1 概述

1.1 产品特点

a) 密闭消解，超压保护，安全可靠，消解完成蜂鸣提示；

b) 可消解多种物质。本说明书主要介绍化学需氧量（COD_{cr}）、总磷（TP）、总氮（TN）的消解及测试方法；

c) 省时、省费用，操作简单方便；

d) 用于消解 COD_{cr} 时：

① 具有抗氯离子干扰能力，能测定 COD_{cr} 值大于 50mg/L，氯离子含量高达 10000mg/L 的水样；

② 可测定 10mg/L 以下低 COD_{cr} 值。

1.2 适用范围及主要用途

GZ-WXJ-III（COD_{cr}、TP、TN）微波闭式消解仪（原型号 WXJ-III，简称消解仪，下同）可对各种地表水、生活污水、工业废水中化学需氧量（COD_{cr}）、总磷（TP）、总氮（TN）进行快速高效消解测定。

广泛适用于各级环保部门、水资源管理部门及公共卫生部门对水质的鉴定与管理。

1.3 型号的组成及其意义

GZ-WXJ-III

- III：设计序号
- WXJ：产品代号：微波消解
- GZ：公司代号：广智

1.4 使用环境条件

a) 环境温度：5～40℃；

b) 环境湿度：≤90%RH；

c) 大气压力范围：86kPa～106kPa。

1.5 工作条件

a) 消解仪应在 A.C(220±22)V (50±1)Hz 电源上工作。

b) 工作制方式：连续。

2 工作原理

消解仪采用测试方法与国家标准（GB11889-11915-89）水质词汇（第 3-7 部分）与分析方法、《水和废水监测分析方法》（第三版）中 COD_{cr} 重铬酸钾法和总磷、总氮的过硫酸钾消解分光光度法基本相同。

消解仪采用频率为 2450MHZ 的微波能源加热方法。在它的作用下消解体系中反应物中偶极分子将高速旋转运动，形成激烈摩擦和碰撞，使反应物的温度迅速升高，达到高效快速低耗的理想效果。

消解仪还采用在封闭(密封)状态进行消解的方式。其优点之一是可以使罐内有一定压力以迅速提高反应体系温度，缩短消解时间；其二，在 COD_{cr} 分析中，有效抑制氯离子被重铬酸钾氧化为氯气的作用，再结合加入适量的硫酸汞为掩蔽剂可以测定高氯废水的化学需氧量。

3 仪器简介

3.1 配置

消解仪包括微波消解炉一台，随机配置聚四氟乙烯消解罐 6 个（消解时一次最多可以放置 12 个罐，如需要可另增购；为减轻电机负荷，建议每次不超过 6 个）。

3.2 专用性

消解仪专用于消解水样中有机污染物，切不可作它用。

3.3 散热通风

消解仪底部和侧面开有通风口，供散热排气用，切不可遮挡（若有包裹炉体薄膜，使用前将其撕开）。

3.4 转轮、转盘

消解仪使用前先放入转轮及玻璃转盘，并保证转盘位于转轮中央且同心。

3.5 消解罐

聚四氟乙烯消解罐专为本消解仪设计，不能作其他用途，只有在本说明书规定的试剂和反应条件下，罐的压力保护作用才能有效地实施和得到保证。

4 技术特性

4.1 特性

消解仪是为所需用途（**1.2**）而制造的，用于化学需氧量、总磷、总氮消解、测试的一种仪器。

4.2 主要技术参数（见表 1）

表 1　　主要技术参数表

项目	参数
测量范围	COD_{cr}：5~ 2500 mg/L TP：0.01～0.6mg/L　　TN：0.05～4mg/L
COD_{cr} 抗氯离子干扰能力	≤10000 mg/L
精密度	COD_{cr} 值在 80 ~ 150 mg/L 时：室内相对标准偏差≤4.3%，室间相对标准偏差≤5.0%，
	TP、TN 能满足国家标准（GB11889-11915-89）水质词汇（第 3-7 部分）与分析方法的要求
准确度	COD_{cr} 与经典回流法比对，相关系数 r＞0.999
	TP、TN 与标准方法比对，相关系数 r＞0.999
消解样品数量（每炉次）	标准配置 6 个
消解时间	3~16min
微波工作频率	2450MHz
额定输入功率	1300W（最大）
微波输出功率	800W
有效容积	23L
外型尺寸(约)	500×430mm×350mm

