Floua (Florua)

DOC316.32.01041

USEPA SPADNS Method[1] **Method 8029**

0,02 đến 2,00 mg/L F^- **Dung dịch thuốc thử hoặc Ống AccuVac®**

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho nước, nước thải và nước biển; được USEPA chấp nhận để báo cáo kết quả phân tích nước uống và nước thải (yêu cầu chưng cất).[2]

1 Chuyển thể từ Phương pháp Chuẩn để kiểm tra Nước và Nước thải, 4500-F B & D.

2 Quy trình này tương đương với phương pháp 340.1 của USEPA dùng cho nước uống và nước thải. Thiết bị DR900 sử dụng bước sóng thay thế, không nằm trong dải 550–580 nm đã được chấp nhận. Các thuốc thử sử dụng giống với phương pháp được USEPA thông qua.

Chuẩn tra thử nghiệm

Thông tin chi tiết theo thiết bị

Bảng 1 hiển thị yêu cầu về cuvet và hướng đặt mẫu cho các phép thử bổ sung thuốc thử, ví dụ như dạng bột gói hoặc thuốc thử khối lượng lớn. Bảng 2 cung cấp thông tin về cuvet và bộ chuyển đổi dùng cho thử nghiệm với ống AccuVac. Các bảng này cũng liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình cho phép thử này.

Để tra cứu thông tin, hãy chọn thiết bị trong bảng rồi xem các cột tương ứng để lấy dữ liệu cần thiết cho phép thử này.

Bảng 1 Thông tin thiết bị chuyên biệt cho thao tác thêm thuốc thử

Thiết bị	Vị trí đặt ống mẫu	Ống nghiệm
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Dòng chia vạch hướng sang phải.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Dòng chia vạch hướng về phía người sử dụng.	
DR 900	Dòng chia vạch hướng về phía người sử dụng.	2401906 

Bảng 2 Thông tin thiết bị phù hợp cho ống AccuVac Ampuls

Thiết bị	Bộ chuyển đổi
DR 6000 DR 5000 DR 900	—
DR 3900	LZV846 (A)
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)
DR 1900	9609900 hoặc 9609800 (C)

Trước khi bắt đầu

Gắn nắp dụng cụ vào giá đỡ tế bào DR 900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ.
Mẫu thử và nước đã khử ion cần có cùng nhiệt độ (±1 °C). Có thể điều chỉnh nhiệt độ trước hoặc sau khi thêm hóa chất.
Đảm bảo tế bào mẫu sạch và khô trước khi tiến hành kiểm tra.
Đo thể tích hóa chất thật chính xác. Nếu có thể, hãy dùng pipet định lượng hoặc pipet có độ chính xác cao.
Hóa chất sử dụng trong kiểm tra này có tính ăn mòn và độc hại. Hãy dùng bảo hộ mắt và da, đồng thời chuẩn bị xả tràn bất kỳ hóa chất nào bằng nước chảy.
Hóa chất SPADNS chứa natri arsenit. Dung dịch đã phản ứng cần được xử lý theo quy định của địa phương, tiểu bang và liên bang.
Sự khác biệt nhỏ giữa các lô hóa chất sẽ nhận thấy được khi nồng độ vượt 1,5 mg/L. Kết quả trên 1,5 mg/L có thể sử dụng cho hầu hết các mục đích, nhưng để có độ chính xác cao nhất, hãy pha loãng mẫu về nồng độ thấp hơn.
Không sử dụng Pour-Thru Cell hoặc mô-đun sipper (nếu áp dụng cho dụng cụ) với kiểm tra này.
Xem lại Bảng Dữ Liệu An Toàn (MSDS/SDS) của các hóa chất sử dụng. Hãy dùng thiết bị bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.
Xử lý dung dịch đã phản ứng theo quy định của địa phương, tiểu bang và liên bang. Tham khảo Bảng Dữ Liệu An Toàn để biết thông tin xử lý hóa chất chưa sử dụng. Tham khảo đội ngũ môi trường, sức khỏe và an toàn của cơ sở hoặc cơ quan quản lý địa phương để biết thêm thông tin xử lý.

