Độ cứng

DOC316.32.01044

Chlorophosphonazo Colorimetric Method

Phương pháp 8374

8 đến 1000 µg/L Ca và Mg tính theo $CaCO_3$ (ULR)

Gói dung dịch thử

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho nước nồi hơi và nước siêu tinh khiết.

Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin thiết bị cụ thể

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình cho xét nghiệm này. Bảng cũng cho biết yêu cầu về ống mẫu và bộ chuyển đổi.

Để sử dụng bảng, hãy chọn thiết bị và đọc ngang để tìm thông tin tương ứng cho xét nghiệm này.

Bảng 1 Thông tin thiết bị cụ thể

Thiết bị	Bộ chuyển đổi	Ống mẫu
DR 6000	LZV902.99.00020	2410212 
DR 5000	A23618	
DR 3900, DR 3800	—	
DR 2800	LZV585 (B)	
DR 1900	—	

Trước khi bắt đầu

Để có kết quả kiểm tra magie chính xác nhất, hãy giữ nhiệt độ mẫu trong khoảng từ 21–29 °C (70–84 °F).

Phép thử này đánh giá lượng nhiễm canxi hoặc magie trong ống mẫu. Để kiểm tra độ sạch, hãy thực hiện nhiều lần cho đến khi kết quả ổn định. Nên sử dụng riêng biệt các ống mẫu cho phân tích này.

Nếu kết quả kiểm tra vượt quá 750 µg/L, hãy pha loãng mẫu theo tỉ lệ 1:1 để đảm bảo độ chính xác. Sử dụng nước siêu tinh khiết (không chứa aldehyde) cho việc pha loãng. Phân tích lại trên mẫu đã pha loãng và nhân đôi kết quả thu được.

Chỉ sử dụng "Dạng thay thế" ("Chemical Forms" trên một số thiết bị) khi mẫu chắc chắn chỉ chứa Mg hoặc Ca. Phương pháp này không phân biệt được giữa hai dạng này.

Có thể thay thế gói dung dịch bằng 1 mL dung dịch chlorophosphonazo. Sử dụng bình định lượng để thêm hóa chất vào mẫu.

Khi đo trong điều kiện ánh sáng mạnh (ví dụ: ánh nắng trực tiếp), hãy đóng ngăn đựng ống mẫu bằng nắp bảo vệ nếu có.

Độ cứng tổng (mg/L) được tính bằng mg/L Ca dưới dạng $CaCO_3$ cộng với mg/L Mg dưới dạng $CaCO_3$.

Hãy xem lại Bảng Dữ liệu An toàn Hóa chất (MSDS/SDS) của các hóa chất sử dụng. Luôn trang bị đầy đủ thiết bị bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.

Xử lý dung dịch đã phản ứng theo quy định của địa phương, bang và liên bang. Tham khảo Bảng Dữ liệu An toàn Hóa chất để biết thông tin về xử lý hóa chất chưa sử dụng. Liên hệ với bộ phận môi trường, an toàn và sức khỏe của đơn vị hoặc cơ quan chức năng địa phương để được hướng dẫn thêm về việc xử lý.

Các vật dụng cần chuẩn bị

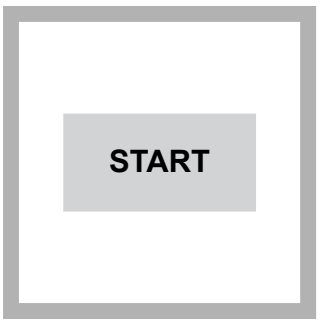
Mô tả	Số lượng
Bộ thuốc thử độ cứng ULR	1
Kéo (bấm) để mở gói dung dịch	1
Ống nghiệm mẫu (Để biết thêm thông tin về ống nghiệm, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy xem Thông tin chi tiết về thiết bị ở trang 1.)	1

Tham khảo Vật tư tiêu hao và phụ kiện thay thế ở trang 5 để biết thông tin đặt hàng.

