Phenol

DOC316.32.01108

Phương pháp USEPA[1] 4-Aminoantipyrin[2] **Phương pháp 8047**

0,002 đến 0,200 mg/L

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho nước và nước thải.

1 Được USEPA công nhận (yêu cầu chưng cất); quy trình này tương đương phương pháp USEPA 420.1 cho nước thải.

2 Chuyển thể từ *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.*

Chuẩn bị kiểm tra

Thông tin thiết bị cụ thể

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình cho phép thực hiện kiểm tra này. Bảng cũng trình bày yêu cầu về ống mẫu và hướng đặt ống khi thêm thuốc thử, ví dụ như dạng gói bột hay dạng thuốc thử số lượng lớn.

Để sử dụng bảng này, hãy chọn thiết bị phù hợp, sau đó dò theo hàng để tìm thông tin liên quan đến phép thử này.

Bảng 1 Thông tin chi tiết theo thiết bị

Thiết bị	Hướng đặt ống mẫu	Ống mẫu
DR6000 DR3800 DR2800 DR2700 DR1900	Vạch chia phải đặt về phía bên phải.	2612602 
DR5000 DR3900	Vạch châm mẫu hướng về phía người sử dụng.	

Trước khi bắt đầu

Phân tích mẫu trong vòng 4 giờ để tránh hiện tượng oxy hóa.
Hóa chất bị đổ có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm và gây nguy hại cho da cũng như các vật liệu khác.
Chỉ sử dụng chloroform khi có thông gió phù hợp.
Bột Phenol 2 chứa kali nitroferricyanide. **Giữ dung dịch cyanide ở pH > 11 để tránh tiếp xúc với khí hydrogen cyanide.** Thu gom mẫu đã phản ứng để xử lý đúng cách.
Không đổ dung dịch chloroform xuống cống. Thu gom nước đã bão hòa chloroform, dung dịch chloroform và nút bông sử dụng trong ống dẫn của phễu tách để xử lý đúng cách. Tham khảo bảng MSDS/SDS hiện tại để biết hướng dẫn an toàn và xử lý.
Làm nút bông có kích thước bằng hạt đậu. Nút lớn sẽ hạn chế dòng chảy, còn nút nhỏ có thể rơi khỏi ống dẫn của phễu.
Trong điều kiện ánh sáng mạnh (ví dụ, ánh nắng trực tiếp), hãy đóng khoang chứa mẫu, nếu có, bằng nắp bảo vệ trong quá trình đo.
Xem lại bảng dữ liệu an toàn hóa chất (MSDS/SDS) cho các hóa chất sử dụng. Trang bị đầy đủ thiết bị bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.
Xử lý dung dịch đã phản ứng theo đúng quy định của địa phương, bang và quốc gia. Tham khảo bảng dữ liệu an toàn để biết cách xử lý hóa chất chưa sử dụng. Liên hệ nhân viên môi trường, sức khỏe và an toàn của cơ sở hoặc các cơ quan quản lý địa phương để được hướng dẫn xử lý tiếp.

Danh mục vật dụng cần thu thập

Mô tả	Số lượng
Chloroform, chuẩn ACS	60 mL
Gói bột thuốc thử Phenol	2
Gói bột thuốc thử Phenol 2	2
Dao cắt	1
Bông gòn	thay đổi
Xy lanh chia vạch, 50 mL	1
Xy lanh chia vạch, 500 mL	1
Phễu tách 500 mL kèm giá đỡ và nút đậy	2
Dung dịch đệm Độ cứng 1, pH 10,1	10 mL
Pipet định mức, loại A, 5,00 mL	1
Vòng đỡ, đường kính 4 inch	2
Đế đỡ cho giá đỡ vòng, kích thước 5 x 8 inch	1
Ô lấy mẫu (Để biết thêm về ô lấy mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, xem Thông tin thiết bị cụ thể tại trang 1.)	1
Nước khử ion	thay đổi

Tham khảo Vật tư tiêu hao và phụ kiện thay thế ở trang 6 để biết thông tin đặt hàng.

