



目录号 62027-18

APA 6000TM 氨/一氯胺和

低量程氨在线分析仪

操作手册

目录：

第一章 设备概述	7
1.1 如何使用本手册.....	7
1.2 概述.....	7
1.3 仪器元件.....	7
1.3.1 外壳.....	7
1.3.2 自动滴定仪.....	7
1.3.3 色度计组件.....	8
1.3.4 旋转阀和储存线圈.....	8
1.3.5 混合室.....	8
1.3.6 导管示意图和导管长度.....	8
1.3.7 样品涡旋调节器.....	9
1.3.8 氨/一氯胺溶液.....	9
第二章 操作原理	11
2.1 分析方法.....	11
2.2 工作顺序.....	12
2.3 试剂和标样的消耗.....	16
第三章 参数功能	17
3.1 校准记录.....	17
3.2 测量选项.....	17
第四章 测试步骤	19
4.1 标定.....	19
4.2 标定步骤.....	19
4.2.1 校准.....	19
4.3 样品一氯胺或者氨浓度测试.....	23
4.2 样品中自由氨测定.....	23
第五章 备用部件	24

规格

规格可能会有变化，厂家不负责通知。

参见 APA 6000™ 分析手册 Cat.No.62005-18 的相关设备规格。

性能

范围：0.02~2mg/L，以氮计（0.1 ~ 10mg/L，以 Cl₂ 计）

注意：如果样品超出测量范围，可能会输出错误结果。

准确度：读数的 ± 5% 或者以氮计 ± 0.02mg/L，以较大者为准（0.1mg/L，以 Cl₂ 计）

重复性：读数的 ± 3% 或者以氮计 ± 0.01mg/L，以较大者为准 0.05mg/L，以 Cl₂ 计）

响应时间：单通道设备，90% 响应少于 5 分钟，在样品入口步骤响应发生变化

周期：5.0 分钟（平均）

仪器检测限：≥0.01mg/L，以氮计（0.05mg/L，以 Cl₂ 计）

样品要求

样品压力：0.5~30.0psig（0.03~2.04bar）

样品温度：5~50（41~122）

样品流速：100~2000mL/min（最大）

样品数：最多两种样品流



操作

危险

处理和操作化学样品，标样，和其它试剂可能会有一定危险。在处理这些化学物品前请认真阅读材料安全使用数据表，熟悉所有的安全操作步骤。

第一章 设备概述

1.1 如何使用本手册

进行本设备的完整操作需要阅读两份操作指导。APA 6000™ 安装与维护手册 (Cat.No.62005-18) 提供进行设备安装, 菜单设置, 操作, 维护与维修等指导。

本参数操作手册 (Cat.No.62027-18), 包括与设备元件参数相关的信息和软件功能。试剂和标液及它们的消耗速率、分析方法、操作顺序和对比测试等等都在本手册进行了详细的描述。

1.2 概述

APA 6000™ 氨/一氯胺在线分析仪是一种设计用于进行饮用水中样品总氨、自由氨、以及一氯胺连续监测的微处理器控制过程分析仪。典型的样品包括饮用水, 废水和工业用水。

分析仪在 5.0 分钟的分析周期中可以分析 1~2 种样品。分析仪通过化学比色法分析样品中的一氯胺浓度。

数据的通讯和操作通过安装在分析仪门上的 AquaTrend® 界面操作键盘和显示器实现。

提供的试剂容器可容纳进行约 30 天连续操作的试剂。试剂由厂家装入 1L 的容器中, 符合 Hach 质量标准。试剂和标样从仪器外侧的试剂外壳上导入, 所有导管在仪器前盖底部的阀口进入仪器。

设备内部温度由厂家设定为 40 (104)。分析仪开盖和设备面板提供了隔热空间以确保进行准确分析的温度控制。为了温度控制系统可以正常工作, 分析仪开盖在操作过程中必须关闭。

1.3 仪器元件

1.3.1 外壳

设备外壳包装的主要部件有电源和控制电路。壳体内部通过一种部件面板将灵敏的电子元件和样品部件分隔开。所有部件面板上的开口均被密封防漏。设备后部可进行电缆连接。

1.3.2 自动滴定仪

分析仪采用正排量自动滴定仪测量和推动分析仪各元件中液体的流动。自动滴定仪包括一个丙烯酸模块, 它主要包括一个陶瓷活塞, 活塞双重密封装置, 一个线性制动器, 一个双路电磁阀和控制电路。滴定仪的总