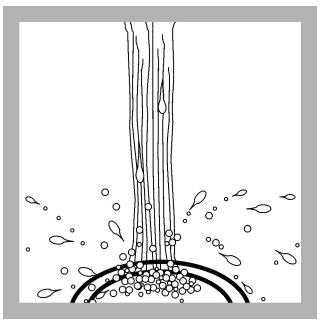
Thu thập mẫu

- Lấy mẫu vào chai nhựa sạch có nắp vặn kín. Tránh dùng chai thủy tinh vì có thể làm nhiễm bẩn mẫu.
- Tráng chai lấy mẫu vài lần bằng chính mẫu nước cần thu.
- Đóng kín chai để ngăn ngừa nhiễm bẩn trong quá trình vận chuyển.
- Tiến hành phân tích mẫu càng sớm càng tốt để đảm bảo kết quả chính xác.

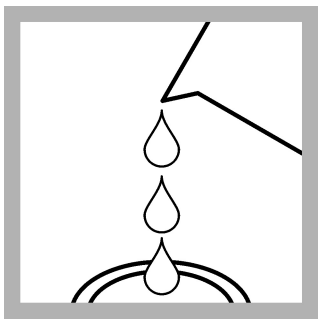
Quy trình kiểm tra



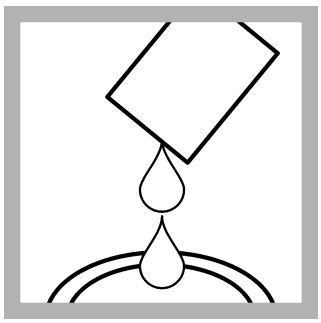
1. Khởi động chương trình **228 Độ cứng tổng ULR**. Để biết thêm thông tin về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy xem Thông tin thiết bị cụ thể trang 1.



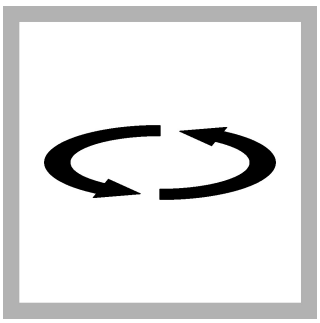
2. Làm sạch ống mẫu nhựa và nắp ba lần bằng nước thử. Đảm bảo mặt dưới của nắp không tiếp xúc bề mặt có thể gây nhiễm bẩn.



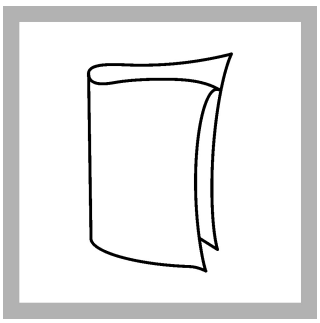
3. Đổ mẫu vào ống nhựa đến vạch 25 mL.



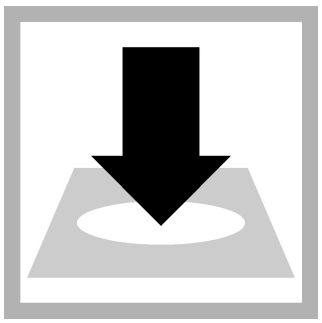
4. Thêm toàn bộ gói dung dịch Chlorophosphonazo vào ống mẫu. Lượng dung dịch còn sót lại trong gói nhỏ không ảnh hưởng đến kết quả.



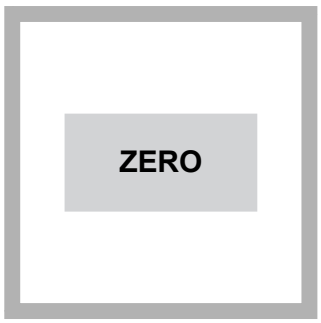
5. Đậy kín ống mẫu và lắc nhẹ để hòa tan.



6. Làm sạch ống nghiệm mẫu đã chuẩn bị.



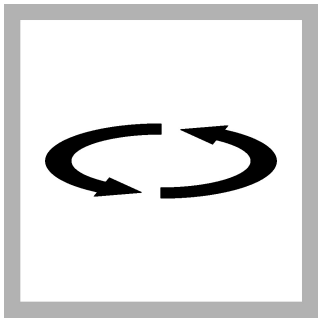
7. Đặt mẫu đã chuẩn bị vào giá đỡ.



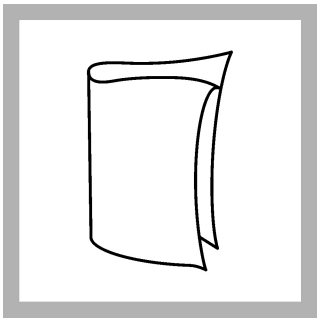
8. Nhấn **ZERO**. Màn hình sẽ hiển thị 0 µg/L $CaCO_3$.



