

高锰酸盐指数，低量程

高锰酸盐指数

方法 10262

测量范围：低量程 (0.50-5.00 mg/L COD)

TNT 试管法

应用范围：主要用于中国地区饮用水、原水及地表水，特殊情况下可用于废水。需要消解。

测试准备工作

表 1 仪器详细说明

仪器型号	遮光罩	适配器型号
DR 6000	—	—
DR 5000	—	—
DR 3900	LZV 849	—
DR 2800	LZV 646	—
DR1900	9608500 (标配)	9609900 (标配)

测试开始前：

使用 DR 2800、DR 3900 和 DR1900 测试前，将遮光罩遮住样品室。

请带上防护眼镜并穿防护服。一旦触及试剂，请用流水清洗接触部位。请反复阅读和严格遵循相关的材料安全性数据表(MSDS)安全指导部分。

试剂外溢会影响测试的精度，并会对皮肤和其它材料造成危害。本测试中高温试剂外溢危害增加。若遇此情况请用流水冲洗溢出试剂。

如果测试过程中处理不当或使用的方法错误，某些化学试剂及仪器可能会危害到使用者的健康和安全。请阅读所有警告以及相关的材料安全性数据表(MSDS)。

高锰酸盐指数还原剂仅适用于一次测试，多次反复使用会影响测试的精度。请阅读并参照比色确定部分的指导。

注意不同样品的空白不同。对于高锰酸钾指数高于 5.0 mg/L 的样品在分析之前需要进行稀释，并使用经消解的蒸馏水作为空白；对于未经稀释的样品，请使用无色的蒸馏水作为空白。请阅读并参照比色确定部分的指导。

为提高测量的准确性，建议使用性能良好的移液器来移取试剂和样品，并在每次移液前润洗移液枪头 3 次。

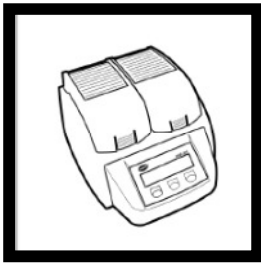
准备下列物品：

名称及描述	Quantity
高锰酸盐指数预制管试剂盒，低量程，0.5 – 5.0mg/L	1
DRB200 消解器	1
遮光罩或适配器 (请参见 仪器详细说明)	1
0.1 - 1.0 mL 移液枪和枪头	1
5.0 mL 移液管	1

名称及描述	Quantity
移液管吸球	1
或者 1.0-5.0mL 移液枪	1
试管架	1

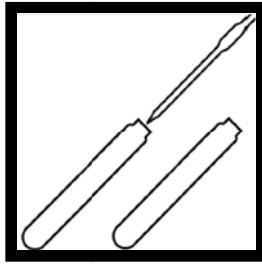
订购信息请参看消耗品和替代品信息。

消解器消解程序



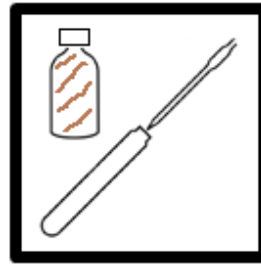
1. 打开DRB 200消解器，设定程序“100 °C，30分钟”，预热至100 °C。

注意：在消解反应前，请将消解器预热至100°C至少半个小时以上。



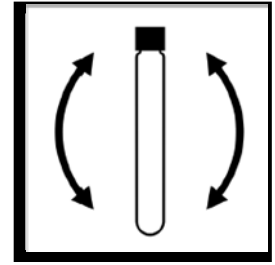
2. **对于已经稀释的水样：**取2支高锰酸钾指数预制TNT试剂管，1支加入2mL样品，另1支加入2mL蒸馏水作为空白样。

对于未经稀释的水样：只取1支TNT试剂管，加入2mL样品即可。另取一支洗净的TNT空管，加入5.0mL无色蒸馏水作为空白（无需消解）。



3. 使用移液枪向每支试剂管中加入0.2 mL高锰酸钾溶液。

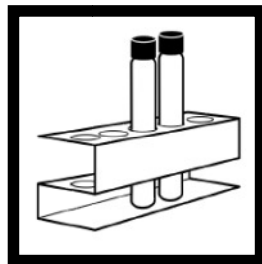
注意：请轻晃装有高锰酸钾溶液的棕色玻璃小瓶，摇匀后再移液。



4. 拧紧试剂管的盖子，上下颠倒至少3次使溶液混合均匀。



5. 将TNT管置入DRB 200消解器内，盖好上盖加热30分钟。



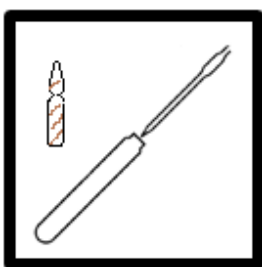
6. 加热结束后立即取出TNT管，上下颠倒至少3次后，放置在试管架上并迅速放入冷水中降至室温，通常需要5分钟。

