Kẽm

DOC316.32.01145

USEPA[1] Zincon Method[2]
0,01 đến 3,00 mg/L Zn

Phương pháp 8009
Gói bột thử

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho nước và nước thải. Cần thực hiện tiền xử lý mẫu để xác định tổng lượng kẽm.

1 Được USEPA phê duyệt cho phân tích nước thải 3500 Zn B: Federal Register, 45(105) 36166 (29/5/1980).
2 Chuyển thể từ Các phương pháp tiêu chuẩn để kiểm tra nước và nước thải.

Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin chi tiết về thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình cho xét nghiệm này. Bảng cũng cho biết các yêu cầu về ống mẫu và cách đặt ống đối với các thử nghiệm thêm thuốc thử, như dùng gói bột hay thuốc thử rời.

Để sử dụng bảng, chọn thiết bị rồi đọc ngang để tìm thông tin phù hợp cho xét nghiệm này.

Bảng 1 Thông tin chi tiết về thiết bị

Thiết bị	Hướng đặt ống mẫu	Ống mẫu
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Vạch châm nằm phía bên phải.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Vạch châm hướng về phía người sử dụng.	
DR 900	Dấu định hướng nằm phía người sử dụng.	2401906 

Trước khi bắt đầu

Gắn nắp dụng cụ lên giá đỡ DR 900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ.
Rửa sạch toàn bộ dụng cụ thủy tinh bằng axit hydrochloric 6.0 N (1:1), sau đó tráng kỹ bằng nước khử ion để loại bỏ chất bẩn.
Chỉ sử dụng bình trộn có nút thủy tinh cho quy trình này.
Đảm bảo ống nhỏ giọt sử dụng trong quy trình này là bằng nhựa. Ống nhỏ giọt có bóng cao su có thể làm nhiễm bẩn hóa chất.
Các hóa chất sử dụng trong thử nghiệm này chứa kali xyanua. **Giữ dung dịch xyanua ở pH > 11 để tránh tiếp xúc với khí hydrogen xyanua.** Thu gom mẫu đã phản ứng để xử lý an toàn.
Xem lại Bảng dữ liệu an toàn hóa chất (MSDS/SDS) cho các hóa chất sử dụng. Hãy sử dụng thiết bị bảo hộ cá nhân được khuyến nghị.
Không sử dụng Pour-Thru Cell hoặc module sipper (đối với các thiết bị phù hợp) cho thử nghiệm này.
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 về cách xử lý hóa chất chưa sử dụng. Liên hệ nhân viên môi trường, sức khỏe, an toàn của cơ sở hoặc cơ quan quản lý địa phương để biết thêm thông tin về xử lý.

Các vật dụng cần chuẩn bị

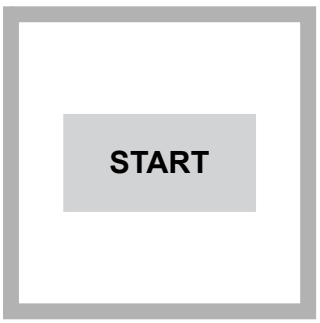
Mô tả	Số lượng
Xiclohexanone	0,5 mL
Gói bột thuốc thử ZincoVer® 5, 20 mL	1 cái
Xilanh chia vạch, 25 mL, nút thủy tinh	1 cái
Ống mẫu (Để biết thông tin về ống mẫu, bộ chuyển hoặc tấm chắn sáng, xem Thông tin thiết bị cụ thể trang 1.)	2