第一章 设备概述

体积为 1.6mL，它可在 0.1 ~ 8.0mL/min.的范围内进行双向吸或排液体。自动滴定仪的分辨率为 0.4μL/步。

1.3.3 色度计组件

样品在温控单波长流通池中测量。色度计中 LED 发出的光通过 646nm 带通滤光片。通道长度为 8.75mm (0.350inch)。温度控制在 40 (107)。

1.2.4 旋转阀和储存线圈

旋转阀作用是将流体导向仪器中的不同元件。旋转阀是在中心带有一个普通阀口的选择阀。在中心阀口和周围十个阀口中的每一个之间有一个内部转子，阀门进行了面密封，所有的管道都是厂家组装并且都注明了各自的化学成份。阀头和储存线圈被包围在一个金属外壳内，温度控制在 40 (107)。

存储线圈是一个长度为 1.0-毫升，内径 0.030 英寸的 Tefzel 管，用于减少混合。存储线圈每个测试周期只需要较少的体积的样品，可以有效的将样品和试剂加热到温控点。不采用存储线圈，“旧”样品需要从滴定仪中冲洗出来。这需要至少 10 倍以上的样品和更长的分析时间，更大的浪费，更多的标样消耗等等。

1.2.5 混合室

混合室作用是将样品或者标样与试剂进行混合。流体通常从混合室的底部进入并排出。这个排放管线与排水装置相连接。混合室由丙烯酸制成，体积约为 1.0 毫升。在一个典型的测量周期期间混合室被填充、排空并进行冲洗。通过一个磁力搅拌棒以 300rpm 的转速进行混合并除去样品中过量的空气。

1.2.6 导管示意图和导管长度

第 10 页的图 1 显示了分析仪上用户可更换的管件，第 10 页的表 1 列出了每根导管的始终端和尺寸。导管内径为 0.030 英寸，材料为 Tefzel (乙烯-四氟乙烯共聚物)。更小内径的导管允许流体更少量并且流速更高。更高的流速，同时适当地应用样品样品调节，可以防止管道堵塞。更换管件的信息请查阅 APA 6000 安装和维修手册 (目录号 62005-18)。



小心

用户在使用含有化学试剂和标样的容器、储存器和输送系统之前，必须熟悉使用预防措施、危险和紧急情况处理，并且必须仔细阅读材料安全一览表。在进行眼睛可能会与化学物质接触的操作时，推荐戴上保护眼罩。

PRUDENCE

Pour se familiariser avec les précautions à prendre lors de la manipulation, les dangers et les procédures d'urgence, toujours lire les Fiches de Données de Sécurité des Produits avant de manipuler les récipients, les réservoirs et les systèmes de distribution contenant les réactifs chimiques et les solutions

étalons. Il est toujours recommandé de porter des lunettes de protection

lorsqu'un contact avec les produits chimiques est possible.

第一章 设备概述

CUIDADO

Para familiarizarse con las precauciones de manipulación, los peligros y los procedimientos de emergencia, siempre estudie las Hojas de Datos de Seguridad de los Materiales antes de manipular recipientes, depósitos y sistemas de entrega que contengan reactivos y patrones químicos. Siempre se recomienda el uso de protectores oculares cuando sea posible el contacto con productos químicos.

VORISCHT

Es wird dringend empfohlen, die Sicherheitsdatenblätter vor der Handhabung von Behältern, Tanks und Zufuhrsystemen, die chemische Reagenzien und Standardsubstanzen enthalten, aufmerksam durchzulesen, damit Sie sich mit den beim Umgang mit diesen Chemikalien notwendigen Vorsichtsmaßnahmen, Risiken und Notfallschutzmaßnahmen vertraut machen. Es wird empfohlen, in allen Situationen, in denen mit einem Kontakt mit Chemikalien zu rechnen ist, eine Schutzbrille zu tragen.

ATTENZIONE

Per familiarizzare con misure di precauzione di controllo manuale, con procedure pericolose e di emergenza, rileggere sempre le schede di sicurezza del materiale prima di maneggiare contenitori, imballaggi per spedizione che contengono reagenti chimici e standards. Si consiglia di indossare sempre gli occhiali protettivi quando è possibile un contatto con agenti chimici.