Các vật dụng cần chuẩn bị

Dung dịch thuốc thử

Mô tả	Số lượng
Dung dịch thuốc thử SPADNS	4 mL
Nước khử ion	10 mL
Dụng cụ hút mẫu định mức, 2 mL	1
Dụng cụ hút mẫu định mức, 10 mL	1
Bóng cao su cho dụng cụ hút mẫu	1
Ống mẫu (Để biết thêm về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, xem Thông tin cụ thể về thiết bị trang 1.)	2
Nhiệt kế, –10 đến 110 °C	1

Xem thông tin về vật tư tiêu hao và sản phẩm thay thế trang 6 để biết cách đặt hàng.

Ống Ampul AccuVac

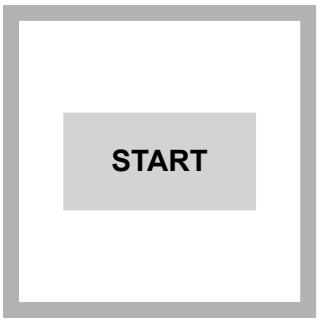
Mô tả	Số lượng
Ống Ampul AccuVac chứa thuốc thử Fluoride SPADNS®	2
Nước khử ion	40 mL
Cốc đong, 50 mL	1
Nút đậy cho ống 18 mm và ống Ampul AccuVac	2

Xem thông tin về vật tư tiêu hao và sản phẩm thay thế trang 6 để biết cách đặt hàng.

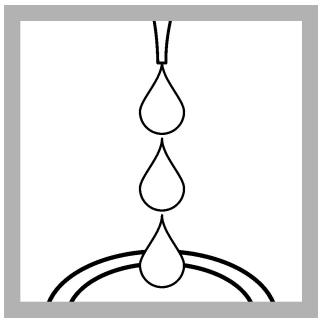
Thu thập và bảo quản mẫu

- Lấy mẫu vào chai thủy tinh hoặc nhựa sạch.
- Có thể bảo quản mẫu tối đa 28 ngày.
- Để mẫu đạt nhiệt độ phòng trước khi phân tích.

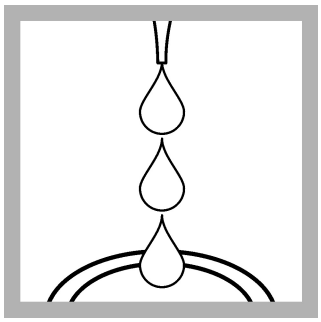
Phương pháp dung dịch thuốc thử SPADNS



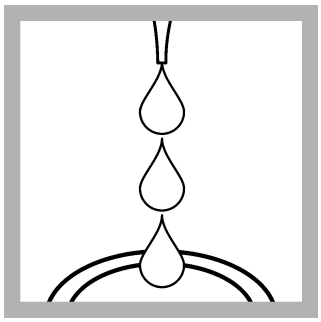
1. Khởi động chương trình **190 Fluoride**. Để biết thêm thông tin về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy xem Thông tin cụ thể về thiết bị ở trang 1.



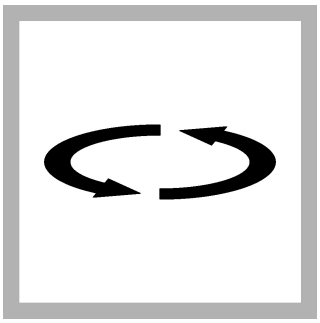
2. Chuẩn bị mẫu trắng: Dùng pipet lấy 10,0 mL nước đã khử ion cho vào ống mẫu.



3. Chuẩn bị mẫu thử: Dùng pipet lấy 10,0 mL mẫu cho vào ống mẫu.



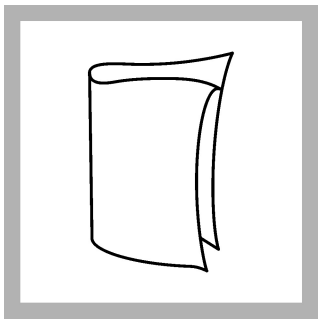
4. Dùng pipet lấy 2,0 mL dung dịch thuốc thử SPADNS cho vào mỗi ống mẫu.