5 使用说明及注意事项

5.1 控制面板注释

对照仪器面板示意图

5.2.1 消解时间的确定（见表 2）

表 2　　消解样品数及消解时间表

名称	化学需氧量（COD_{cr}）	总磷、总氮（TP/TN）
样品数量（个）	n	
消解时间（分+秒）	（n+2）分+(n×20)秒	

5.2.2 消解仪操作方法

a） 将装好消解溶液的消解罐加盖旋紧，均匀放置在消解仪转盘外圈，关好炉门；

b） 按“停止”键一次；

c） 作 COD_{cr} 消解时按“设定”键一次（显示窗 COD 字符下方出现光标）。

作 TP/TN 消解时连按“设定”键两次；（显示窗 TN/TP 字符下方出现光标）。

d） 按“表 2”规定的消解时间用“分”键和“秒”键设定时间；

e） 按“启动”键一次开始进行消解。

f） “消毒健”功能，长时间未使用仪器，可按该健清除仪器腔体内的异味（空载也可，按该健一次，默认消毒 5 分钟）。

注：1、鉴于仪器的结构，微波发射的角度，若出现消解不完全，可适当加大消解时间 1 分钟。

2、本仪器具有提示功能，消解结束后仪器发出蜂鸣声，显示窗出现“End”。

3、显示窗出现乱码现象或设置错误，按“停止”键，消除即可 。

5.3 注意事项

5.3.1 下述情况下请勿使用消解消解仪

a） 炉门破损或炉门无法锁紧时；

b） 没有放入转环及玻璃转盘时；

c） 消解仪内无消解物品时；

d） 消解罐为空时；

e） 消解罐只装清水时；

5.3.2 安全事项

a） 消解仪使用电源载流量应不小于 10A，并可靠接地；

b） 使用时请勿遮盖炉体，以保持散热；

c） 不得将任何金属物品放入炉内；

d） 为防空载时启动消解仪而造成损坏，可用玻璃杯装水放入炉内，使用时拿走；

e) 禁止长时间连续使用，每做完一次实验，待消解罐完全冷却至常温下，该消解罐方能继续下次消解实验。

5.3.3 消解仪专用

本消解仪仅用在 COD_{cr}、TP、TN 测试时，对样品做消解处理用，务必严格按本使用说明书要求使用，不可擅自改作它用。

6 消解、测试方法

6.1 化学需氧量（COD_{cr}）

6.1.1 试剂制备

a） **重铬酸钾消解溶液（$1/6K_2Cr_2O_7$=0.400mol/L）：**

称取经 120℃烘干 2 小时的基准或优级纯重铬酸钾 19.60g 于 1000mL 烧杯中，溶解于大约 500mL 蒸馏水中，在搅拌中徐徐地加入 250mL 浓硫酸，冷却后，转移至 1000mL 容量瓶中，用蒸馏水稀释至标线，摇匀。该溶液重铬酸钾浓度为 0.400mol/L。用于测定 COD 浓度在 1000～2500mg/L 的水样（含 2500mg/L 以上需稀释的水样）。

另外称取 9.806g，2.45g 重铬酸钾（加入硫酸的量相同）按上述方法分别配制成 0.200mol/L,0.0500mol/L 的重铬酸钾消解溶液。用于测定 COD 浓度在 50～1000mg/L 和≤50 的水样。

b） **掩蔽剂：**硫酸汞（Hg_2SO_4）结晶或粉末。

c） **催化剂：**称取 10g 硫酸银（Ag_2SO_4）溶解于 1 升的浓硫酸（H_2SO_4）中，摇匀。

d） **试亚铁灵指示剂：**

称取 1.485g 邻菲罗啉（$C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$）和 0.695g 硫酸亚铁（$FeSO_4 \cdot 7H_2O$）溶于蒸馏水中，稀释至 100mL，贮于棕色瓶内。

e） **硫酸亚铁铵标准溶液[$(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O \approx 0.1$mol/L]：**