Thu thập và bảo quản mẫu

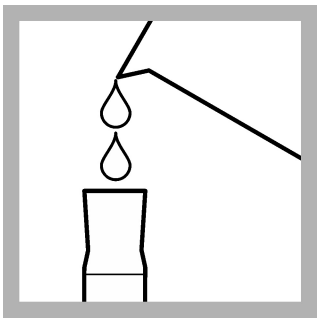
Để đảm bảo kết quả chính xác nhất, hãy phân tích mẫu trong vòng 4 giờ sau khi thu thập. Nếu không thể phân tích ngay, hãy làm theo hướng dẫn bảo quản dưới đây:

1. Thu 500 mL mẫu vào bình thủy tinh sạch.
2. Thêm vào hai gói bột Đồng Sunfat.
3. Điều chỉnh pH xuống 4 hoặc thấp hơn bằng dung dịch Axit Photphoric 10%.
4. Bảo quản mẫu đã xử lý ở nhiệt độ không quá 6 °C (43 °F) và không vượt quá 24 giờ.
5. Phân tích mẫu đã bảo quản trong vòng 24 giờ.

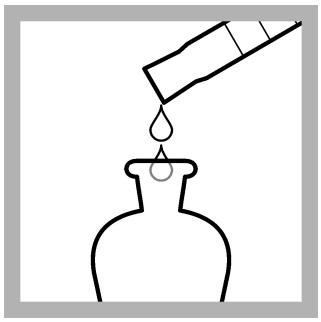
Quy trình kiểm tra



1. Khởi động chương trình **470 Phenol**. Để biết thêm thông tin về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, vui lòng xem Thông tin thiết bị cụ thể tại trang 1.



2. Đong 300 mL nước đã khử ion vào bình định mức 500□mL.



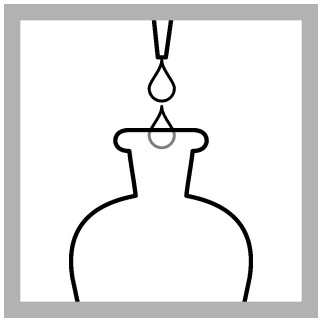
3. **Chuẩn bị mẫu trắng:** Đổ nước đã khử ion vừa đong vào phễu chiết 500□mL.



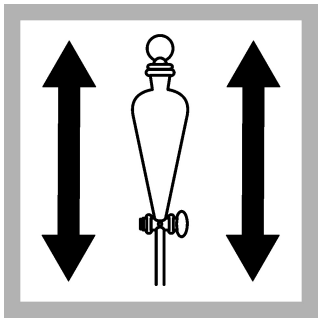
4. Đong 300 mL mẫu thử vào bình định mức 500□mL.



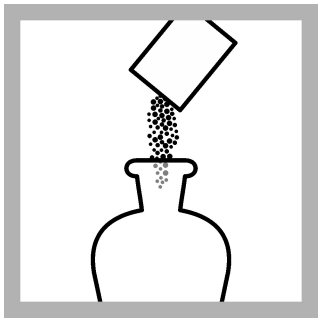
5. Chuẩn bị mẫu: Rót mẫu đã đo vào một bình tách lớp 500□mL khác.



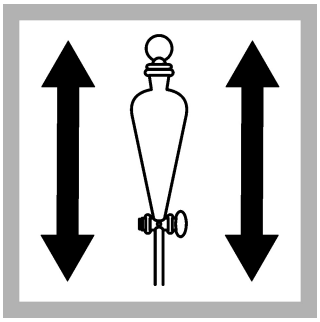
6. Thêm 5 mL Dung dịch đệm độ cứng vào mỗi bình tách lớp.