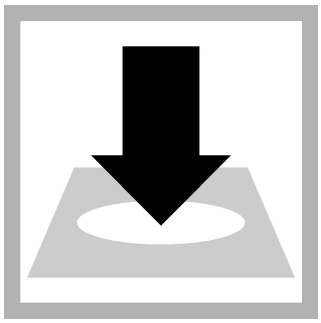
5. Khuấy nhẹ để hòa tan đều.



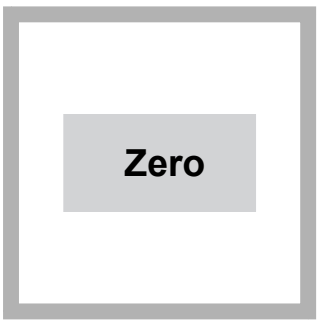
6. Bật đồng hồ bấm giờ của thiết bị. Thời gian phản ứng bắt đầu và kéo dài 1 phút.



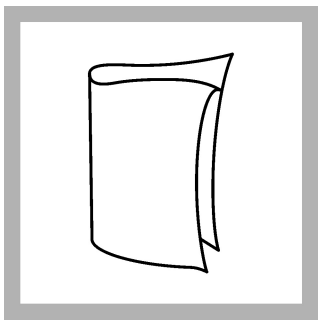
7. Khi hết thời gian, làm sạch ống mẫu trắng.



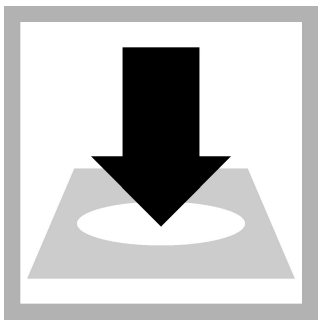
8. Đặt ống mẫu trắng vào khay giữ mẫu.



9. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị 0,00 mg/L F^-.



10. Làm sạch ống mẫu đã chuẩn bị.

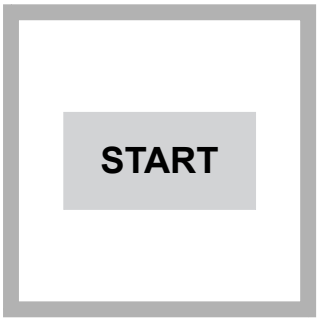


11. Đặt mẫu đã chuẩn bị vào giá đỡ ống mẫu.

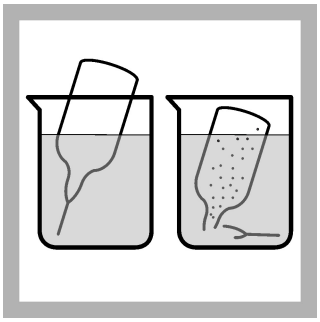


12. Nhấn **READ**. Kết quả hiện thị dưới dạng mg/L F^-.

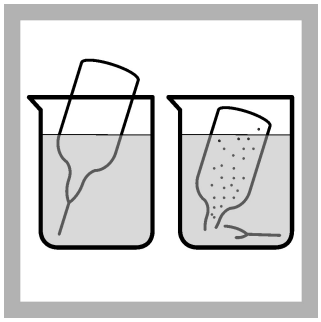
Quy trình sử dụng Ampul AccuVac



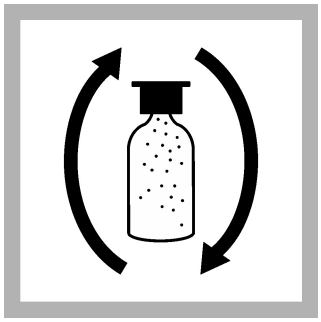
1. Khởi động chương trình **195 Fluoride AV**. Để biết thêm về các ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy xem Thông tin chi tiết về thiết bị ở trang 1.



2. Chuẩn bị mẫu trắng: Rót ít nhất 40 mL nước đã khử ion vào cốc 50-mL. Lấy một ampul AccuVac chứa thuốc thử Fluoride SPADNS và đổ nước đã khử ion vào ampul đó. Giữ đầu ampul ngập trong nước cho đến khi ampul đầy hoàn toàn.