称取 39.5g 分析纯硫酸亚铁铵溶于蒸馏水中，边搅拌边缓慢加入 20mL 浓硫酸，冷却后移入 1000mL 容量瓶中，加蒸馏水稀释至标线，摇匀。临用前，用重铬酸钾标准溶液标定。

另外称取 19.8g，3.95g 硫酸亚铁铵（加入硫酸的量相同）按上述方法分别配制成 0.05mol/L，0.01mol/L 的硫酸亚铁铵溶液。

标定方法：准确吸取 5.00mL 重铬酸钾标准溶液于 150mL 锥形瓶中，加蒸馏水稀释至 30mL 左右，缓慢加入 5mL 浓硫酸，混匀。冷却后，加入 2 滴试亚铁灵指示剂用硫酸亚铁铵溶液滴定，溶液的颜色由黄色经蓝绿色至红褐色即为终点。

$$C[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2] = \frac{0.400 \times 5.00}{V}$$

式中：C——硫酸亚铁铵标准溶液的浓度（mol/L）。

V-——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的用量（mL）。

f） **邻苯二甲酸氢钾标准溶液：**称取 0.8502g 基准邻苯二甲酸氢钾于二次蒸馏水中，溶解后移入 1000mL 容量瓶中用二次蒸馏水稀释至标线，摇匀。标准 COD 值为 1000mg/L。

6.1.2 测试步骤

a） 准确吸取均匀水样 5.00ml(每批水样在测试的同时需做二个空白)于消解罐中，加入 1g 掩蔽剂(不含氯离子的水样可不加)，充分摇匀使 Cl^-与 Hg^{++}完全络合(若掩蔽剂很快全被溶解，即 Cl^-的含量过高，需补加掩蔽剂，直至仍有掩蔽剂不溶为止)，5.00ml 消解液(注)，5.00ml 催化剂，摇匀。

b） 旋紧密封盖，依次将消解罐均匀的放入消解仪炉腔玻璃转盘周边，关好炉门。

c） 按“5.2.1、5.2.2”方法操作，对样品进行消解。

d） 消解完毕，打开炉门待其冷却后将消解罐从炉中取出，待罐内液体冷却至室温时(**如需速冷可竖放入冷水盆中**)，用滴定法或比色法测出 COD_{cr} 值。

6.1.3 滴定法

a） 将样液转移到 150mL 锥形瓶中，用 20mL 蒸馏水分三次冲洗消解罐及盖的内壁，冲洗液并入锥形瓶中，加入 2—3 滴试亚铁灵指示剂用硫酸亚铁铵标准溶液回滴(注)，溶液的颜色由黄色经蓝绿色至红褐色即为终点，记录硫酸亚铁铵标准溶液的用量，按下式计算出 COD_{cr} 值。

b） 计算方法：

$$COD_{cr}（mg/L）=\frac{(V_0-V_1)\times C\times 8\times 1000}{V_2}$$

式中：V_0——空白消耗硫酸亚铁铵标准溶液用量（mL）。

V_1——水样消耗硫酸亚铁铵标准溶液用量（mL）。

C——硫酸亚铁铵标准溶液浓度（mol/L）。

8——氧（1/2 O）摩尔质量（g/mol）。

V_2——水样体积（mL）。

6.1.4 比色法

a） 用移液管在每支消解罐中加入 5.00mL 蒸馏水，盖上密封盖，摇匀，待冷却。

b） 将已预热的分光光度计的波长调至 600nm，按要求调“100%”及“0.0”，符合要求后进行测试。

c） 将溶液移入 30mm 比色皿中(空白相同)，进行比色，记下吸光度。

d） 计算方法：

根据绘制的标准曲线，计算出斜率。

$$COD_{cr}=A\cdot F\cdot K$$

式中：A——为样品的吸光度。

F——为稀释倍数。

K——为曲线斜率倒数，即 A=1 时的 COD_{cr} 值。

e） 标准曲线的制备：分别吸取邻苯二甲酸氢钾标准溶液 5、10、20、40、60、80mL 于一系列 100mL 容量瓶中，加二次蒸馏水至刻度，摇匀。COD 值分别为 50、100、200、400、600、800、及原液为 1000mg/L 标准使用液。按测试步聚取样并进行消解，比色，绘制标准曲线，求出直线回归方程。

