® 安瓿瓶插槽插入仪器中。

22. 用一块湿布擦拭空白样的外表面，然后用一块干布擦拭，以去除指纹或其它痕迹

23. 15 分钟后，将空白放入样品池插槽中，然后盖上挡光板。

24. 按 ***ZERO*** 字样下的软按键。

屏幕上将显示：

**0 ppb $CHCl_3$**

***注意：****要改变浓度单位，请按位于* ***OPTION*** *字样下的软按键，然后按位于* ***UNITS*** *字样下的软按键。在所有的选项间转换。按* ***ENTER*** *键返回到读数状态下的屏幕。*

25. 用一块湿布擦拭样品池的外表面，然后用一块干布擦拭，以去除指纹或其它痕迹。

26. 将准备好的水样放入样品池插槽中，然后盖上盖板。测量结果将以 ppb 三氯甲烷的单位显示在屏幕上。



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

## 采样及保存

将水样采集到 40mL 的玻璃瓶中，将瓶子用带 Teflon® 隔膜片的盖子封严。要得到最佳测试结果，请使用产品编目为 27940-05 的产品或与之相当的产品。将水样慢慢充入瓶子中直到溢出为止，这样就不会将空气夹带在水样中。将瓶子盖紧，并颠倒以查看瓶中是否夹带有空气。

因为三卤甲烷（THMs）的挥发性较高，采样后请立即分析，这样才能产生最大测量精度。如果不能立即分析样品，请将样品冷却到 4°C。这样可延缓经氯化消毒的水样中额外的 THM 化合物的生成。将样品保存在 4°C下、不含有机蒸气的环境中。样品的保存不能超过 48 小时。在分析之前，让样品的温度与室温相平衡。

在 THM Plus 法中不能使用抗坏血酸作为防腐剂。在硬度（以 $CaCO_3$ 计）等于或小于 100 mg/L 的水样中，硫代硫酸钠可用作防腐剂。

## 精度检验

### 标准添加剂法

在准备未加试剂水样的同时，制备标准添加样品。折断含 10 ppm 氯仿的 THM 标准安瓿瓶的瓶颈。使用 Wiretrol™ 移液管（产品编目：25689-05），往 10 mL 水样中加入 0.05mL 标准液。将移液管的尖端浸入水样的液面以下，然后将氯仿标准液全部放出。立即将样品池盖紧，然后旋转三次以混合。按照 6-26 步制备水样及加添加剂的水样。

a. 在完成第 26 步后，将未加添加剂的水样留在样品仓内。请确保显示单位为 ppb。按位于 ***OPTION***、***(MORE)*** ***和 STD ADD*** 字样下的软按键选择标准添加模式。

b. 按 **ENTER** 键接受默认的样品体积（10.0mL）。

c. 使用键盘输入 **10000**。按 **ENTER** 键。

d. 按位于 ***ENTRY DONE*** 字样下的软按键。

e. 将前面制备好的标准添加样进行读数。按位于 ***READ*** 字样下的软按键接受标准添加样的读数。添加剂应反映80-120%的回收率。要查看%回收率，请按位于 ***EDIT TABLE*** 字样下的软按键。

要得到更多的相关信息，请参考操作手册。

### 标准溶液法

往样品池中移取 10.0 mL 不含有机物的水，可制得 99ppb 氯仿标准液。折断含 10 ppm 氯仿的 THM 标准安瓿瓶的瓶颈。使用 Wiretrol™ 移液管（产品编目：25689-05），往不含有机物的水中加入 0.100 mL 标准液。将移液管的尖端浸入水样的液面以下，然后将氯仿标准液全部放出。立即将样品池盖紧，然后旋转三次以混合。按照 6-26 步制备水样及加添加剂的水样。前不要提前配制标准液。标准液配好后请立即使用。