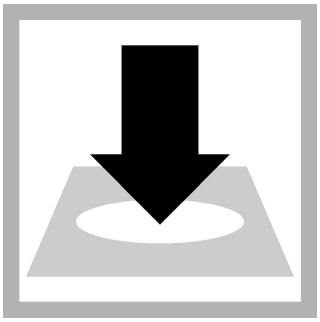
9. Lấy ống nghiệm mẫu ra khỏi giá. Nhỏ 2 giọt thuốc thử CDTA dành cho xác định độ cứng siêu thấp. Hoàn thành các bước tiếp theo trong vòng 1–2 phút.



10. Đậy ống nghiệm mẫu lại. Lắc nhẹ để hòa tan đều.



11. Vệ sinh ống nghiệm mẫu đã chuẩn bị.



12. Đặt ống nghiệm mẫu đã chuẩn bị vào giá.



13. Nhấn **READ**. Kết quả hiển thị theo đơn vị µg/L $CaCO_3$.

Nhiễu

Bảng 2 trình bày kết quả nghiên cứu nhiễu sử dụng các dung dịch chuẩn độ cứng khác nhau từ 0 đến 500 µg/L dưới dạng $CaCO_3$. Nhiều loại cation và anion được thêm vào các dung dịch chuẩn này ở nồng độ phù hợp với các ứng dụng nước siêu tinh khiết. Một ion được xem là gây nhiễu nếu nồng độ độ cứng đo được thay đổi ±10%.

Bảng 2 Các chất gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Nhôm	Gây nhiễu âm khi vượt quá 150 µg/L
Amoni	Không gây nhiễu ở mức 1000 µg/L trở xuống
Đồng	Gây nhiễu dương khi vượt quá 250 µg/L
Formaldehyde	Không gây nhiễu ở mức 47.000 µg/L hoặc thấp hơn
Nitrate	Gây nhiễu dương khi vượt quá 250 µg/L
Kali	Không gây nhiễu ở mức 1000 µg/L trở xuống
Silic	Gây nhiễu dương khi vượt quá 1000 µg/L
Natri	Gây nhiễu âm khi vượt quá 79.000 µg/L

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm chuẩn (mẫu tăng chuẩn)

Sử dụng phương pháp thêm chuẩn (cho các thiết bị phù hợp) để xác nhận quy trình thử, thuốc thử và thiết bị, đồng thời xác định có yếu tố gây nhiễu trong mẫu hay không.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn Canxi Clorua 50.000-µg/L (50-mg/L) tính theo CaCO3
- Bình định mức nhựa 50 mL
- Ống hút chia vạch 20 mL loại A và bóng hút an toàn
- Ống micropipet TenSette®, dải 0,1–1,0 mL và đầu tip
- Nước siêu tinh khiết

1. Chuẩn bị dung dịch chuẩn độ cứng 20.000-µg/L (20-mg/L) như sau:
   a. Dùng pipet thêm 20 mL dung dịch chuẩn độ cứng 50 mg/L vào bình định mức nhựa 50 mL.
   b. Bổ sung nước siêu tinh khiết đến vạch định mức. Lắc đều. Chuẩn bị dung dịch này mỗi ngày.
2. Tiến hành đo nồng độ mẫu theo quy trình thử nghiệm, sau đó giữ mẫu (không bồi chuẩn) trong thiết bị.
3. Vào mục Thêm Chuẩn trên menu thiết bị.
4. Chọn giá trị cho nồng độ chuẩn, thể tích mẫu và thể tích bồi chuẩn.
5. Chuẩn bị ba mẫu bồi chuẩn: dùng micropipet TenSette thêm lần lượt 0,1 mL, 0,2 mL và 0,3 mL dung dịch chuẩn đã chuẩn bị vào ba phần mẫu tươi, mỗi phần 25 mL. Trộn đều.
6. Tiến hành đo nồng độ từng mẫu bồi chuẩn theo quy trình thử nghiệm. Bắt đầu với mẫu có lượng bồi chuẩn nhỏ nhất và đo lần lượt từng mẫu trên thiết bị.
7. Chọn **Biểu đồ** để so sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế.