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

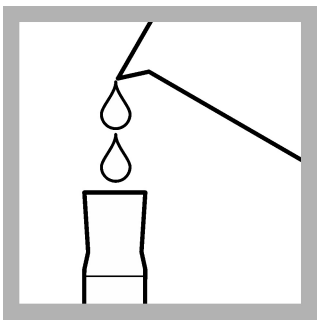
Thu thập và bảo quản mẫu

- Lấy mẫu vào chai thủy tinh hoặc nhựa sạch đã được rửa bằng axit clohidric 6 N (1:1) và tráng lại bằng nước khử ion.
- Để bảo quản mẫu cho phân tích sau này, điều chỉnh pH mẫu xuống dưới 2 bằng axit nitric đậm đặc (khoảng 2 mL trên mỗi lít). Nếu phân tích ngay, không cần thêm axit.
- Bảo quản mẫu ở nhiệt độ phòng tối đa 6 tháng.
- Trước khi phân tích, điều chỉnh pH về khoảng 4–5 bằng dung dịch natri hydroxit 5 N. Không để pH vượt quá 5 vì kẽm có thể kết tủa. Không thêm thuốc thử vào mẫu có pH dưới 4 do trong thuốc thử có chứa xyanua.
- Hiệu chỉnh kết quả thử nghiệm dựa trên sự pha loãng do thêm thể tích dung dịch.

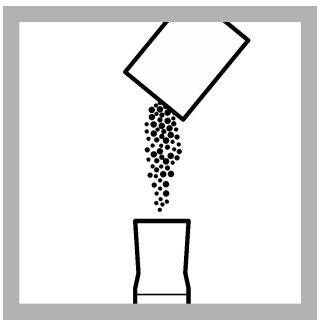
Quy trình sử dụng gói bột



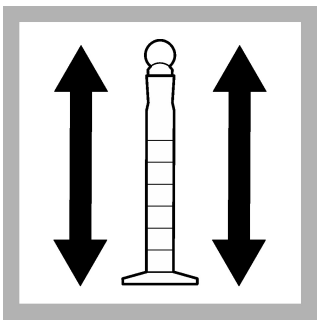
1. Khởi động chương trình **780 Zinc**. Để biết thêm về các ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy xem Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.



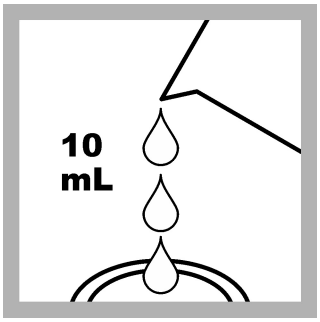
2. Đổ 20 mL mẫu vào trong ống trộn có vạch chia 25 mL.



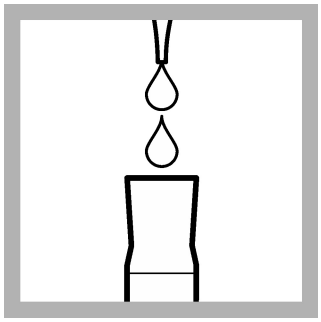
3. Thêm toàn bộ một gói bột hóa chất ZincoVer 5 vào ống trộn. Đậy nắp kín ống.



4. Lắc mạnh ống để bột tan hoàn toàn. Nếu còn sót hạt bột chưa tan, kết quả đo có thể không chính xác. Mẫu sau khi pha nên có màu cam; nếu mẫu chuyển sang nâu hoặc xanh, nồng độ kẽm quá cao hoặc có kim loại gây nhiễu. Hãy pha loãng mẫu và thử lại.



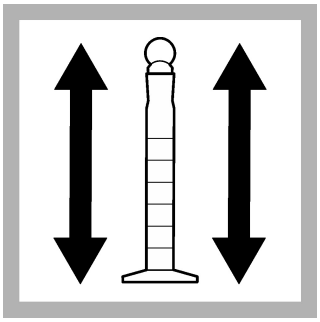
5. Chuẩn bị mẫu trắng: Rót 10 mL dung dịch vào ô chứa mẫu.



6. Mẫu đã chuẩn bị: Dùng ống nhỏ giọt nhựa lấy 0,5 mL cyclohexanone nhỏ vào dung dịch trong ống trộn.



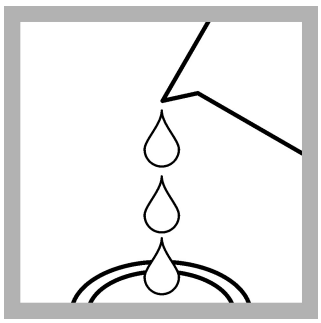
7. Bắt đầu hẹn giờ thiết bị. Thời gian phản ứng 30-giây sẽ bắt đầu.