注意：迅速水冷的目的是为了快速终止消解反应，并尽可能减少剩余KMnO₄的降解。

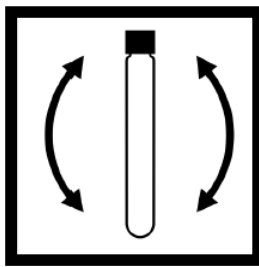
比色确定



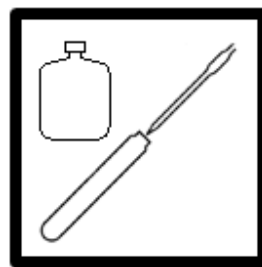
7. 取出冷却至室温的试剂管并上下颠倒至少3次，擦拭外壁残余水分。



8. 从小泡沫盒中取出1支安瓿瓶还原剂，掰断瓶口并用移液枪向每支试剂管中加入0.2 mL还原剂。



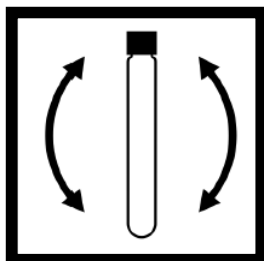
9. 拧紧试剂管的盖子，上下颠倒至少3次使溶液混合均匀。



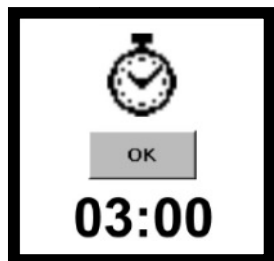
10. 打开白色塑料瓶，向每支试剂管内移入5.0 mL的指示剂。

注意：打开的还原剂不稳定，仅限在一个测量批次内使用。

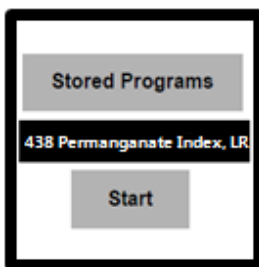
注：用滴定管操作时，可将打开的安瓿瓶放在小泡沫盒中，以避免打翻。



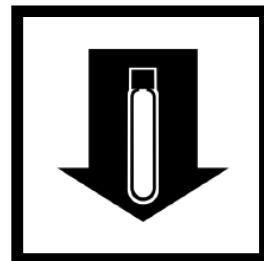
11. 拧紧试剂管的盖子，上下颠倒至少3次使溶液混合均匀。



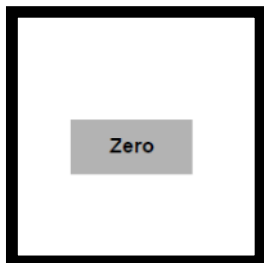
12. 打开分光光度计的计时器，计时反应3分钟。



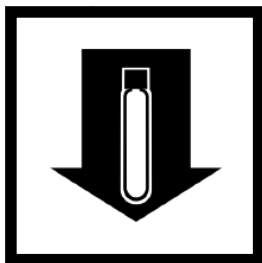
13. 选择程序438。



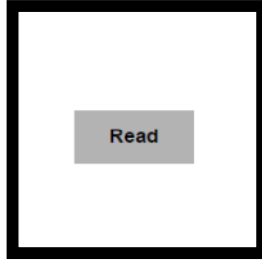
14. 擦拭空白样TNT外壁，插入分光光度计。



15. 按“零”键置零，显示0.00 mg/L COD_{Mn}。



16. 擦拭样品TNT外壁，插入分光光度计。



17. 按“读数”键读取结果，显示相应的浓度，单位mg/L COD_{Mn}。

用于比色确定的空白值

比色确定时，稀释和未经稀释的水样所使用的空白完全不同。稀释水样的空白为蒸馏水经消解、比色确定的 TNT 管；未经稀释的水样所使用的空白为蒸馏水，可以在本批次的 TNT 试管中反复使用。需在暗处贮藏空白。

干扰物质

3.5 mg/L 以上的余氯会降低高锰酸盐指数的测定值。

样品的采集、保存与存储

- 用干净的玻璃瓶采集至少 100mL 的样品。
- 均质化含有固体颗粒物的样品，确保样品具有代表性。
- 尽快检测水样或者加硫酸保存样品。
- 使用硫酸（大约每升样品中加入 2 mL 硫酸）将样品的 pH 值调整至 2 或以下，经处理的样品在 4 °C 条件下最长可以保存 2 天。
- 测量时根据样品体积增加量修正测试结果。

