

1,5- 二苯碳酰二肼法
0.03-1.00 mg/L Cr

方法 10218 (六价铬) 10219 (总铬)
TNTplus™ 854

范围和应用：用于废水及工艺分析。

! 测试准备

仪器参数信息

表 1 显示了已存储该测试程序已被存储的分光光度计，以及该仪器测试时所需要的适配器和遮光罩。

表 1 TNTplus 试剂适用的仪器信息

仪器	适配器	遮光罩
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800	—	LZV646
DR 1900	9609900 或 9609800 (A)	—

测试准备工作

DR 3900, DR 3800, DR 2800: 测试前需要装遮光罩 #2。
查看包装上的安全信息和有效期。
建议样品 pH 值为 3-9。
为了得到准确的结果，样品的温度必须为 15 - 35 °C (59 - 95 °F)。
建议试剂的储存温度为 2 - 8 °C (35-46 °F)。
使用 13mm 孔径的 DRB 消解器来消解。如果消解器的孔径是 16mm，则需将适配器套管插入孔中。
三价铬的浓度是由总铬和六价铬的差值计算出来的。 DR 1900: 选择所有程序 >LCK 或 TNTplus 方法 > 选择 TNTplus 试剂号进行测试。其它分光光度计可自动读取试管上的条形码，进入测量程序。
检查所用化学品的安全数据表 (MSDS/SDS)。使用推荐的个人防护装备。
根据当地、州和联邦法规处理反应后的溶液。有关未使用试剂的处置信息，请参阅安全数据表。有关进一步的处置信息，请咨询您的设施和 / 或当地监管机构的环境、健康和安全人员。

准备项

描述	数量
六价铬，总铬 TNTplus 试剂套装	1
13-mm 孔径的 DRB200 消解器	1
1.0 - 5.0 mL 移液器	1

准备项

描述	数量
1.0-5.0 mL 移液器吸头	1
试管架	1

订购信息请参看“消耗品和替代品信息”。

样品采集与存储

- 将样品收集于干净的玻璃瓶或塑料瓶中。
- 为了保存样品用于总铬分析，用浓硝酸将样品 pH 调至 2 以下（大约 2mL/L）。在低于 6°C (43 °F) 的温度下，最长保存 6 个月。在分析之前，用 5N 的氢氧化钠溶液将样品的 pH 调至 4。
- 保存样品用于六价铬的分析，用 8N 的氢氧化钾溶液将样品 pH 调整至 8。在低于 6°C (43 °F) 的温度下最多保存 24h。分析前无需再调节 pH 值。
- 分析之前将样品温度升至室温。
- 校正因体积增加而引起的稀释试验结果。

测试步骤—总铬



1. 打开 DRB200 消解器。预热到 100°C。



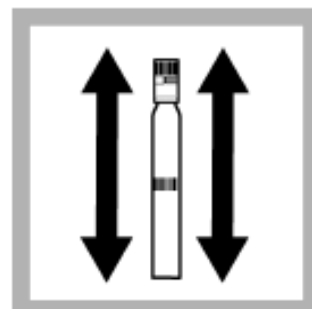
2. 小心地从 DosiCap™ Zip 盖上揭下封片。取下测试瓶的盖子。



3. 用移液器添加 2mL 样品于测试管中。



4. 将 DosiCap Zip 翻过来，使含有试剂的一边进入测试瓶。拧紧瓶盖。



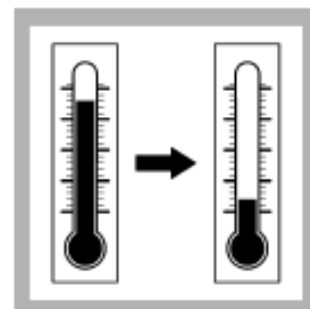
5. 上下摇晃测试瓶 2-3 次，使瓶盖中的试剂溶解。查看 DosiCap 的开口端，确保试剂已溶解。