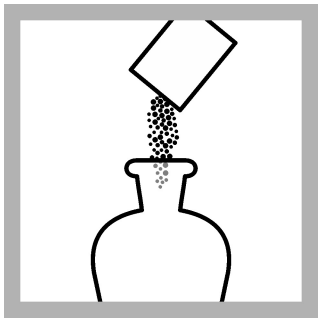
7. Đậy nút các bình tách lớp. Lắc đều để trộn.



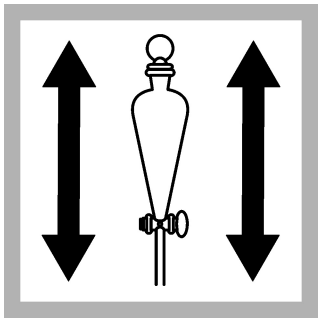
8. Cho một gói bột thuốc thử Phenol vào mỗi phễu chiết.



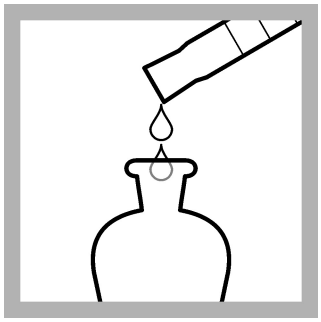
9. Đậy nút phễu và lắc đều để hòa tan thuốc thử.



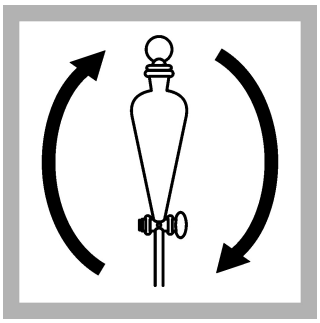
10. Cho vào mỗi phễu chiết một gói bột thuốc thử Phenol 2.



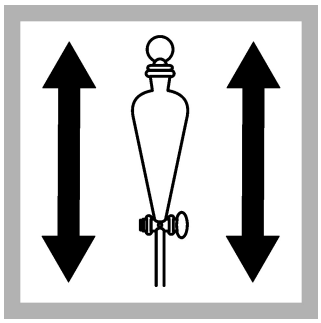
11. Đậy nút phễu và lắc đều để hòa tan thuốc thử.



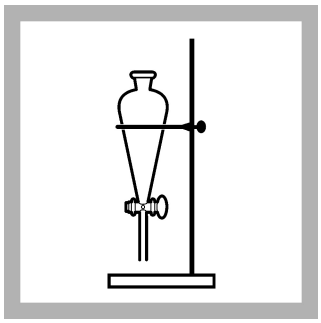
12. Thêm 30 mL chloroform vào từng phễu chiết.



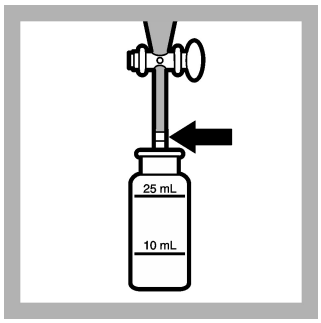
13. Đậy nút các bình tách lớp. Lật ngược từng bình và mở van để xả khí. Đóng van lại, lắc nhẹ mỗi bình, sau đó lật ngược và mở van để xả khí lần nữa.



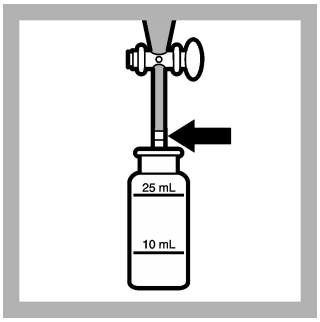
14. Lắc mạnh mỗi phễu trong 30 giây. Nếu cần, mở khóa vòi để thoát hơi.