超量程水样处理

稀释

将样品彻底摇匀，并取出至少 10 mL 样品用于稀释。使用去离子水进行稀释，并且稀释倍数不要大于 10。测量时根据稀释倍数修正测试结果。

准确度检查方法

标准溶液法

准确度检查所需的试剂：

- 化学需氧量溶液标准物质（锰法，GBW (E) 080274)
 - 去离子水
1. 化学需氧量溶液标准物质是由一定量的葡萄糖和去离子水配制而成的，每瓶的具体浓度是依据水质-高锰酸盐指数的测定（GB 11892-1989）的要求用滴定法得到的。配置前根据每瓶标识的浓度值计算稀释比率，得到 2.0 mg/L COD 标准溶液。
 2. 用 2.0 mg/L 的 COD 标准溶液代替样品，并用稀释用的去离子水作为空白，按照高锰酸盐指数测试流程进行测试。
 3. 用标准溶液所测得的数据校准标准曲线，在仪器菜单中选择标准溶液校准程序：

仪器型号	菜单选择
DR 6000	选项/ 更多/ 标准调整
DR 5000	选项/ 更多/ 标准调整
DR 3900	选项/ 更多/ 标准调整
DR 2800	选项/ 更多/ 标准调整

4. 打开标准调整界面，确认接受当前标准溶液浓度。如果使用了其他浓度的标准溶液，输入标准溶液的实际浓度，并确认用此溶液浓度校准标准曲线。

方法精确度

程序号	仪器型号	标样浓度	精确度 具有95%置信度的浓度区间	灵敏度 每0.010 Abs吸光度改变时的浓度变化
438	DR 6000	2.00 mg/L COD	1.90–2.10 mg/L COD _{Mn}	0.020 mg/L COD _{Mn}
	DR 5000	2.00 mg/L COD	1.90–2.10 mg/L COD _{Mn}	0.019 mg/L COD _{Mn}
	DR 3900	2.00 mg/L COD	1.90–2.10 mg/L COD _{Mn}	0.020 mg/L COD _{Mn}
	DR 2800	2.00 mg/L COD	1.90–2.10 mg/L COD _{Mn}	0.020 mg/L COD _{Mn}

方法解释

高锰酸盐指数（COD_{Mn}，单位：mg/L）的定义是在该程序条件下每升样品所消耗的 O₂ 的量（mg）。在本方法中，样品与已知浓度的高锰酸钾和硫酸一起在 100°C 加热 30 分钟。可氧化的无机和有机混合物与高锰酸钾进行反应；剩余的高锰酸钾则被还原剂还原。而过量的还原剂与指示剂反应使溶液变为橙色，颜色的深浅程度与还原剂的剩余量成正比例关系。测试结果是在波长为 510 nm 的可见光下读取的。

消耗品和替代品信息

需要用的试剂

试剂名称及描述	数量/每次测试量	单位	产品订货号
高锰酸盐指数预制管试剂，低量程，0.50-5.00mg/L			25156000
高锰酸盐指数预制试剂管，低量程	1 - 2 管	50/pkg	251560VLB
高锰酸盐指数，指示剂	5 - 10 mL	100 mL/瓶	25171010
高锰酸盐指数，还原剂	0.2 - 0.4 mL	2 mL/管	25152000
高锰酸钾溶液	0.2 - 0.4 mL	20 mL/瓶	25171500

需要用的仪器

试剂名称及描述	数量/每次测试量	单位	产品订货号
DRB200 消解器 220 V，2 个加热块，16 毫米孔 30 个	1	个	LTG082.03.44003
或者			
DRB200 消解器 220 V，1 个加热块，16 毫米孔 15 个	1	个	LTG082.03.40003
0.1-1.0 mL 数字移液枪	1	个	2794900
与产品 2794900 配套的移液枪头	1	1000/pkg	2795000
1.0-5.0 mL 数字移液枪	1	个	2795100
与产品 2795100 配套的移液枪头	1	1000/pkg	2795200
试管架	1	个	1864100
安全护目镜	—	副	2550700
化学防护手套	—	副	2410104

可选择的标准样品与仪器

试剂名称及描述	单位	产品订货号
A 级 2mL 移液管	个	1451536
A 级 5mL 移液管	个	1451537
移液管吸球	个	1465100
浓硫酸	500 mL	97949
pH 试纸 (0-14)	100/pkg	2601300