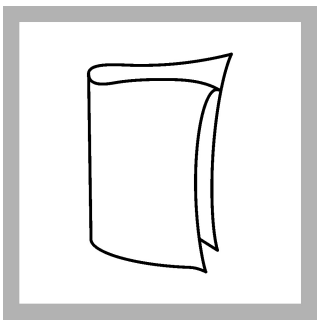
3. Chuẩn bị mẫu: Lấy ít nhất 40 mL mẫu vào cốc 50 mL. Đổ mẫu vào ống AccuVac chứa thuốc thử SPADNS Fluoride thứ hai. Giữ đầu ống ngập trong mẫu cho đến khi ống đầy hoàn toàn.



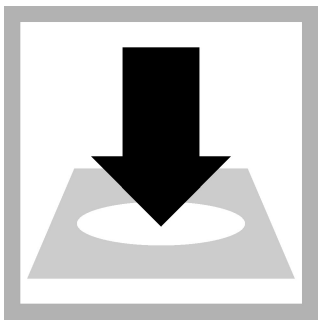
4. Nhanh chóng lắc đảo ngược các ống AccuVac vài lần để trộn đều.



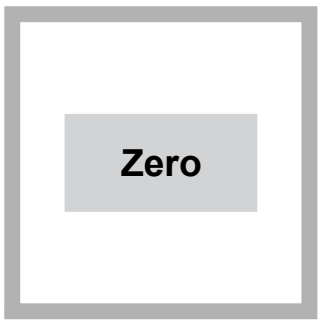
5. Bắt đầu hẹn giờ trên thiết bị. Thời gian phản ứng 1 phút sẽ bắt đầu.



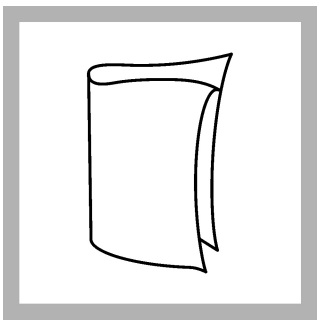
6. Khi đồng hồ bấm giờ kết thúc, hãy làm sạch ống Ampul trắng AccuVac.



7. Đặt ống Ampul trắng AccuVac vào giá đỡ.



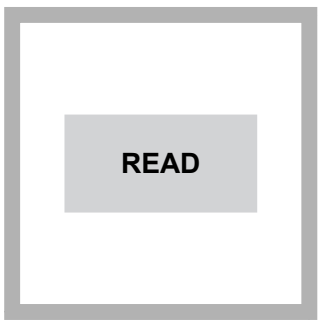
8. Nhấn **ZERO**. Màn hình sẽ hiển thị 0,00 mg/L F^-.



9. Vệ sinh Ampul AccuVac.



10. Đặt ống AccuVac đã chuẩn bị vào khay giữ mẫu.



11. Nhấn **READ**. Kết quả được hiển thị theo mg/L F^-.

Nhiễu

Thử nghiệm này rất nhạy với lượng tạp chất nhỏ. Dụng cụ thủy tinh cần được làm sạch kỹ càng (rửa bằng axit trước mỗi lần sử dụng). Hãy lặp lại phép thử với cùng dụng cụ để đảm bảo kết quả chính xác.

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Kiềm (tính theo CaCO3)	Ở mức 5000 mg/L sẽ gây sai số –0,1 mg/L F^-.
Nhôm	Ở mức 0,1 mg/L sẽ gây sai số –0,1 mg/L F^-. Để kiểm tra có nhiễu từ nhôm hay không, đo nồng độ sau 1 phút khi thêm thuốc thử, rồi đo lại sau 15 phút. Nếu nồng độ tăng đáng kể, có thể do nhôm gây nhiễu. Để loại bỏ ảnh hưởng của nhôm đến 3,0 mg/L, chờ 2 giờ rồi đọc kết quả cuối cùng.
Clorua	Ở mức 7000 mg/L sẽ gây sai số +0,1 mg/L F^-.
Clor	Thuốc thử SPADNS chứa đủ asenit để loại bỏ tối đa 5 mg/L clor. Nếu nồng độ clor cao hơn, thêm một giọt dung dịch Natri Asenit 5,0 g/L vào 25 mL mẫu để loại bỏ mỗi 2 mg/L clor dư.
Sắt hóa trị ba	Ở nồng độ 10 mg/L sẽ gây sai số –0,1 mg/L F^-.
Phốt phát (dạng ortho)	Ở mức 16 mg/L, gây ra lỗi +0,1 mg/L F^-.
Natri hexametaphosphate	Ở mức 1,0 mg/L, gây ra lỗi +0,1 mg/L F^-.
Sulfat	Ở mức 200 mg/L, gây ra lỗi +0,1 mg/L F^-.