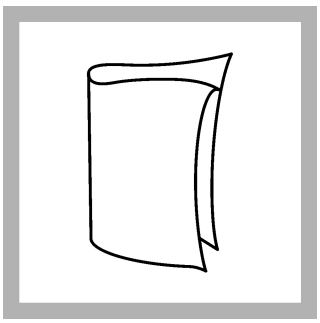
8. Trong thời gian phản ứng, đậy nắp ống trộn và lắc mạnh mẫu đã chuẩn bị. Mẫu sẽ chuyển sang màu cam đỏ, nâu hoặc xanh lam tùy vào nồng độ kẽm.



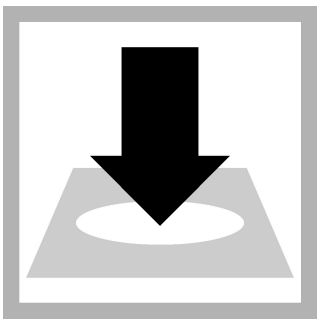
9. Bắt đầu hẹn giờ thiết bị. Thời gian phản ứng 3 phút sẽ bắt đầu.
Trong lúc phản ứng, thực hiện bước tiếp theo.



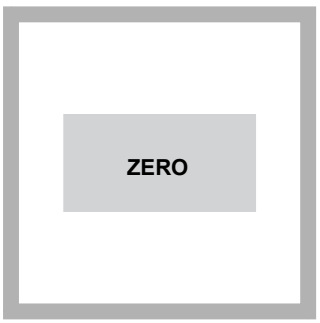
10. Chuyển dung dịch mẫu đã pha từ ống trộn sang ô mẫu thứ hai.



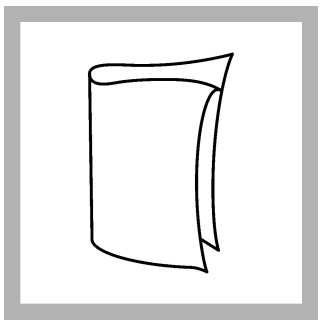
11. Khi hết thời gian, làm sạch ô mẫu trắng.



12. Đặt ô mẫu trắng vào giá đỡ.



13. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị 0,00 mg/L Zn.



14. Làm sạch ô mẫu đã chuẩn bị.



15. Đặt ô mẫu đã chuẩn bị vào giá đỡ.



16. Nhấn **READ**. Kết quả hiển thị bằng mg/L Zn.

Các yếu tố gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Nhôm	Trên 6 mg/L
Cadimi	Vượt quá 0,5 mg/L
Đồng	Trên 5 mg/L
Sắt (dạng sắt ba)	Vượt quá 7 mg/L
Mangan	Trên 5 mg/L

Chất gây nhiễu	Mức nhiễu
Niken	Trên 5 mg/L
Chất hữu cơ	Lượng lớn có thể gây nhiễu. Cần xử lý mẫu trước bằng phương pháp phân hủy.
Mẫu có độ đệm cao hoặc pH quá cao/thấp	Có thể làm ảnh hưởng đến việc điều chỉnh pH chính xác của mẫu bằng hóa chất. Có thể cần xử lý mẫu trước. Điều chỉnh pH về khoảng 4–5.
Amino-tri(methylene phosphonic acid) (AMP)	Mẫu chứa AMP sẽ gây nhiễu âm. Hãy phân hủy mẫu để loại bỏ ảnh hưởng này (sử dụng phương pháp phân hủy tổng photpho trên bếp nóng, Phương pháp 8190). ***Lưu ý:*** *Sau khi phân hủy, cần điều chỉnh pH mẫu về 4–5 bằng natri hydroxit trước khi phân tích kẽm.*

Phân hủy

Để xác định tổng lượng kẽm, mẫu cần được phân hủy bằng nhiệt và axit để đảm bảo đo được mọi dạng kim loại. Các bước dưới đây áp dụng cho quá trình phân hủy nhẹ.