1.3.7 样品涡旋调节器

样品调节器包括位于流体区域的 0.5 μ m 的陶制滤器。未过滤的样品绕着滤器外侧流过并起到持续自我清洗滤器成分的作用。根据要求样品被引入通过滤器，对样品调节器进行定期维护对于正确操作十分有必要。

1.3.8 氨/一氯胺溶液

APA 6000™氨/一氯胺在线分析仪使用六种试剂。每种试剂都由 1-升的试剂瓶储存，适于 30 天的连续使用。至于每个试剂瓶的安装请查阅 APA 6000 安装和维修手册（目录号 62005-18）。

- APA 氨/一氯胺试剂 1 是一氯胺特定的指示剂，另外，溶液还含有一种催化剂可以加速反应的速率。
- APA 氨/一氯胺试剂 2 是用于将溶液调节 pH 值调节至大于 12 的缓冲剂。该溶液同时还具有很高的离子强度，可以减少溶液中在高 pH 环境下可能会不溶的金属离子的沉淀析出。
- APA 氨/一氯胺试剂 3（次氯酸盐）作用是将氨转换为氨。
- APA 酸洗溶液用于溶解在正常操作中所形成的沉淀。

注意：如果没有使用酸洗溶液，那么在系统中就会有沉淀形成。

第一章 设备概述

图 1 氨/一氯胺在线分析仪的导管示意图

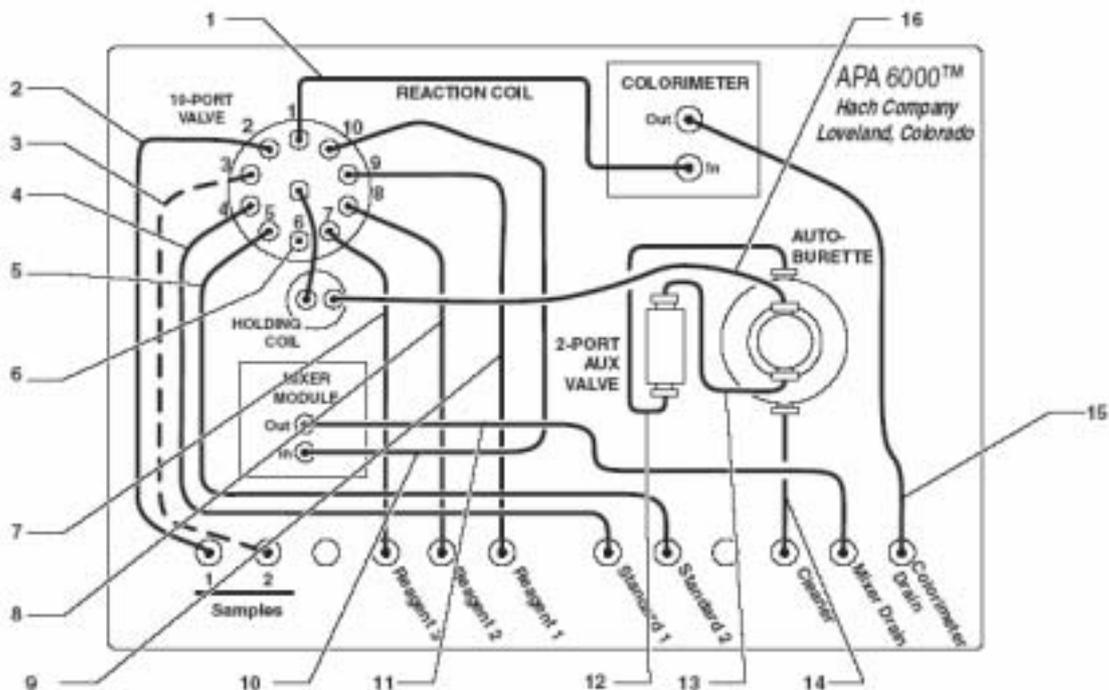


表 1 图 1 中的可更换管件长度

编号	说明	Length	起始端	终端
1	Tefzel管件, 0.03内径 x 0.062外径	7.4 in. (18.5 cm)	阀口1	比色计入口
2	Tefzel管件, 0.03内径 x 0.062外径	24 in. (60 cm)	阀口2	样品1
3	空白阀口	—	—	—
4	Tefzel管件, 0.03内径 x 0.062外径	58 in. (145 cm)	阀口 4	标样1
5	Tefzel管件, 0.03内径 x 0.062外径	61 in. (152.5 cm)	阀口 5	标样2
6	未使用	—	—	—
7	Tefzel管件, 0.03内径 x 0.062外径	61 in. (152.5 cm)	阀口 7	试剂3
8	Tefzel管件, 0.03内径 x 0.062外径	61 in. (152.5 cm)	阀口 8	试剂2
9	Tefzel管件, 0.03内径 x 0.062外径	58 in. (145 cm)	阀口 9	试剂1
10	Tefzel管件, 0.03内径 x 0.062外径	8 in. (20 cm)	阀口 10	混合室入口
11	Tefzel管件, 0.03内径 x 0.062外径	28 in. (70 cm)	混合室出口	混合室排放管
12	Tefzel管件, 0.03内径 x 0.062外径	7 in. (17.5 cm)	两路数控	自动滴定管顶部
13	Tefzel管件, 0.03内径 x 0.062外径	9 in. (22.5 cm)	两路数控	自动滴定管底部
14	Tefzel管件, 0.03内径 x 0.062外径	53 in. (132.5 cm)	密封冲洗底部	清洗器
15	Tefzel管件, 0.03内径 x 0.062外径	29 in. (72.5 cm)	比色计出口	比色计排放管