注：

消解液（$K_2Cr_2O_7$）浓度与硫酸亚铁铵（$(NH_4)_2Fe(SO_4)_2$）浓度需根据 COD_{cr} 浓度而定（**见表 3**）。

表 3　　COD_{cr}/ $K_2Cr_2O_7$/$(NH_4)_2Fe(SO_4)_2$ 对照表

COD_{cr} 浓度	$K_2Cr_2O_7$ 浓度	$(NH_4)_2Fe(SO_4)_2$ 浓度
≤50	0.0500mol/L	0.01 mol/L
50～1000	0.200 mol/L	0.05 mol/L
1000～2500	0.400 mol/L	0.10 mol/L

6.2　总磷（TP）

6.2.1　试剂的制备

a)　**硫酸(H_2SO_4)：**1+1

b)　**5%（m/V）过硫酸钾：**称 5g 过硫酸钾($K_2S_2O_8$)溶解于蒸馏水中，并稀释至 100ml。

c)　**10%抗坏血酸：**称 10g 抗坏血酸($C_6H_8O_6$)溶解于蒸馏水中，并稀释至 100ml。贮于棕色瓶中，如不变色可长时间使用。

d)　**钼酸盐溶液：**称 13g 钼酸铵［$(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O$］溶解于 100ml 蒸馏水中，称 0.35g 酒石酸锑钾［$KSbC_4H_4O_6\cdot 1/2H_2O$］溶解于 100ml 蒸馏水中，在不断搅拌下，将钼酸铵溶液徐徐加到 300ml(1+1)硫酸中，加酒石酸锑钾溶液并混合均匀。贮于棕色瓶中冷处保存，至少可稳定两个月。

e)　**浊度－色度补偿液：**混合两份体积的（1＋1）硫酸和一份体积的 10%（m/V）抗坏血酸溶液。此溶液使用配制。

f)　**磷标准溶液：**

①　**贮备液：**称取经 110℃烘干 2 小时的磷酸二氢钾 (KH_2PO_4) 0.2187g，用少量蒸馏水溶解后转移至 1000ml 容量瓶中，加 (1+1) 的硫酸 5ml，用蒸馏水稀释至标线。1.00ml 此标准溶液含 50.00μ g 磷。

②　**使用液：**将 10.00ml 磷标准贮备液转移至 250ml 容量瓶中，用蒸馏水稀释至标线并混匀。1.00ml 此标准溶液含 2.00μ g 磷。

6.2.2　测试步骤

a)　吸取 25ml 水样（空白相同）于消解罐中，(如样品中含磷浓度超过 0.6mg/L 时可酌情少取水样或稀释后再取样)。加 4ml 过硫酸钾。

b)　旋紧密封盖，依次将消解罐均匀的放入消解仪炉腔玻璃转盘周边，关好炉门。

c)　按“5.2.1、5.2.2”方法操作，对样品进行消解。

d)　消解完毕，打开炉门待其冷却后将消解罐从炉中取出，待罐内液体冷却至室温时（**如需速冷可竖放入冷水盆中**），将液体移至 50ml 比色管中，用少量蒸馏水冲洗消解罐及盖的内壁 2－3 次，冲洗液并入比色管中，稀释至刻度，摇匀。

e)　显色：向比色管中加入 1ml 抗坏血酸，混匀，30 秒后加 2ml 钼酸盐溶液充分混匀。

f)　测试：室温下放置 15 分钟后， 移取部分溶液至 30mm 的比色皿，在分光光度计波长 700nm 处，按比色操作调“100%”及“0.0”符合要求后，以浓度空白管作参比，测出吸光度，记下读数，从工作曲线上查得磷的含量。

g)　工作曲线的绘制：

取 7 支比色管，分别加入磷的标准使用液 0.00、0.50、1.00、3.00、5.00、10.0、15.0，加水至 15ml。然后按测试步聚进行测定，扣除空白试验的吸光度后，和对应磷的含量绘制工作曲线。

h） 计算方法

$$C = \frac{M}{V}$$

总磷含量以C(mg/L)表示，按下式计算。

式中： M ——　试样测得含磷量，μg。
V ——　测定用水样体积，ml。

注：

1．如试样带浊度或色度时，需配制一个空白试样(消解后用水稀释至50ml)然后向试样中加入3ml浊度—色度补偿液，但不加抗坏血酸溶液和钼酸盐溶液。然后从试样的吸光度中扣除空白试样的吸光度。