Chưng cất

Để loại bỏ hầu hết các tác nhân gây nhiễu, hãy chưng cất mẫu, sau đó dùng mẫu đã chưng cất trong quy trình kiểm tra.

Yêu cầu trước—chuẩn bị dung dịch chưng cất:

1. Đong 60 mL nước khử ion vào bình Erlenmeyer thủy tinh 250 mL.
2. Vừa khuấy đều vừa thêm 120 mL axit sulfuric đậm đặc.

Lưu ý: Hỗn hợp sẽ trở nên rất nóng. Đặt bình vào bồn đá để giúp hạ nhiệt độ dung dịch.

Quy trình chưng cất:

1. Lắp đặt bộ dụng cụ chưng cất để sử dụng chung. Tham khảo hướng dẫn lắp ráp bộ chưng cất để thực hiện đúng cách.
2. Lắp đặt bình Erlenmeyer 125 mL để thu nhận phần chưng cất.
3. Mở nước và điều chỉnh để đảm bảo dòng chảy đều qua bộ ngưng tụ.
4. Dùng ống đong 100 mL để thêm 100 mL mẫu vào bình chưng cất.
5. Thêm một thanh khuấy từ và 5 viên bi thủy tinh vào bình.
6. Bật nguồn khuấy. Điều chỉnh tốc độ khuấy đến mức 5.
7. Dùng ống đong 250 mL để từ từ thêm 150 mL dung dịch chưng cất vào bình.
   Lưu ý: *Đối với mẫu có hàm lượng chloride cao, hãy bổ sung 5 mg sulfate bạc cho mỗi mg/L chloride trong mẫu.*
8. Khi đã đặt nhiệt kế vào bình, chỉnh nhiệt độ lên mức 10. Đèn báo vàng sẽ sáng khi máy nhiệt đang hoạt động.
9. Khi nhiệt độ đạt 180 °C (356 °F) hoặc khi đã thu được 100 mL dung dịch chưng cất, tắt máy chưng cất (thời gian khoảng 1 giờ).
10. Pha loãng dung dịch chưng cất đến 100 mL nếu cần thiết. Dùng dung dịch đã pha loãng để thực hiện kiểm tra.

Phòng ngừa ô nhiễm và quản lý chất thải

Các mẫu đã phản ứng chứa natri arsenit và phải xử lý như chất thải nguy hại. Hãy xử lý dung dịch đã phản ứng theo đúng quy định của địa phương, tiểu bang và liên bang.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp dung dịch chuẩn

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

Danh mục cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn nằm trong khoảng kiểm tra
  1. Thực hiện quy trình thử nghiệm để xác định nồng độ của dung dịch chuẩn.
  2. So sánh kết quả thu được với giá trị mong đợi.

  Lưu ý: *Có thể hiệu chỉnh lại máy bằng tùy chọn điều chỉnh chuẩn để thiết bị cho kết quả mong muốn với dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn đã điều chỉnh này sẽ được áp dụng cho tất cả các kết quả thử nghiệm. Việc điều chỉnh này giúp tăng độ chính xác khi hóa chất hoặc thiết bị có sai số nhỏ.*

Hiệu suất phương pháp

Các số liệu về hiệu suất phương pháp dưới đây được lấy từ các thí nghiệm trong điều kiện lý tưởng trên máy quang phổ. Kết quả thực tế có thể thay đổi tùy theo điều kiện thử nghiệm.