Lưu ý: *Quy trình sau đây là phương pháp tiêu hóa nhẹ của USEPA. Tham khảo Hướng dẫn Phân tích Nước để biết thêm các phương pháp tiêu hóa khác.*

1. Thêm axit nitric đậm đặc vào mẫu bằng pipet thủy tinh và dụng cụ hút pipet:
   - Nếu mẫu đã được axit hóa để bảo quản, thêm 3 mL axit nitric vào 1 lít mẫu đã bảo quản.
   - Nếu mẫu chưa axit hóa để bảo quản, thêm 5 mL axit nitric vào 1 lít mẫu.
2. Chuyển 100 mL mẫu đã axit hóa vào bình tam giác Erlenmeyer 250 mL.
3. Thêm 5 mL axit hydrochloric tỷ lệ 1:1.
4. Đặt mẫu lên bếp nóng ở 95 °C (203 °F) cho đến khi còn lại 15–20 mL. Đảm bảo mẫu không sôi.
5. Lọc mẫu đã làm nguội qua màng lọc 0,45 µm để loại bỏ chất không tan.
6. Điều chỉnh pH của mẫu đã tiêu hóa về pH 4–5 bằng natri hydroxide 5.0 N. Không vượt quá pH 5 vì kẽm có thể kết tủa.
7. Chuyển mẫu vào bình định mức 100 mL và pha loãng đến vạch bằng nước khử ion.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm chuẩn (gai mẫu)

Sử dụng phương pháp thêm chuẩn (cho các thiết bị phù hợp) để xác minh quy trình kiểm tra, hóa chất và thiết bị cũng như phát hiện sự nhiễu trong mẫu.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn Ampule Kẽm Voluette 25 mg/L®
- Dụng cụ mở Ampule
- Pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL và đầu pipet
- Bình trộn, 25 mL (3 chiếc)

1. Sử dụng quy trình kiểm tra để đo nồng độ mẫu, sau đó giữ lại mẫu (chưa được tăng chuẩn) trong thiết bị.

2. Chọn mục Thêm Chuẩn trong menu của thiết bị.

3. Lựa chọn giá trị cho nồng độ dung dịch chuẩn, thể tích mẫu và thể tích chất chuẩn thêm vào.

4. Mở lọ dung dịch chuẩn.

5. Chuẩn bị ba mẫu tăng chuẩn: dùng pipet TenSette thêm lần lượt 0,1 mL, 0,2 mL và 0,3 mL dung dịch chuẩn vào ba phần mẫu tươi 20 mL. Trộn đều. Kẽm, phương pháp Zincon (3,00 mg/L)

6. Sử dụng quy trình kiểm tra để xác định nồng độ cho từng mẫu đã được thêm chuẩn. Bắt đầu với mẫu có lượng chuẩn nhỏ nhất. Tiến hành đo từng mẫu đã thêm chuẩn bằng 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 đáng kể so với dự kiến, hãy đảm bảo các thể tích mẫu và lượng chuẩn được đo chính xác. Các thể tích mẫu và lượng chuẩn sử dụng phải đúng với lựa chọn trong menu bổ sung chuẩn. Nếu kết quả không nằm trong ngưỡng cho phép, mẫu có thể bị nhiễu.*

Phương pháp dung dịch chuẩn

Sử dụng phương pháp dung dịch chuẩn để kiểm tra độ chính xác của quy trình kiểm tra, hóa chất và thiết bị.