2．如显色时室温低于13℃时，可在20－30℃水浴中，显色15min。

6.3 总氮（TN）

6.3.1 试剂制备

a） **无氨水：**在每升蒸馏水中加入0.1ml浓硫酸，在全玻璃蒸馏器中重蒸馏，收集馏出液于玻璃容器中。

b） **碱性过硫酸钾：**称取40g过硫酸钾($K_2S_2O_8$)，15g氢氧化钠（NaOH），容于无氨水中，并稀释至1000ml。溶液存放在聚乙烯瓶内，可贮存一周。

c） **10%盐酸(HCl)**

d） **硝酸钾标准溶液：**

① **贮备液：**称取经105－110℃烘干3h的硝酸钾(KNO_3)0.7218g溶于无氨水中，移至1000ml容量瓶中，稀释至标线。1.00ml此标准溶液含100μg硝酸盐氮。如加入2ml三氯甲烷为保护剂，至少可稳定6个月。

② **使用液：**将贮备液用无氨水稀释10倍而得，1.00ml标准溶液含10μg硝酸盐氮。使用时配制。

6.3.2 测试步骤

a） 取调好PH值5－9的水样10ml(水样中含氮量超过4mg/L时可酌情少取水样或稀释后再取样)于消解罐中，加入5ml 碱性过硫酸钾溶液。

b） 旋紧密封盖，依次将消解罐均匀的放入消解仪炉腔玻璃转盘周边，关好炉门。

c） 按“5.2.1、5.2.2”方法操作，对样品进行消解。

d） 消解完毕，打开炉门待其冷却后将消解罐从炉中取出，待管内液体冷却至室温时（**如需速冷可竖放入冷水盆中**）加10%盐酸1ml用无氨水定溶至25ml。

e） 移取部分溶液至10mm石英比色皿中，按比色操作调分光光度计“100%”及“0.0”符合要求后，以无氨水作参比，分别在波长为220nm及275nm测定吸光度，记下读数，并计算出校正吸光度A，然后按A的值查校准曲线并计算总氮(以NO_3－N计)含量。

$$A=A_{220}-2A_{275}$$

f） 校准曲线的绘制

取 7 支比色管，分别加入硝酸盐氮标准使用液 0.00、0.10、0.50、1.00、2.50、5.00、10.00ml，加无氨水稀释至 10.00ml。按以上步聚进行测定，测出吸光度后，分别按下式求出除零浓度外其他校准系列的校正吸光度 As 和零浓度的校正吸光度 Ab 及其差值 Ar

$As=As_{220}-2As_{275}$

$Ab=Ab_{220}-2Ab_{275}$

$Ar=As-Ab$

式中：As_{220} —— 标准溶液在 220nm 波长的吸光度。

As_{275} —— 标准溶液在 275nm 波长的吸光度。

Ab_{220} —— 零浓度(空白) 标准溶液在 220nm 波长的吸光度。

Ab_{275} —— 零浓度(空白) 标准溶液在 275nm 波长的吸光度。

按 Ar 值与相应的 NO_3－N 含量(μ g)绘制校准曲线。

g) 计算方法：

总氮含量以 C(mg/L)表示，按下式计算。

$$C = \frac{M}{V}$$

式中： M —— 试样测出含氮量，μ g。

V —— 测定用试样体积，ml。

7 故障分析与排除

简单故障分析与排除（见表 4）

表 4 简单故障分析处理

故障现象	原因分析	排除方法	备注
消解仪无显示	电源未接通	检查电源插头	
消解仪不工作	① 门未关好 ② 未能正确设定 ③ 未按“启动”键 ④ 腔内过热	① 把门关好 ② 重新设定 ③ 按“启动”键 ④ 待冷却并检查是否有物品覆盖消解仪	
开机后转盘不能转动	转盘未套在驱动轴上	重新装好转盘和转轮	
消解仪转盘旋转时有噪音	转轮及炉底滚道太脏	清洗转轮及滚道	
炉内照明灯不亮	① 接触不好 ② 灯泡断丝	① 检查灯泡接触情况 ② 更换灯泡	灯泡型号应相同