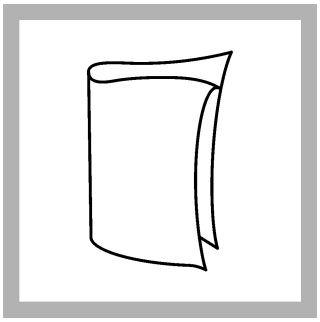
15. Tháo nút đậy. Chờ cho các lớp phân tách hẳn. Nếu mẫu chứa phenol, lớp chloroform phía dưới sẽ có màu vàng đến màu hổ phách.
Lưu ý: *Thực hiện các bước còn lại nhanh vì chloroform sẽ bay hơi, dẫn đến kết quả cao hơn.*



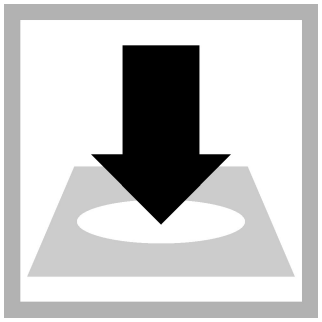
16. Đặt một miếng bông nhỏ cỡ hạt đậu vào ống dẫn của phễu để loại bỏ nước hoặc các hạt lơ lửng trong chloroform.



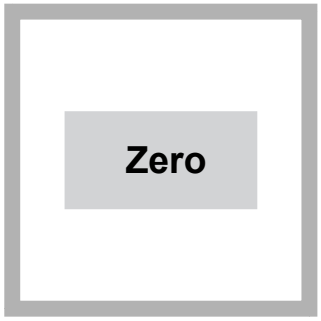
17. Chuyển từng lớp chloroform vào các ống mẫu riêng biệt (một cho mẫu trắng, một cho mẫu cần đo). Đậy nắp các ống lại. Thể tích dung dịch chiết chloroform khoảng 25 mL. Pha nước trong phễu vẫn còn chloroform. Đảm bảo xử lý dung dịch đúng quy định.



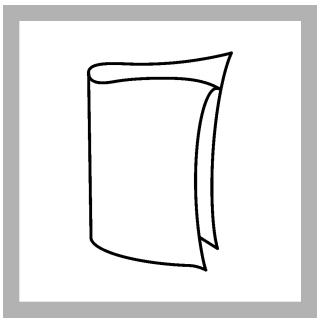
18. Làm sạch ống mẫu trắng.



19. Đặt ống mẫu trắng vào giá giữ.



20. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị 0,000 mg/L Phenol.



21. Vệ sinh ống mẫu đã chuẩn bị.



22. Đặt mẫu đã chuẩn bị vào giá giữ tế bào.



23. Nhấn **READ**. Kết quả sẽ hiển thị bằng mg/L Phenol.

Các yếu tố gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
pH	pH của mẫu phải nằm trong khoảng từ 3 đến 11,5 để đạt kết quả tối ưu.
Chất oxy hóa hoặc chất khử	Có thể gây nhiễu. Cần chưng cất mẫu (Xem chi tiết tại Chưng cất mẫu trang 5).
Sulfua hoặc chất rắn lơ lửng	Cần chưng cất hoặc xử lý mẫu trước theo một trong các cách sau: 1. Đong 350 mL mẫu bằng bình định mức sạch 500 mL. Rót mẫu vào bình tam giác Erlenmeyer sạch 500 mL. 2. Thêm toàn bộ một gói bột thuốc thử ức chế sulfua. Lắc đều cho tan. 3. Lọc 300 mL mẫu qua giấy lọc gấp. Dùng dung dịch này cho bước 4 của quy trình.

Chưng cất mẫu thử

Để loại bỏ các yếu tố gây nhiễu, tiến hành các bước dưới đây để chưng cất mẫu. Để đạt hiệu quả cao nhất, đảm bảo pH của mẫu nằm trong khoảng từ 3 đến 11,5. Tham khảo mục Yếu tố gây nhiễu ở trang 4 để biết hướng dẫn xử lý trước mẫu.