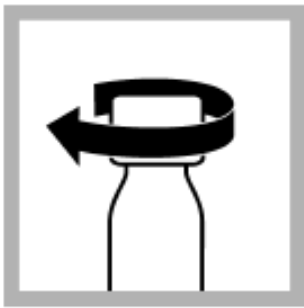
6. 将测试管插入 DRB200 消解器，盖上盖子。



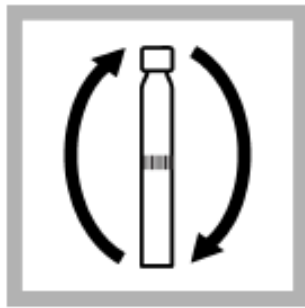
7. 消解 1 小时。



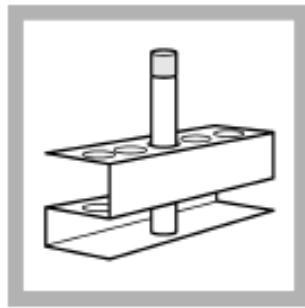
8. 当消解时间结束，小心地从消解器中将测试瓶取出并置于试管架中，冷却至室温。



9. 盖上橙色盖子 DosiCap B。



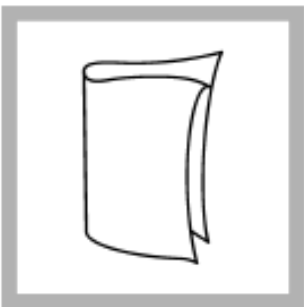
10. 拧紧盖子，上下颠倒摇晃 2-3 次。



11. 将测试管置于试管架上 2-3 分钟。



12. 计时时间到，将测试管上下颠倒摇晃 2-3 次。



13. 擦干净试管外壁。



14. 仅 DR1900：选择 854 号程序。

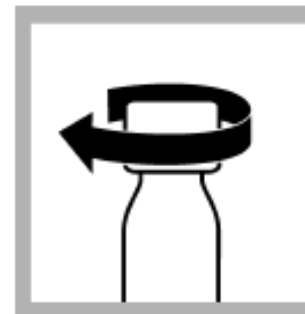


15. 将测试管插入样品室。
仅 DR1900：按下读数。
结果以 mg/L Cr 表示。

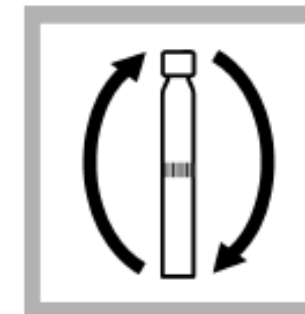
测试步骤一六价格



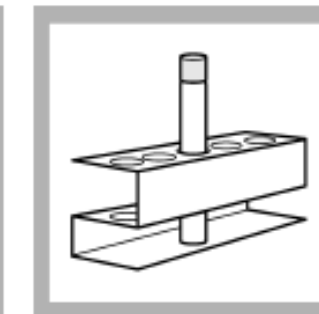
1. 向测试管中添加 2.0mL 样品。



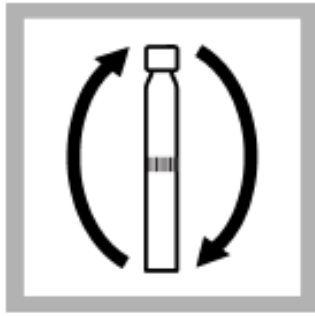
2. 盖上橙色盖子 DosiCap B。



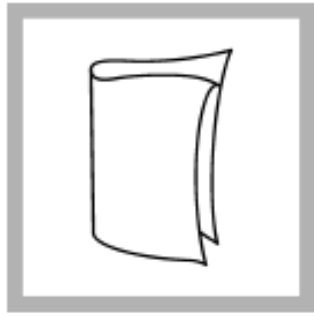
3. 拧紧盖子，上下颠倒 2-3 次。



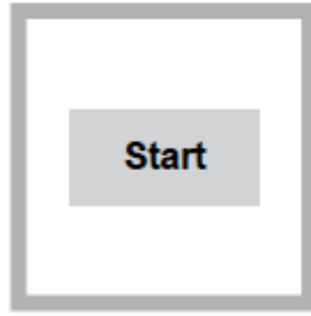
4. 将测试管置于试管架上 2-3 分钟。



5. 计时结束，上下颠倒测试管 2-3 次。



6. 擦干净测试管外壁。



7. 仅 DR1900：选择 854 程序。



8. 将测试管插入样品室。
仅 DR1900：按下读数。
结果以 mg/L Cr 表示。

试剂空白校正

为了得到最好的结果，需测量每批新试剂的试剂空白值。在测试过程中，用去离子水代替样品，以确定试剂的空白值。使用试剂空白调整选项自动从样品结果中减去试剂空白值。当使用新批次试剂时，测量试剂空白值。

1. 测试过程中以去离子水代替样品来测试试剂空白值。
2. 将试剂空白选项设置为开。将会显示试剂空白值。
3. 接受空白值。然后从所有结果中减去试剂空白值，除非关闭试剂空白选项或选择其他方法。

注：另一种方法是在不同的时间记录或输入试剂空白值。点击试剂空白框，利用键盘输入空白值。

样品空白

样品若有颜色或浊度，会导致测试结果偏高。没有颜色和浑浊度的样品不需要做样品空白。总铬测试程序中的消解通常会消除所有的颜色和浑浊度。样品空白不是必须要做的。调整样品的颜色或浊度，按照六价铬的测试程序测试。使用以下步骤找到样品空白。

1. 按照测试步骤，但是不加试剂
2. 从初始样品值中减去最后步骤的值，得到校正后的样品浓度。结果是溶解性六价铬的值。

注：可以通过过滤器过滤只有浊度的样品，然后进行分析。

干扰物质

表 2 显示了单独测试的离子浓度，并且不会产生干扰。未发现其他离子累积的影响。大量的铁、铜以及还原剂和氧化剂会导致结果偏低。铅、汞和锡会导致测量结果偏高。在六价铬的测定中未发现未溶解的铬。浓度超过 20mg/L 会影响显色，从而在方法范围内产生错误读数。