Lưu ý: *Nếu kết quả thực tế khác biệt nhiều so với kết quả mong đợi, hãy kiểm tra lại việc đo thể tích mẫu và lượng bồi chuẩn có chính xác không. Các giá trị này cần đúng với lựa chọn trên menu thêm chuẩn. Nếu kết quả nằm ngoài giới hạn cho phép, mẫu có thể bị ảnh hưởng bởi yếu tố gây nhiễu.*

Phương pháp dung dịch chuẩn

Sử dụng phương pháp dung dịch chuẩn để xác thực quy trình thử nghiệm, hoá chất và thiết bị.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn Canxi Clorua 0,50-mg/L (500 µg/L) tính theo CaCO3

1. Thực hiện quy trình thử nghiệm để đo nồng độ dung dịch chuẩn.
2. So sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế.

Lưu ý: *Có thể tinh chỉnh nhẹ việc hiệu chuẩn tại nhà máy bằng tùy chọn điều chỉnh tiêu chuẩn để thiết bị hiển thị đúng giá trị tiêu chuẩn mong muốn. Sau khi hiệu chỉnh, giá trị này sẽ áp dụng cho tất cả kết quả kiểm tra. Việc điều chỉnh này giúp nâng cao độ chính xác của phép thử khi có những biến động nhỏ về hóa chất hoặc thiết bị.*

Hiệu quả của phương pháp

Dữ liệu về hiệu quả phương pháp dưới đây được lấy từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm với điều kiện lý tưởng và đo bằng máy quang phổ. Kết quả thực tế có thể khác nhau tùy thuộc vào điều kiện kiểm tra của người dùng.

Chương trình	Tiêu chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Sự thay đổi nồng độ cho mỗi 0,010 thay đổi Abs
228	500 µg/L $CaCO_3$	478–522 µg/L $CaCO_3$	8 µg/L $CaCO_3$

Tóm tắt phương pháp

Canxi và magie tác dụng tương đương với chỉ thị Chlorophosphonazo III tạo thành phức chất có màu hấp thụ mạnh ánh sáng ở bước sóng 669 nm. Một giọt thuốc thử CDTA sẽ phá vỡ phức này. Độ giảm màu tỷ lệ thuận với lượng canxi và magie trong mẫu (tính theo $CaCO_3$). Bước sóng đo là 669 nm.

Vật tư tiêu hao và linh kiện thay thế

Hóa chất cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bộ thuốc thử độ cứng (ULR), gói dung dịch (100 lần thử), bao gồm:	—	cái	2603100
Gói dung dịch chỉ thị Chlorophosphonazo	1	100 cái/gói	2589599
Dung dịch CDTA	2 giọt	30 mL SCDB	2589723
Ô đựng mẫu, vuông 1 inch bằng nhựa polystyrene, dung tích 25 mL có nắp	1	2 chiếc/gói	2410222
HOẶC			
Bộ thuốc thử Độ cứng (ULR), dung dịch số lượng lớn (500 thử nghiệm), bao gồm:		cái	2603101
Dung dịch chỉ thị Chlorophosphonazo	1 mL	500 mL	2589549
Dung dịch CDTA	2 giọt	30 mL SCDB	2589723
Ô đựng mẫu, vuông 1 inch bằng nhựa polystyrene, dung tích 25 mL có nắp	1	2 chiếc/gói	2410222

Thiết bị cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Kéo cắt (kéo bấm), dùng để mở gói nhựa, chất liệu inox	1	cái	2369400

Tiêu chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch chuẩn Canxi Clorua, 500 µg/L tính theo $CaCO_3$	946 mL	2058016
Dung dịch chuẩn Canxi Clorua, 50 mg/L dưới dạng $CaCO_3$	946 mL	2127716

Thuốc thử và dụng cụ tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bình định mức, 50 mL, chất liệu polypropylene	cái	1406041
Pipet TenSette, thể tích 0.1–1.0 mL	cái	1970001
Đầu pipet dùng cho Pipet TenSette, 0.1–1.0 mL	50 cái/gói	2185696
Pipet định mức loại A, 20 mL	cái	1451520
Bóng bơm an toàn cho pipet	cái	1465100

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

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 2007, 2010, 2012, 2014, 2017. All rights reserved.

03/2019, Edition 10