

方法10031

水杨酸盐方法

Test 'Tube™小瓶

高量程 (0.4到50.0 mg/L浓度的NH₃-N)

范围和应用：用于水、废水和海水



试验准备

开始试验前：

重要说明： 开始实施这项试验前，将遮光罩安装在试验室#2里。

小样品尺寸 (类似于0.1 mL) 不能代表全体样品。在测试前很好地混合样品或重复测试，从不同份额的样品中取样。

在整个试验过程中应具有有良好的安全习惯和实验室技术。对所用试剂的信息特性请查询材料安全数据表 (MSDS)。

收集下列物品：

数量

高量程Test 'N Tube AmVer™ 氨氮试剂

2

遮光罩

1

漏斗，微型 (用于添加试剂)

1

吸管，TenSette®, 0.1到1.0 mL

1

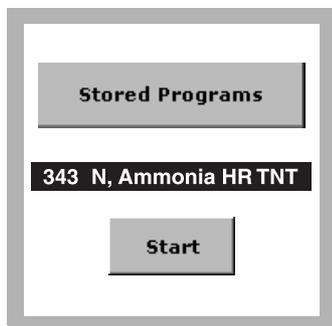
吸管吸头，用于TenSette吸管

可变

注： 消耗品和替代件的分类信息请参见第4页。

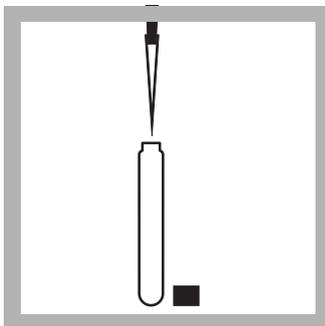
Test 'N Tube

方法 10031

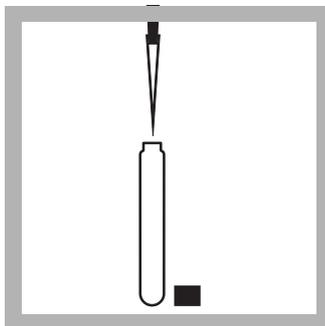


1. 选择测试。

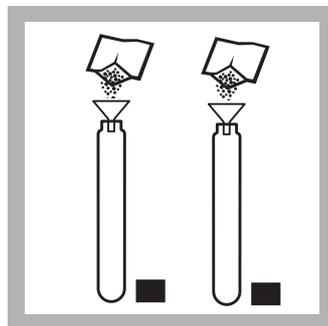
将遮光罩装入试管室 #2。



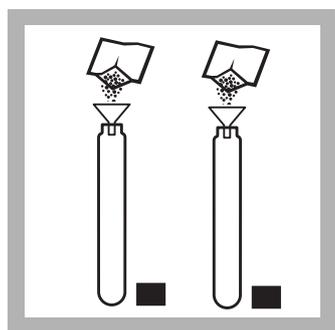
2. **样品准备：** 添加0.1 mL的样品到一个用于高量程氨氮的 AmVer 稀释试剂 Test 'N Tube。



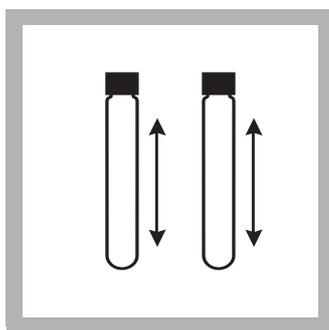
3. **空白值准备：** 添加0.1 mL 不含氨的水到一个用于高量程氨氮的 AmVer™ 稀释试剂 Test 'N Tube。