16	储存线圈	联系哈希维修部	中心阀口	自动滴定仪

第二章 工作原理

APA 6000™氨/一氯胺测试仪可以提供可重复的测量结果,只要对同一溶液操作过程保持一致。分析中的每一个步骤每次都按照相同的方法执行,确保获得正确的测量结果。可以通过测量一个已知浓度分析物的样品,来确认分析仪的精确度。

分析仪工作基本步骤:

1. 仪器将代表样品吸入储存线圈中。
2. 将合适的试剂吸取入储存线圈中。
3. 在混合室中将样品和试剂预混合。
4. 将样品和试剂的混合物送入检测器中。
5. 混合物流过检测器,检测器比色测定样品色度。

2.1 分析方法

分析仪起初利用改进石碳酸盐方法确定一氯胺浓度,然后,使用另一个代表样品,在往其中加入石碳酸试剂之前加入过量的次氯酸盐,由此确定样品中的总氨浓度。次氯酸盐试剂可以将样品维持在合适的pH值下并将自由氨转换为一氯胺。总氨定义为一氯胺浓度与在投加次氯酸盐时由自由氨形成的一氯胺浓度之和。

重要提示:本分析仪所使用的试剂对光灵敏。在低温和避光条件下保存试剂可以提高试剂的稳定性和性能。

自由氨浓度等于总氨测量值减去分析仪起初确定的一氯胺浓度。分析仪交替测量一氯胺浓度和总氨浓度,每个测量周期后,自由氨浓度值都会更新。在没有加入次氯酸盐试剂时的测量周期(一氯胺测量周期)期间,用标样1代替次氯酸盐试剂以确保测量周期具有可比性。**当分析仪只用于测量低量程氨时**,每个测量周期都加入次氯酸盐试剂,将所有的氨都转换为一氯胺进行测量,同时也会测量样品中存在的一氯胺浓度,在测量低量程氨时分析仪会自动校准进行校正。

重要提示:在应用低量程氨测定时,不当在一氯胺浓度改变的样品中使用。

改进石碳酸方法与水杨酸盐方法类型,但是改进石碳酸法中使用的试剂可以加快反应并且更加稳定。其中一种试剂是指示剂,它专门指定一氯胺,并且还能作为催化剂而加速反应速率。第二种试剂是缓冲剂,用于将pH值调整到大于12。由于溶液中的金属离子在这些高pH值时可能会不溶,所以该溶液应同时具有很高的离子强度,以减少金属的沉淀。

重要提示:如果一氯胺值大于总氨值,那么总氨和自由氨值将会显示为虚线。这表面在样品中没有自由氨而且可能存在于二氯胺。

当样品中存在一氯胺时,这两种试剂就会结合产生绿色,绿色随着一氯胺浓度的增加而变暗。第三种试剂是次氯酸盐,它将自由氨转换为一氯胺。在高pH值时加入过量氯,在该pH值下,形成一氯胺。即使溶液中存在过量的氯,也不会形成显著的二氯胺。pH值和试剂的纯度对于确保稳定性是十分关键的。而且,试剂溶液的正确保存也是非常重要的,因为试剂对光敏感。

第二章 工作原理

2.2 工作顺序

测量周期执行比色分析，以准确测量样品流中的硬度值。

在通常的工作中，10-port（10-阀口）旋转阀旋转到不同的位置，使得样品和试剂流过分析仪。表2列出了APA 6000氨/一氯胺在线分析仪的各个阀口号和各自的功能，表3中详细列出了一个通常的工作周期的具体步骤。表4给出了一个通常的校准周期的具体步骤。负数表面仪器正在吸取流体，正数表示流体正在被分送扩散。