Chương trình	Chuẩn	Độ chính xác (Khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Sự thay đổi nồng độ mỗi khi độ hấp thụ thay đổi 0,010
190	1,00 mg/L F^-	0,97–1,03 mg/L F^-	0,024 mg/L F^-
195	1,00 mg/L F^-	0,92–1,08 mg/L F^-	0,03 mg/L F^-

Tóm tắt phương pháp

Phương pháp SPADNS xác định hàm lượng fluoride dựa trên phản ứng giữa fluoride và dung dịch thuốc nhuộm zirconium màu đỏ. Ion fluoride sẽ kết hợp với một phần zirconium tạo thành phức không màu, làm nhạt màu đỏ tỉ lệ thuận với nồng độ fluoride. Phương pháp này được Cơ quan Bảo vệ Môi trường Hoa Kỳ (EPA) chấp nhận để báo cáo NPDES và NPDWR khi mẫu đã được chưng cất. Mẫu nước biển và nước thải cần được chưng cất trước khi đo. Bước sóng đo là 580 nm đối với quang phổ kế hoặc 610 nm với máy đo màu.

Vật tư tiêu hao và vật tư thay thế

Hóa chất cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã hàng
Dung dịch thuốc thử SPADNS	4 mL	500 mL	44449
HOẶC			
Ống thuốc thử SPADNS Fluoride Reagent AccuVac®	2	25 ống/bao	2506025
Nước cất khử ion	đa dạng	4 L	27256

Thiết bị cần thiết (dung dịch)

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã hàng
Bóng bảo vệ pipet, dùng để hút mẫu	1	cái	1465100
Pipet định mức, loại A, 2,00 mL	1	cái	1451536
Pipet định mức, loại A, 10,0 mL	1	cái	1451538
Ô đựng mẫu, vuông 10 mL, cặp ghép	2	2 ô/cặp	2495402
Nhiệt kế, –10 °C đến 110 °C	1	cái	187701

Dụng cụ cần thiết (AccuVac)

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã hàng
Cốc thủy tinh, 50 mL	1	cái	50041H
Ống nghiệm tròn, 10 mL, 25 mm x 54 mm	1	cái	2122800
Ống nghiệm tròn, 10 mL, 25 mm x 60 mm	1	6 ống/hộp	2427606

Tiêu chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã hàng
Dung dịch tiêu chuẩn fluoride, 0.2 mg/L F^-	500 mL	40502
Dung dịch tiêu chuẩn fluoride, 0.5 mg/L F^-	500 mL	40505
Dung dịch tiêu chuẩn fluoride, 0.8 mg/L F^-	500 mL	40508
Dung dịch tiêu chuẩn fluoride, 1.0 mg/L F^-	1000 mL	29153
Dung dịch tiêu chuẩn fluoride, 1.0 mg/L F^-	500 mL	29149
Dung dịch chuẩn Fluoride, 1,2 mg/L F^-	500 mL	40512
Dung dịch chuẩn Fluoride, 1,5 mg/L F^-	500 mL	40515
Dung dịch chuẩn Fluoride, 2,0 mg/L F^-	500 mL	40520
Dung dịch chuẩn Fluoride, 100 mg/L F^-	500 mL	23249
Tiêu chuẩn nước uống, đa chỉ tiêu vô cơ cho F^-, NO_3–N, PO_4^{3-}, SO_4^{2-}	500 mL	2833049

Hóa chất và thiết bị chưng cất

Mô tả	Đơn vị	Mã hàng
Xilanh chia vạch, 100 mL	cái	50842
Xilanh chia vạch, 250 mL	cái	50846
Bộ gia nhiệt và giá đỡ cho bộ chưng cất, lựa chọn 115 VAC	cái	2274400
HOẶC		
Bộ gia nhiệt và giá đỡ cho bộ chưng cất, lựa chọn 230 VAC	cái	2274402
VÀ		
Bộ dụng cụ chưng cất đa năng	cái	2265300
Bình tam giác Erlenmeyer, 125 mL	cái	2089743
Hạt thủy tinh	100 hạt/cái	259600
Thanh khuấy từ	cái	1076416
Axit sulfuric, chuẩn ACS	500 mL	97949

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã hàng
Bạc sunfat	113 g	33414
Arsenit natri, 5 g/L	100 mL	104732
Dụng cụ bẻ ống AccuVac®	cái	2405200
Khăn lau dùng một lần	280 khăn/túi	2097000

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, 1989–2014, 2018. All rights reserved.

08/2018, Edition 10