4. 每个小瓶5 mL的样品中添加一种水杨酸氨试剂粉包。



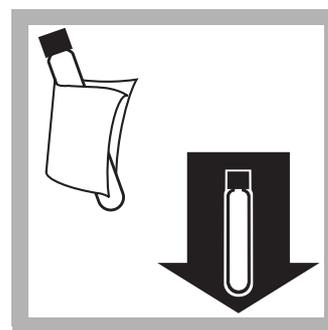
5. 每个小瓶中添加一种氰尿酸氨试剂粉包。



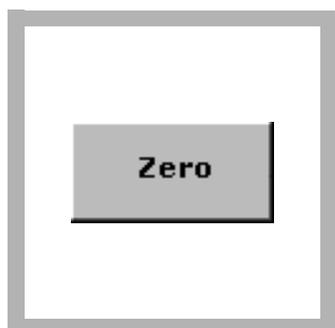
6. 小瓶盖紧盖，彻底晃动至粉末溶解。



7. 按 **定时器** > **好**。一个20分钟的反应周期开始。

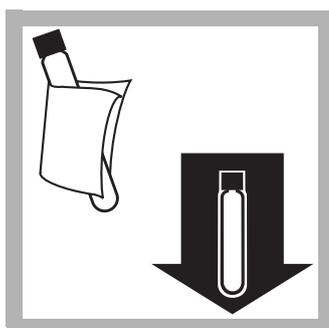


8. 等待周期后，擦干空白试管，并将其插入16 mm的圆试管固定架。

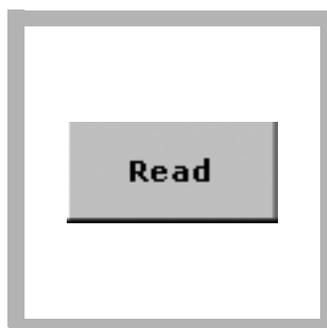


9. 按**零**归零。

显示屏显示：
0.0 mg/L浓度的NO₃-N



10. 擦干样品小瓶并将其插入16 mm的圆试管固定架。



11. 按**识读**。

结果以mg/L浓度的NO₃-N为单位。

干扰

有些实验室环境中，空白值有可能通过空气交叉污染。打开或处理任何样品或标准前完整地准备空白值，以避免氨的交叉传输。如果样品或标准容器已被打开，请移到实验室的一个单独区域进行空白值准备。

表 1 干扰成分和水平

干扰成分	干扰水平和处理
酸性或碱性样品	校准到pH值大约为7。对酸性样品使用1 N的氢氧化钠标准溶液 ¹ 。对碱性样品使用1 N的盐酸标准溶液。
钙	50,000 mg/L浓度的CaCO ₃
甘氨酸, 胍	在准备好的样品中会造成颜色加深。
镁	300,000 mg/L浓度的CaCO ₃
单氯胺	单氯胺存在于经单氯胺处理的饮用水中，能直接在各水平上进行干扰，以产生高结果。采用方法10200，自由胺，以及单氯胺，以确定在这类样品基体中的自由胺。
铁	按照如下步骤去除铁干扰。 1. 用一种全铁程序确定样品中铁的存在量。 2. 在步骤3中将相同的铁浓度添加到去离子水中。 由此可成功地消除干扰。
亚硝酸盐	600 mg/L浓度的NO ₂ ⁻ -N
硝酸盐	5,000 mg/L浓度的NO ₃ ⁻ -N

表 1 干扰成分和水平 (续)

干扰成分	干扰水平和处理
正磷酸盐	5000 mg/L浓度的PO ₄ ³⁻ -P
硫酸盐	6000 mg/L浓度的SO ₄ ²⁻
硫化物	硫化物会加深颜色。按照如下步骤去除硫化物干扰。 1. 在一个500 mL的三角瓶 (Erlenmeyer Flasks) 中量取大约350 mL的样品。 2. 添加一份硫化物抑制试剂粉包的内容 ¹ 。充分摇晃混合。 3. 采用折叠过滤纸过滤样品 ¹ 。在步骤2中使用溶剂。
浑浊度和颜色	输入错误的高值。用具有不同干扰要求的蒸馏物进行取样。生产厂商建议蒸馏程序采用通用蒸馏组件进行蒸馏。