氨/一氯胺分析仪交替进行总氨和一氯胺测量。LR氨法总是测量总氨，显示自由氨值，LR氨分析仪仅在校准期间测定本底一氯胺。

表 2 分析仪的阀口功能

Port # (阀口号#)	Function (功能)	Port # (阀口号#)	Function (功能)
1	Detector (检测器)	6	Not used (未使用)
2	Sample 1 (样品1)	7	Reagent 3 (试剂3)
3	Sample 2 (optional)(样品2,可选)	8	Reagent 2 (试剂2)
4	Standard 1 (标样1)	9	Reagent 1 (试剂1)
5	Standard 2 (标样2)	10	Mixer (混合室)

第二章 工作原理

表3 测量周期

阀口位置	体积 (μL)	流速	注解
sample (样品)	-1000	2 mL/min	
sample (样品)	1000	8 mL/min	清扫样品调节滤器
sample (样品)	-1510	6 mL/min	清洗混合室
btwn port (阀口之间)	-90	2 mL/min	
detector(检测器)	500	4 mL/min	冲洗检测管线
mixer (混合室)	1000	6 mL/min	
mixer (混合室)	-1080	6 mL/min	
waste (废液)	1180	6 mL/min	
sample (样品)	-1380	4 mL/min	吸取样品用以测量
reagent 3(试剂3)	-60	1 mL/min	吸取氯试剂将氨定量地转换为一氯胺, 在一氯胺测量期间, 用标样1代替试剂3。
mixer (混合室)	680	4 mL/min	
waste (废液)	760	6 mL/min	
mixer (混合室)	-650	4 mL/min	
sample (样品)	-750	4 mL/min	
reagent 3(试剂3)	-40	1 mL/min	如果测量一氯胺, 请使用标样1
mixer (混合室)	790	4 mL/min	
mixer (混合室)	-790	4 mL/min	
buffer (缓冲剂)	-60	1 mL/min	
mixer (混合室)	680	4 mL/min	
indicator (指示剂)	-60	1 mL/min	
mixer (混合室)	290	4 mL/min	
mixer (混合室)	-1010	4 mL/min	
waste (废液)	50	4 mL/min	
detector(检测器)	1460	4 mL/min	

氨/一氯胺

校准周期本质上与测量周期相同,只不过用标样代替样品。校准是线性的,它基于0mg/L(以氮计)的标样和2.0mg/L(以氮计)的标样。APA 6000需要进行校准以确保达到仪器的性能规格。分析仪对响应进行监测,这些响应必须在一给定范围内,以保证试剂良好并确保使用的是正确的标样。连续的运行必须是可重复的,重复性运行操作增加使用正确校准值的可信度。如果这两个标准都没有达到,那么将会导致错误产生,并且在很多情况下分析仪将不会使用由“失败”校准获得的值。

仅适用于氨

氨的校准周期与氨/一氯胺的校准周期相同,但是多了一个步骤。校准之后,如果样品中存在一氯胺,就会对样品中的一氯胺含量进行分析测定,如果检测到一氯胺的存在,那么随后的总氨读数减去这个一氯胺浓度就代表样品中的自由氨浓度。在校准之前,分析仪并不会对样品中的一氯胺进行任何的校正,正因为如此,所以低量程氨APA 6000分析仪不应当使用在一氯胺浓度值变化的样品中。

第二章 工作原理

表4 校准周期

阀口位置	体积(μL)	流速	注解
标样1			
std1 (标样1)	-1510	6 mL/min	清洗混合室
btwn port (阀口之间)	-90	2 mL/min	
detector (检测器)	500	4 mL/min	冲洗检测管线
mixer (混合室)	1000	6 mL/min	
mixer (混合室)	-1080	6 mL/min	
waste (废液)	1180	6 mL/min	
std1 (标样1)	-1380	4 mL/min	吸取标样,用以测量
reagent3 (试剂3)	-60	1 mL/min	吸取氯试剂,将氨定量地转换为一氯胺。
mixer (混合室)	680	4 mL/min	
waste (废液)	760	6 mL/min	
mixer (混合室)	-650	4 mL/min	
std1 (标样1) (标样1)	-750	4 mL/min	
reagent3 (试剂3)	-40	1 mL/min	
mixer (混合室)	790	4 mL/min	
mixer (混合室)	-790	4 mL/min	
buffer (缓冲剂)	-60	1 mL/min	
mixer (混合室)	680	4 mL/min	
indicator (指示剂)	-60	1 mL/min	
mixer (混合室)	290	4 mL/min	
mixer (混合室)	-1010	4 mL/min	
waste (废液)	50	4 mL/min	
detector (检测器)	1460	4 mL/min	