⚠ ***氯仿的挥发性极强，在混合时请不要摇晃。***

## 方法的性能

**精度**

标准： 60 ppb $CHCl_3$

| 程序 | 95%置信度 |
|---|---|
| 3560 | 56-64 ppm $CHCl_3$ |

要获得更多的关于如何确定精度及方法检测限的信息，请参考 ***操作手册***。

**估计检测限**

| 程序 | EDL |
|---|---|
| 3560 | 6 ppb $CHCl_3$ |

要获得更多的关于偏差及哈希估计检测限的使用信息，请参考 ***操作手册***。



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

要确定第 40 编 CFR 中第 136 部分、附录 B 定义的分析方法的检测限，请参考***操作手册***。

**灵敏度**

| 曲线部分 | △吸光度 | △浓度 |
|---|---|---|
| 全范围 | 0.010 | 21 ppb $CHCl_3$ |

请参见***操作手册***以获得更多的信息。

## 样品池匹配

THM Plus 方法要求使用 1’’ 样品池，这样能从光学上匹配测试过程，从而得到最佳操作结果。虽然哈希公司提供的样品池绝无变形现象，但使用过程中因剐碰、手指印及玻璃外表面的外来物质均会导致两个样品池之间不能匹配，并导致测量结果产生误差。 这种误差可通过样品池的光学匹配而避免，请参照下面步骤中列出的样品池预防说明：

**步骤：**

1. 打开仪器，选择 THM Plus 方法。如果您的仪器无法自动选择波长，请按照步骤中所述的方法进行波长选择。
2. 将仪器转换到吸光模式。
3. 往每个要匹配的样品池中倒入至少 10 mL 的去离子水。
4. 将其中一个样品池放入样品池固定器中。注意并标记样品池在固定器中的方位。关上挡光板。（样品池必须用不起毛的布仔细擦拭，以除去样品池外表面的指纹或其它外来物质。）
5. 按：**ZERO**。屏幕上将显示：**0.000 Abs。**
6. 将下一个样品池放入样品池固定器中。关上挡光板。
7. 等待吸光值稳定下来。记录读数。

8. 将样品池旋转 180 度，然后再重复步骤 6-7。尽量使吸光值与第一个样品池的吸光度值之差位于±0.001 Abs 之内。记录样品池在固定器内的方向。以后每次测量时就让样品池在固定器内的方位保持一致。

## 试剂保存

将 THM Plus 2 试剂冷藏保存，以获得最大的稳定性。该试剂如果长期暴露于 35℃以上的温度下，会造成试剂降解。

## 干扰物

下表中的物质已经过测试，并发现下述物质在低于表中浓度水平(ppm)时，不会对测量产生干扰：

**不会对测量结果产生影响的干扰物的最大浓度**

| 干扰物 | 最大浓度 |
|---|---|
| 氯气 | <10 ppm |
| 铜 | <1000 ppm |
| 硬度，Ca | <1000 ppm （以 CaCO3计）<br>在试剂3 加入之前可能会显得浑浊 |
| 硬度，Mg | <4000 ppm （以 CaCO3计）<br>在试剂3 加入之前可能会显得浑浊 |
| 铁 | <10 ppm |
| 铅 | <2 ppm |
| 汞 | <10 ppm |
| 一氯代铵 | <20 ppm |
| 镍 | <10 ppm |
| 亚硫酸氢钠 | <100 ppm |
| EDTA | 在所有浓度水平下均表现出负干扰 |



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

**能与试剂发生反应的其它消毒副产物**

| 化合物 | 影响 |
|---|---|
| 1,1,1-三氯-2-丙酮 | 正干扰 |
| 1,1,1-三氯乙腈 | 正干扰 |
| 水合三氯乙醛 | 正干扰 |
| 二溴氯乙酸 | 正干扰 |
| 二氯溴乙酸 | 正干扰 |
| 三溴乙酸 | 正干扰 |
| 三氯乙酸 | 正干扰 |

## 方法总结

THM Plus 法是与饮用水用氯气消毒后、自然有机物生成之前这个过程中形成的三卤化消毒副产物发生反应的方法。只要水与残余的氯气接触，这些消毒副产物（DBPs）可能会在水处理厂及输水系统产生。消毒副产物的产生与氯气接触时间、投氯量和氯残留量、温度、pH 值、母体浓度和溴化物浓度有关。