Chuẩn bị các vật dụng sau:

- Dung dịch chuẩn kẽm 100 mg/L
- Bình định mức 1 L, loại A
- Dụng cụ hút 10 mL, loại A và bóng an toàn
- Nước khử ion

1. Chuẩn bị dung dịch chuẩn kẽm 1.00 mg/L như sau:
   a. Dùng dụng cụ hút lấy 10.00 mL dung dịch chuẩn kẽm 100 mg/L cho vào bình định mức.
   b. Thêm nước khử ion đến vạch định mức rồi lắc đều. Chuẩn bị dung dịch này mỗi ngày.
2. Dùng quy trình kiểm tra để xác định nồng độ dung dịch chuẩn vừa chuẩn bị.
3. So sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế.

Lưu ý: *Có thể điều chỉnh hiệu chuẩn của nhà máy bằng tùy chọn điều chỉnh chuẩn để thiết bị hiển thị giá trị dự kiến của dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn đã điều chỉnh sẽ được áp dụng cho tất cả các kết quả kiểm tra. Việc điều chỉnh này giúp nâng cao độ chính xác khi hóa chất hoặc thiết bị có biến động nhỏ.*

Hiệu suất phương pháp

Dữ liệu hiệu suất phương pháp dưới đây được thu thập từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm sử dụng máy quang phổ trong điều kiện lý tưởng. Kết quả có thể khác nhau tùy thuộc vào điều kiện thử nghiệm thực tế của người sử dụng.

Chương trình	Tiêu chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Biến đổi nồng độ trên mỗi thay đổi 0,010 Abs
780	1,00 mg/L Zn	0,97–1,03 mg/L Zn	0,013 mg/L Zn

Tóm tắt phương pháp

Kẽm và các kim loại khác trong mẫu được tạo phức với cyanua. Thêm cyclohexanone sẽ giải phóng chọn lọc ion kẽm. Kẽm phản ứng với chỉ thị 2-carboxy-2'-hydroxy-5'sulfoformazyl benzene (zincon) tạo thành hợp chất màu xanh lam. Màu xanh này sẽ bị che bởi màu nâu của phần dư chỉ thị. Cường độ màu xanh tỷ lệ thuận với lượng kẽm có trong mẫu. Bước sóng đo là 620 nm đối với máy quang phổ hoặc 610 nm với máy đo màu.

Ngăn ngừa ô nhiễm và quản lý chất thải

Các mẫu đã phản ứng chứa kali cyanua và phải được xử lý như chất thải nguy hại. Hãy tuân thủ các quy định của địa phương, tiểu bang và liên bang khi xử lý dung dịch đã sử dụng.

Vật tư tiêu hao và vật liệu thay thế

Hóa chất cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bộ thuốc thử kẽm, mẫu 20 mL, bao gồm:	—	100 lần kiểm tra	2429300
Cyclohexanone	0,5 mL	100 mL MDB	1403332
Gói bột thuốc thử ZincoVer® 5, dùng cho 20 mL	1	100 cái/gói	2106669

Dụng cụ cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Ống trộn chia vạch, 25 mL, có nút đậy	1	cái	2088640

Tiêu chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Nước đã khử ion	4 L	27256
Dung dịch chuẩn kẽm, 100 mg/L	100 mL	237842
Dung dịch chuẩn kẽm, 25 mg/L dưới dạng Zn, ống Voluette 10 mL	16 ống/bao	1424610
Dung dịch chuẩn kẽm, 1000 mg/L	100 mL	1417742

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bình tam giác Erlenmeyer, 250 mL	cái	50546
Bếp điện, tròn 4 inch, 120 V	cái	1206701
Dung dịch axit hydrochloric, 6.0 N (1:1)	500 mL	88449
Axit Nitric, đậm đặc	500 mL	15249
Pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL	cái	1970001
Đầu pipet dùng cho pipet TenSette® , 0,1–1,0 mL	50 cái/gói	2185696
Dụng cụ bẻ ống ampoule, loại 10 mL Voluette®	cái	2196800
Pipet định mức, cấp A, 10 mL	cái	1451538
Bóng bóp an toàn cho pipet	cái	1465100
Bình định mức, cấp A, thủy tinh 1000 mL	cái	1457453

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, 2019. All rights reserved.

01/2019, Edition 9