第二章 工作原理

表4 校准周期 (续)

阀口位置	体积(μL)	流速	注解
标样2			
std2	-1510	6 mL/min	清洗混合室
btwn port (阀口之间)	-90	2 mL/min	
detector(检测器)	500	4 mL/min	冲洗检测管线
mixer (混合室)	1000	6 mL/min	
mixer (混合室)	-1080	6 mL/min	
waste (废液)	1180	6 mL/min	
std2 (标样2)	-1380	4 mL/min	吸取标样, 用以测量
reagent3 (试剂3)	-60	1 mL/min	吸取氯试剂, 将氨定量地转换为一氯胺。
mixer (混合室)	680	4 mL/min	
waste (废液)	760	6 mL/min	
mixer (混合室)	-650	4 mL/min	
std2 (标样2)	-750	4 mL/min	
reagent3 (试剂3)	-40	1 mL/min	
mixer (混合室)	790	4 mL/min	
mixer (混合室)	-790	4 mL/min	
buffer (缓冲剂)	-60	1 mL/min	
mixer (混合室)	680	4 mL/min	
indicator (指示剂) (指示剂)	-60	1 mL/min	
mixer (混合室)	290	4 mL/min	
mixer (混合室)	-1010	4 mL/min	
waste (废液)	50	4 mL/min	
detector(检测器)	1460	4 mL/min	
清洗			
mixer (混合室)			'find top' routine (“查找顶端”程序)
mixer (混合室)	-1000	4 mL/min	确保混合室排空
detector(检测器)	1000	4 mL/min	
btwn port (阀口之间)	-1600	4 mL/min	
detector(检测器)	1600	4 mL/min	用清洗溶液冲洗检测器管线中的气体
btwn port (阀口之间)	-1600	4 mL/min	
detector(检测器)	1600	4 mL/min	用清洗溶液填充检测器管线
btwn port (阀口之间)	-1600	4 mL/min	
mixer (混合室)	1600	4 mL/min	用清洗溶液装满混合室
btwn port (阀口之间)	-1600	4 mL/min	
sample (样品)	1600	8 mL/min	反冲洗样品调节滤器
btwn port (阀口之间)	-1600	4 mL/min	
sample (样品)	1600	8 mL/min	反冲洗样品调节滤器(如果还有样品的话, 重复)

第二章 工作原理

表4 校准周期 (续)

阀口位置	体积(μL)	流速	注解
Repeat if second sample (如果还有样品, 重复)			
btwn port(阀口之间)	-1600	4 mL/min	让活塞退后, 进行清洗
detector (检测器)			
delay 5 minutes to allow clean (延长五天 运行清洗)			留下时间进行“ 清洗 ”。
sample (样品)	1600	4 mL/min	
mixer (混合室)	-1600	4 mL/min	排空混合室。
sample (样品)	1600	4 mL/min	

2.3 试剂和标样的消耗

表5列出了试剂和标样的消耗体积。起动仪器需要消耗额外的试剂。

表5 试剂消耗量, 单位μL

溶液	测量	校准	清洗
Sample (样品)	4640	0	0
Reagent 1 (试剂1)	60	360	0
Reagent 2 (试剂2)	60	360	0
Reagent 3 (试剂3)	50	600	0
Standard 1 (标样1)	50	21840	0
Standard 2 (标样2)	0	21840	0
Cleaning Solution (清洗溶液)	90	540	9600

第三章 参数功能

3.1 校准记录

这个选项允许用户查看过去的校准数据记录。

1. 在Main Menu (主菜单) 中按MENU (菜单) 键。
2. 选择Sensor Menu (传感器菜单) 并按ENTER (进入) 键。
3. 选择需要查看的传感器名称, 并按ENTER (进入) 键。
4. 选择Calibration (校准), 并按ENTER (进入) 键。
5. 选择Call History (调出校准数据记录), 并按ENTER (进入) 键。
6. 出现一个弹出窗口 (见左侧), 窗口中有最近七次的校准数据和时间。

通过选择Review Next Cal(查看下一页记录)在校准记录的‘pages(页)’之间翻页。最近一次校准记录后, 按ENTER (进入) 键返回到上层菜单。按EXIT (退出) 键, 退出Cal History Menu (调出校准记录菜单)。显示的最近七次校准数据将包括第一列的0ppm标样浓度和第二列的2ppm标样浓度。这些数值基于前次的校准曲线, 并将应用到当前校准的标样中。