1. Lắp đặt thiết bị chưng cất dùng cho mục đích thông thường. Xem hướng dẫn sử dụng Thiết bị chưng cất để lắp đặt đúng cách.
2. Chuẩn bị bình tam giác 500 mL để thu nhận phần chưng cất. Có thể cần dùng giá nâng phòng thí nghiệm để nâng bình lên.
3. Đong 300 mL mẫu nước bằng ống đong sạch 500 mL. Chuyển mẫu vào bình chưng cất.

   Lưu ý: *Để đảm bảo độ chính xác, sử dụng thêm tiêu chuẩn phenol 0,200 mg/L cùng với mẫu thử. Xem mục* Kiểm tra độ chính xác *ở trang 5.*
4. Thêm một thanh khuấy từ và 5 viên bi thủy tinh.
5. Dùng pipet serological nhỏ 1 mL chỉ thị Methyl Orange vào bình chưng cất.
6. Bật nguồn khuấy và chỉnh mức khuấy ở số 5.
7. Nhỏ từng giọt dung dịch Axit Photphoric 10% vào cho đến khi chỉ thị chuyển màu từ vàng sang cam.
8. Thêm một gói bột Đồng Sunfat vào bình cất. Để hóa chất tan hoàn toàn. Không thực hiện bước này nếu đã dùng đồng sunfat để bảo quản mẫu.
9. Đậy nắp bình cất lại.
10. Mở nước và điều chỉnh để dòng nước ổn định đi qua bộ ngưng tụ.
11. Khi đã đặt nhiệt kế vào, chỉnh nhiệt độ ở mức 10. Đèn báo màu vàng sáng cho biết máy đun đang hoạt động.
12. Thu 275 mL dung dịch cất vào bình tam giác, sau đó tắt nguồn nhiệt.
13. Dùng nước cất đổ đầy tới vạch 25 mL của ống đong chia độ 25 mL.
14. Thêm nước vào bình chưng cất.
15. Chỉnh nhiệt độ lên mức 10. Đun nóng cho đến khi thu được thêm 25 mL dịch chưng cất.
16. Dùng ống đong sạch để đo lại lượng dịch chưng cất, đảm bảo đã thu đủ 300 mL.
17. Sử dụng phần dịch chưng cất trong quy trình kiểm tra.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp dung dịch chuẩn

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Phenol, ACS
- 2 bình định mức 1000 mL, loại A
- Bình định mức 500 mL, loại A
- Ống hút chuẩn 10 mL, loại A, có bóng an toàn
- Nước khử ion

1. Chuẩn bị dung dịch gốc phenol 1000 mg/L như sau:
   a. Cân 1,000 g phenol.
   b. Cho phenol vào bình định mức 1000 mL.
   c. Pha loãng đến vạch định mức bằng nước khử ion vừa đun sôi và làm nguội. Khuấy đều cho tan hoàn toàn.
2. Chuẩn bị dung dịch chuẩn phenol 10 mg/L như sau:
   a. Dùng pipet lấy 10 mL dung dịch gốc cho vào bình định mức 1000 mL.
   b. Pha loãng đến vạch định mức bằng nước khử ion. Khuấy đều.

3. Chuẩn bị dung dịch chuẩn 0,200 mg/L như sau:

   a. Dùng pipet lấy 10 mL dung dịch làm việc 10 mg/L cho vào bình định mức 500 mL.

   b. Thêm nước khử ion đến vạch định mức, sau đó lắc đều.