用稀释样品或加标的方法来验证测试结果。

表 2 干扰物质

干扰物质	抗干扰水平
SO_4^{2-} , Na^+ , K^+ , NO_3^-	2000 mg/L
Cl^-	1000 mg/L
Ca^{2+}	125 mg/L
Mg^{2+} , NH_4^+	100 mg/L
Zn^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Cd^{2+}	50 mg/L
Pb^{2+}	25 mg/L
Cu^{2+} , Fe^{3+}	10 mg/L
Ag^+	5 mg/L
Sn^{2+}	1 mg/L

准确性检查

标准溶液法

使用标准溶液对测试程序，试剂以及仪器进行验证。

所需物品：

- 50mg/L 铬标准溶液（用三价铬来测总铬）
 - 100mL A 级容量瓶
 - 1.0mL A 级移液管，洗耳球
 - 去离子水
1. 按如下步骤制备一个 0.50mg/L 的铬标准溶液：
 - a) 用移液管添加 1.0mL 50mg/L 的铬标准溶液于容量瓶中。使用三价铬标准溶液验证总铬程序。使用六价铬标准溶液验证六价铬程序。
 - b) 用去离子水稀释至刻度线。摇匀。需当天制备。
 2. 使用测试程序来测试配置的标准溶液浓度。
 3. 将所测结果和标准值进行比较。

注：可通过标准校准调整选项对工厂校准进行微调，使仪器显示标准溶液的期望值。调整后的校准将用于所有测试结果。当试剂或仪器有微小变化时，这种调整可以提高测试精度。

方法解释

在总铬测试过程中，所有形态的铬将转化成六价铬 (Cr^{6+})。六价铬与 1,5- 二苯碳酰二肼反应生成 1,5- 二苯基偶氮羧酰肼。六价铬形成的红色的深浅与样品中铬的量成正比。要测定三价铬，从总铬测试的结果中减去单独的六价铬测试的结果。在波长 543nm 下进行测量。

消耗品和替代品信息

所需试剂

描述	数量 / 每次测量	单位	产品订货号
六价铬和总铬 TNTplus 试剂套装	1	25/ 盒	TNT854

所需设备

描述	数量 / 每次测量	单位	产品订货号
DRB 200 消解器, 115 VAC, 9 x 13 mm + 2 x 20 mm, 单模块	1	1 个	DRB20001
DRB 200 消解器, 230 VAC, 9 x 13 mm + 2 x 20 mm, 单模块	1	1 个	DRB20005
1.0 - 5.0 mL 移液器	1	1 个	BBP065
1.0 - 5.0 mL 移液器吸头	1	75/ 盒	BBP068
0.2 - 1.0 mL 移液器	1	1 个	BBP078
0.2 - 1.0 mL 移液器吸头	2	100/ 盒	BBP079
试管架	1	1 个	1864100
遮光罩, DR 3800, DR 2800, DR 2700	1	1 个	LZV646
遮光罩, DR 3900	1	1 个	LZV849

推荐标液

描述	单位	产品订货号
三价铬标准溶液, 50-mg/L Cr ³⁺	100 mL	1415142
六价铬标准溶液, 50.0-mg/L Cr ⁶⁺	100 mL	81042H

可选试剂与仪器

描述	单位	产品订货号
消解器适配器, 16 mm —13 mm 直径, 用于 TNTplus 试管	5/ 盒	2895805
过滤膜, 0.45 微米, 25mm	100/ 盒	2514101
100mL A 级玻璃容量瓶	1 个	1457442
浓硝酸	500 mL	15249
500mL 带盖取样瓶, 低密度聚乙烯	12/ 盒	2087079
1.0 N 氢氧化钠标准溶液	100 mL MDB	104532
5.0 N 氢氧化钠标准溶液	100 mL MDB	245032



关注哈希官微
“码”上有礼!



扫码登录
哈希官方商城



操作维护、方案讲解视频
尽在哈希水智库



哈希水质分析仪器（上海）有限公司

中文网址：www.hach.com.cn

哈希咨询专线：4008209091

北京

北京建国门外大街22号赛特大厦23层2301室

重庆

重庆市渝中区华盛路10号阳光金融中心32楼01单元

武汉

武汉武昌区中南路7号中商广场写字楼A1906-07室

上海

上海市长宁区福泉北路518号1座2楼

西安

西安市南二环西段64号凯德新城写字楼24层

济南

山东省济南市历下区茂陵山路2号普利商务中心1508室

深圳

深圳市南山区高新园中区科技中三路国人通信大厦B座311

天津

天津市南开区东马路129号仁恒置地写字楼2107

广州

广州市天河区珠江西路15号珠江城大厦1208室

南京

南京市汉中路120号青华大厦A2806室

深圳

深圳市南山区高新园中区科技中三路
国人通信大厦B座311



Be Right™