3.2 测量选项

分析仪的浓度值显示有几种选项。显示单位可以改变, 可选择的单位有ppm、ppb、mg/L和 $\mu\text{g/L}$ 。所有的显示值都默认为以 CaCO_3 计, 这是硬度的标准表示。

如果使用了Digital Display Module (DDM) (数字化显示模式), 在Network Menu (网络菜单) 中将SENSOR (传感器) 选择为DISPLAY (显示), 设置DDM的输出。

第四章 比较测试

4.1 APA 6000值与其他典型测试的对比

- 氨：许多测试方法都可以测试氨，这个值大多数与APA 6000计算的氨值相关。总氨值是一氯胺和自由氨之和。
- 自由氯：由APA 6000获得的值和自由氯之间没有任何关系。通常是，如果存在自由氯，那么可能会存在可测量的一氯胺，但是不会有自由氨。可能总氨和自由氨不可测量（APA 6000将会显示虚线）。
- 总氯：如果在样品中人人存在一些自由氨的话，这个值应当与一氯胺值很好的相关性。由于很多总氯测试方法也会检测到二氯胺、三氯化氮、和许多其他的有机氯胺等，所以总氯值可能会稍微有些偏高。APA 6000专门用于测定一氯胺，通常总氯测试值以mg/LCl₂计，而APA 6000默认输出是mg/L氮计，在这两值之间比例大约为5:1，换句话说，Cl₂值大约是输出的氮值的五倍。

4.2 测试步骤

4.2.1 校准

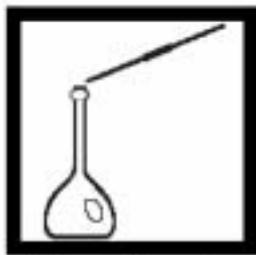
在测试样品一氯胺或者氨之前必须对仪器进行校准。利用标样1（0.0mg/LNH₃-N）和标样2（2.0mg/LNH₃-N）进行校准，确定空白值和斜率值。因为一氯胺不稳定，测试使用氨标样。

遵循下列的提示，使得校准更加准确和有效：

- 由于试剂可能会随时间发生变化，因此在进行样品分析之前一定要执行一次校准程序。
- 所有的测量都在25℃下执行，以获得最佳精确度。
- 使用聚乙烯瓶保存标样。
- 低温避光保存所有试剂。