4. Thực hiện quy trình kiểm tra để xác định nồng độ của dung dịch chuẩn vừa pha.

5. So sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế.

   Lưu ý: *Có thể tinh chỉnh hiệu chuẩn gốc bằng chức năng điều chỉnh hiệu chuẩn chuẩn để thiết bị hiển thị giá trị mong muốn của dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn đã điều chỉnh sẽ áp dụng cho tất cả kết quả kiểm tra. Việc này giúp tăng độ chính xác khi có sự biến đổi nhỏ về hóa chất hoặc thiết bị.*

Hiệu suất phương pháp

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

Chương trình	Chuẩn	Độ chính xác (Khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Sự thay đổi nồng độ trên mỗi 0,010 sự thay đổi Abs
470	0,100 mg/L Phenol	0,093–0,107 mg/L Phenol	0,002 mg/L Phenol

Tóm tắt phương pháp

Phương pháp 4-aminoantipyrine xác định tất cả các phenol thay thế ortho và meta. Các phenol này phản ứng với 4-aminoantipyrine khi có mặt kali ferricyanide để tạo thành chất nhuộm antipyrine. Chất nhuộm này được loại khỏi pha nước bằng cách chiết với chloroform. Độ nhạy của phương pháp thay đổi tùy thuộc vào loại hợp chất phenol. Vì mẫu nước có thể chứa nhiều loại phenol khác nhau, kết quả được biểu thị theo giá trị tương đương phenol. Bước sóng đo là 460 nm.

Vật tư tiêu hao và vật dụng thay thế

Hóa chất cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bộ hóa chất Phenol (100 lần kiểm tra), gồm:	—	—	2243900
Chloroform, ACS	60 mL	500 mL x 16	1445849
Dung dịch đệm độ cứng 1, pH 10,1	10 mL	500 mL	42449
Gói bột hóa chất Phenol	2	100/gói	87299
Gói bột hóa chất Phenol 2	2	100/gói	183699
Nước đã được khử ion	thay đổi tùy theo nhu cầu	4 L	27256

Thiết bị cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Kềm cắt túi bột nhựa	1	cái	93600
Bông thấm, loại hấp thụ	1	100/gói	257201
Ống đo chia vạch, 50 mL	1	cái	50841
Phễu tách, 500 mL	1	cái	52049
Bóng an toàn cho pipet	1	cái	1465100
Pipet định lượng, loại A, 5,00 mL	1	cái	1451537

Thiết bị cần thiết (tiếp tục)

Mô tả	Số lượng/mỗi lần kiểm tra	Đơn vị	Mã số thiết bị
Vòng đỡ, đường kính 4 inch	1	cái	58001
Giá đỡ vòng, chân đế 5 inch x 8 inch	1	cái	56300

Hóa chất và thiết bị chưng cất

Mô tả	Đơn vị	Mã số thiết bị
Cân phân tích, 80 g x 0,1 mg, 100–240 VAC	cái	2936701
Gói bột đồng sunfat	50/gói	1481866
Bộ thiết bị chưng cất đa năng	cái	Bộ thiết bị chưng cất đa năng 2265300
Giấy lọc gấp sẵn, đường kính 12,5 cm	100 tờ/gói	189457
Phễu nhựa, đường kính 65 mm	cái	108367
Dung dịch chỉ thị Methyl Orange, 0,5 g/L	100 mL MDB	14832
Dung dịch axit photphoric, 10%	100 mL MDB	1476932
Gói bột thuốc thử ức chế sulfide	100 tờ/gói	241899
Giấy đo pH, thang đo 0–14	100 tờ/gói	2601300
Nhiệt kế không chứa thủy ngân, –10 đến +225 °C	cái	2635700
Dụng cụ hút mẫu TenSette®, 1,0–10,0 mL	cái	1970010
Đầu típ pipet cho pipet TenSette® 1,0–10,0 mL	250/cái	2199725
Đầu típ pipet cho pipet TenSette® 1,0–10,0 mL	50/gói	2199796
Kính bảo hộ, có lỗ thông khí	cái	2550700
Găng tay chống hóa chất, cỡ 9–9.5	đôi	2410104[1]
Bình định mức, loại A, 500 mL, thủy tinh	cái	1457449
Bình định mức, loại A, 1000 mL, thủy tinh	cái	1457453

[1] Có các kích thước khác

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, 2024. All rights reserved.

09/2024, Edition 9