注：如不属以上故障或以上故障无法排除，请与我公司或各地维修点联系。

8 保养和维护

8.1 断电维护

清洁、保养或维护消解仪时，应将电源插头拔离插座，以免触电。

8.2 炉腔清洁

应经常保持炉腔清洁，以达到最佳的样品消解效果，如炉腔内有溅出物，可用软布擦干；如太脏，请用软性洗涤剂擦试。

8.3 炉门保养

炉门四周凝聚有水滴是正常现象，可用软布擦净，应经常保持门封干净，定期查看门锁钩是否干净完好。

8.4 炉体表面清洁

请用软性洗涤剂和温水清洗，再用软布擦净。勿让水滴渗入炉缝或通风气道，控制面板仅可用湿软布擦净，不宜用清洁剂等水溶液清洗。

9 验收及贮存

9.1 验收

a) 开箱后应拿出使用说明书按“附件清单”查对所有附件是否齐全，规格是否相符；

b) 参照使用说明书进行验收运行（炉内放一杯 250ml 清水看是否升温）。

9.2 贮存

消解仪开箱前或开箱后长期不用时，应贮存在下述条件下：

a) 环境温度：0～40℃；

b) 相对湿度：≤80%RH；

c) 大气压力范围：86kPa～106kPa。

10 附件清单（见表 5）

表 5 附件清单

名　　称	数量	名　　称	数量
1、使用说明书	1 本	4、转环组件	1 套
2、产品保修单	1 份	5、玻璃转盘（注②）	1 个
3、消解罐（注①）	6 个	6、主机	1 台

注： ①本消解仪消解罐标准配置为六个，如另有需要可向我公司购买。

②不能使用代替品或其它规格玻璃转盘。

温馨提示：

1、微波闭式消解仪是精密的科研仪器，在工作时炉内通过微波将产生高温、高压，禁止长时间连续使用，以便延长仪器的使用寿命及提高操作者的安全性！

2、本说明书提供的测试方法不是唯一的方法，使用者可根据实际情况或其他可行性方案测试 COD、TN 及 TP 值。

3、消解罐属耗材，因材质特性，发现罐身异样，应停止使用，另购新罐，确保安全！

特别声明：

1、依有关条例，本产品自购买之日起凡非用户人为引起之故障一律保修一年。

2、本厂保留对产品的设计更改权，产品以后如有设计更改，恕不另行通知。

3、本使用说明书涵盖技术说明书内容。

4、本使用说明书于二〇二二年十二月修订出版。

韶关市广智科技设备有限公司

保　修　单

购机单位 _____ 购机日期 _____

产品名称 微波闭式消解仪 型号规格 GZ-WXJ-III

产品编号 GZW 出厂日期 _____

售机单位 _____

说明

承蒙选购我司产品，谨此致谢！您所选购的产品享有一年内免费保修的权益，超过保修期，我们同样热情为您服务，但需酌情收取材料费。

免费保修条例：

1、 您购买产品时，请售机单位开具正规票据，且保存好。

2、 在一年内，按使用说明书使用时出现故障，我司给予免费维修。

3、 委托维修服务单位维修时，请出具保修单及发票。

4、 在保修期内，如遇下列情况需酌情收取材料费：

①未按说明书使用、造成损坏或故障的；

②用户自行拆机修理、造成损坏或故障的；

③没有保修单及发票的；

④其他人为造成损坏或故障的；

韶关市广智科技设备有限公司

产品合格证

产品名称	微波闭式消解仪
型号	GZ-WXJ-III
产品编号	GZW
生产日期	

本仪器，经检验符合出厂标准，准予出厂。

检验员 02

韶关市广智科技设备有限公司

韶关市广智科技设备有限公司

广东省韶关市浈江区莲花大道北曲仁园旁