第四章 比较测试

校准程序



1. 用移液管移取5.0毫升APA试剂3氨-一氯胺(次氯酸盐)加入到一个洁净的100-毫升容量瓶中。



2. 立即加入APA氨-一氯胺标样(0mg/L)至容量瓶的刻度线, 贴上标签注明“0mg/L 标样”。



3. 倒转容量瓶至少七次, 摇匀混合。



4. 将溶液移至一个洁净的250-毫升的锥形瓶中。



5. 立即加入5.0毫升APA氨-一氯胺试剂2(缓冲液), 摇晃混匀。



6. 立即加入5.0毫升APA氨-一氯胺试剂1(指示剂), 摇晃混匀。



7. 让混合物反应十分钟。



8. 使用1-厘米的样品皿和哈希DR/4000分光光度计, 用去离子水在650nm处进行校零。



9. 移取步骤7的3毫升溶液, 加入到1-厘米的样品皿中。



10. 测量在650nm处的吸光度, 为获得最佳精确度, 在测量之前请用溶液冲洗样品皿三次。记录测量值。



11. 使用2.0mg/L标样, 重复步骤1-10。



12. 空白值是0mg/L标样的吸光度值。斜率值是2.0mg/L标样与0mg/L标样之间的吸光度差值除以2。

第四章 比较测试

测试样品中的一氯胺



1. 用移液管移取5.0毫升APA氨-一氯胺标样1 (0mg/L) 加入到一个洁净的100-毫升容量瓶中。



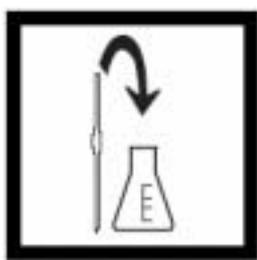
2. 立即加入样品至容量瓶的刻度线，贴上合适的标签。



3. 倒转容量瓶至少七次，摇匀混合。



4. 将溶液移至一个洁净的250-毫升的锥形瓶中。



5. 立即加入5.0毫升APA氨-一氯胺试剂2 (缓冲液)。

6. 摇晃混匀。



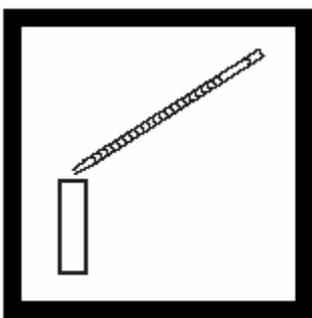
7. 立即加入5.0毫升APA氨-一氯胺试剂1 (指示剂)，摇晃混匀。



8. 让混合物反应十分钟。



9. 使用1-厘米的样品皿和哈希DR/4000分光光度计，用去离子水在646nm处进行校零。



10. 移取步骤7的3毫升溶液，加入到1-厘米的样品皿中。



11. 测量在646nm处的吸光度，为获得最佳精确度，在测量之前请用溶液冲洗样品皿三次。记录测量值。



12. 利用后面的公式计算样品中的一氯胺浓度。

第四章 比较测试

测量样品总氮值



1. 用移液管移取5.0毫升试剂3APA氨-一氯胺(次氯酸盐)加入到一个洁净的100-毫升容量瓶中。



2. 立即加入样品至容量瓶的刻度线, 贴上合适的标签。



3. 倒转容量瓶至少七次, 摇匀混合。



4. 将溶液移至一个洁净的250-毫升的锥形瓶中。



5. 立即加入5.0毫升APA氨-一氯胺试剂2(缓冲液)。摇晃混匀。



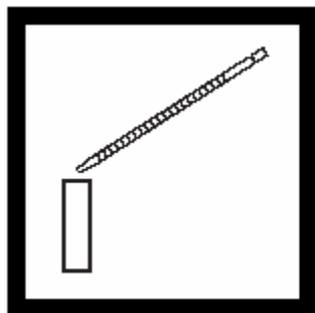
6. 立即加入5.0毫升APA氨-一氯胺试剂1(指示剂), 摇晃混匀。



7. 让混合物反应十分钟。



8. 使用1-厘米的样品皿和哈希DR/4000分光光度计, 用去离子水在650nm处进行校零。



9. 移取步骤7的3毫升溶液, 加入到1-厘米的样品皿中。



10. 测量在650nm处的吸光度, 为获得最佳精确度, 在测量之前请用溶液冲洗样品皿三次。记录测量值。



11. 利用下列公式计算样品中的总氮浓度。

第四章 比较测试

4.3 确定样品中的一氯胺或者氨浓度值

空白值 = 0.0mg/L标样的吸光度

$$\text{斜率} = \frac{2\text{mg/L标样的吸光度} - \text{空白值}}{2}$$

$$\text{一氯胺或者氨 (mg/L氮)} = \left(\frac{\text{样品吸光度} - \text{空白吸光度}}{\text{斜率}} \right)$$

4.4 确定样品中的自由氨值

$$\text{自由氨 (mg/L)} = \text{总氨 (mg/L)} - \text{一氯胺 (mg/L)}$$

第五章 备用部件

测试方法所需试剂

描述	每次测试所需量	单位	目录号
APA 6000™氨/一氯胺试剂 1.....5mL.....	1L.....27763-53
APA 6000™氨/一氯胺试剂 2.....5mL.....	1L.....27764-53
APA 6000™氨/一氯胺试剂 3.....5mL.....	1L.....27765-53
APA 6000™氨/一氯胺标样 1 ,0.0mg/L.....	...95mL(仅校准用)....	1L.....27766-53
APA 6000™氨/一氯胺标样 2 ,2.0mg/L.....	...95mL(仅校准用)....	1L.....27767-53
去离子水.....10mL.....	4L.....272-56

测试方法所需仪器

DR/4000 分光光度计, UV-Vis.....1.....	个.....48000-00
容量瓶, 100 毫升, 级别 A.....3.....	个.....14574-42
锥形瓶, 250 毫升.....1.....	个.....24894-46
移液管, 可置换, 移液.....1.....	200/盒..21234-00
滴定管, 体积, 5.00mL, 级别 A.....3.....	个.....14515-37
球形移液管, 3 阀.....1.....	个.....121189-00
冲洗溶液, 500mL.....1.....	个.....620-11

可选仪器

瓶, 储存, 聚乙烯, 60mL.....12/pkg.....20870-71
Kim 擦纸, 11x22cm(4.5x8.5 英寸).....280/盒.....20970-00
注射器 3 毫升, 金属锁.....个.....43213-00