饮用水氯化过程中形成的 DBPs 主要是三卤甲烷或 THMs。在水中形成的四种三卤化合物是氯仿、溴仿、二氯溴甲烷和二溴氯甲烷。在**安全饮用水法案**中，这四种化合物构成了总三卤甲烷（TTHMs）类。在饮用水样中，规定 TTHMs 的整体浓度（以氯仿表示）应小于等于 100ppb。水样中存在的、在 THM Plus 法中能发生反应的其它 DBPs 被当作干扰物列出在本手册中。

在 THM Plus 法中， 水样中的 THM 化合物在加热的碱性条件下与 N,N,-二乙基烟酰胺反应生成二醛中间产物。然后，样品被冷却，并被酸化到 pH 值为 2.5。形成的二醛中间产物再与 7-萘胺—1，3 二磺酸，形成致色的 Schiff 碱，该物质在 515 nm 处有较大吸收。形成的色度与水样中存在的 THM 化合物的总量成正比。测量结果以 ppb 氯仿的单位表示。

## 安全性

在整个操作过程中，应养成良好的安全防护习惯，并使用正确的实验室操作技术。请参见物质安全数据单，以获得针对所用试剂的相关信息。

### 所需试剂

试剂套装 (用于50次测试) ..... 27908-00
包括： (1) 27539-29, (1) 27540-48, (1) 27541-42, (1) 27566-99

| 描述 | 单位 | 产品编目 |
|---|---|---|
| THM Plus 1 试剂 | 6 滴 | 30 mL/瓶 27539-29 |
| THM Plus 2 试剂 | 6 mL | 330 mL/瓶 27540-48 |
| THM Plus 3 试剂 | 2 mL | 100 mL/瓶 27541-42 |
| THM Plus 4 试剂 | 2 包 | 100 包 27566-99 |

### 所需器具

| | | |
|---|---|---|
| 烧杯， 600-mL | 个 | 500-52 |
| 样品池固定器组合体，用于 TTHM | 1 个 | 47880-00 |
| 蒸发皿，125 mm x 65 mm | 1 个 | 27647-00 |
| Jr 型移液管，1 mL | 1 个 | 21113-02 |
| Tensette 移液管， 1–10 mL | 1 个 | 19700-10 |
| 滴管，1–10 mL (for 19700-10) | 50/pkg | 25589-96 |
| 样品池，10 mL， w/caps. | 2 6/盒 | 24276-06 |
| THM 反应器，型号 49100, 115 V 交流 | 台 | 49100-00 |
| THM 反应器，型号 49100, 230 V 交流 | 台 | 49100-02 |
| 易处理型手帕，KimWipes | 280/pkg | 20970-00 |

### 任选试剂

| | | |
|---|---|---|
| THM 标准安瓿，10 ppm 氯仿 | 7/pkg | 27567-07 |
| 水，试剂，不含有机物 | 500 mL | 26415-49 |

### 任选器具

| | | |
|---|---|---|
| 容量瓶，100 mL，A级 | 个 | 14574-42 |
| 移液管，漏斗，安全泡 | 个 | 14651-00 |
| 定容移液管，A级， 10 mL | 根 | 14515-38 |
| Wiretrol™ 移液管，50–100 µL | 250/pkg | 25689-05 |
| 玻璃瓶，40-mL，带聚四氟衬垫的盖子 | 5/pkg | 27940-05 |

***要获得技术支持、价格及定购信息，请参见常规信息。***

**在美国国内 — 请致电 800-227-4224**

**在美国国外 — 请与当地的哈希客户服务部联系。**



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

北京安恒测试技术有限公司

北京市海淀区车公庄西路乙19号华通大厦B座北楼12层

邮政编码：100044

电话：010-88018877

传真：010-88018288

上海市天目中路428号凯旋大厦

邮政编码：200070

电话：021-63176770

传真：021-63177618

HTTP://WWW.watertest.com.cn