¹ 请参见供选择的试剂和仪器 参见页码 4。

样品收集、存储和保存

在一个清洁的塑料或玻璃瓶中收集样品。立即进行分析能获得最佳结果。保存样品时，至少用2 mL的盐酸将样品的pH值减少到2或更小。样品存储在4 °C (39 °F)或更低温度下。样品最长可存储28天。将样品加热到室温。分析前，用5.0 N氢氧化钠中和到pH值为7.0。针对容积添加修正试验结果。

精度检查

标准添加方法(样品添加)

1. 读取测试结果后,让样品试管(未添加样品)留在仪器中。
2. 按选项>更多。按标准添加。一个标准添加程序的综述会被显示。
3. 按好接受标准浓度、样品值和添加容积的默认值。按 编辑 更改这些值。这些值被接受后,未添加的样品读数会显示在顶上一列。更详细的信息请参见用户手册
4. 折断一个氨,氨PourRite® 安瓿瓶标准的细颈,内含150-mg/L浓度的NO₃-N。
5. 准备三种样品添加。用25 mL的样品灌装三个混合用量筒。使用TenSette® 吸管分别将0.2 mL、0.4 mL以及0.6 mL的标准分别添加到各样品中并将各样品进行彻底混合。
6. 如上面程序所述,开始对各样品添加进行分析,从0.2 mL样品添加开始。通过按测量读数接受各标准添加测量值。每次添加应反应出大约100%的活化。
7. 完成执行顺序后,按图像显示通过标准添加数据点的最适宜曲线,用来说明基体干扰。按理想曲线显示样品添加和100%活化之间的关系。

标准溶液方法

1. 检查精度,用吸管将20.00 mL的100 mg/L氨氮标准加入一个50-mL的A级容积测定烧瓶。用去离子水稀释到规定标志。
2. 为了利用包含在标准溶剂中的测量读数值校准曲线,请在当前程序菜单中按选项>更多。按标准调节
3. 按打开。按调节接受显示浓度。如果应用一个替代选择浓度,请按框中数字,以输入实际浓度,然后按好。按调节。

氮, 氨 高量程 (0.4到50.0 mg/L浓度的NH₃-N)

方法综述

氨组分与氯组合, 形成单氯胺。单氯胺与水杨酸盐反应, 形成5-氨基水杨酸。5-氨基水杨酸在亚硝酸钠催化剂存在的条件下氧化形成蓝色组分。蓝色被所存在的过量试剂所掩饰, 形成一种绿色溶剂。试验结果是在655 nm条件下量取的。

消耗品和替代件

所要求的试剂

说明	单位	产品目录号:
试剂组件, 高量程Test 'N Tube™ AmVer™ 氨氮试剂	50次测试	26069-45

要求的仪器

说明	单位	产品目录号:
漏斗, 微型 (用于添加试剂)	每一个	25843-35
遮光罩	1 每一个	LZV646
吸管, TenSette®, 0.1到1.0 mL	每一个	19700-01
吸管吸头, 用于TenSette® 吸管19700-01	50/pkg	21856-96

推荐标准和仪器

说明	单位	产品目录号:
氨氮标准溶液, 10 mg/L浓度的NO ₃ -N	500 mL	153-49
氨氮标准溶液, 100 mg/L浓度的NH ₃ -N	500 mL	24065-49
氨氮标准溶液, 150 mg/L浓度的NH ₃ -N, 10 mL的PourRite® 安瓿瓶	16/pkg	21284-10
氨氮标准溶液, 50 mg/L浓度的NH ₃ -N, 10 mL的Voluette® 安瓿瓶	16/pkg	14791-10
吸管吸头, 用于TenSette® 吸管19700-01	1000/pkg	21856-28
废水, 流出无机标准, 用于NH ₃ -N, NO ₃ -N, PO ₄ , COD, SO ₄ , TOC	500 mL	28332-49
去离子水	4L	272-56

供选择的试剂和仪器

说明	产品目录号:
量筒, 用于搅拌混合	20886-40
通用蒸馏组件	22653-00
过滤纸	692-57
盐酸标准溶液, 1 N	134-49
氢氧化钠标准溶液, 1 N	1045-32
硫化物抑制试剂粉包	2418-99



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224
Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.
On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932