Nhu cầu oxy hóa học (COD)

DOC316.32.01099

Phương pháp[2] tiêu hủy bằng ống phản ứng theo USEPA[1] Phương pháp 8000

0.7 đến 40.0[3] mg/L COD (ULR); 3 đến 150 mg/L COD (LR); 20 đến 1500 mg/L COD (HR); 200 đến 15,000 mg/L COD (HR Plus)

Phạm vi và áp dụng: Dùng cho nước và nước thải. Bắt buộc tiêu hủy (tiêu hóa).

[1] Khoảng 3–150 mg/L COD và 20–1500 mg/L COD được USEPA chấp thuận cho phân tích nước thải (Standard Method 5220 D), Federal Register…

[2] Jirka, A.M.; Carter, M.J., Analytical Chemistry, 1975, 47(8), 1397.

[3] *ULR chỉ có trên các máy quang phổ đo được tại bước sóng 350 nm.*

Chuẩn bị phép thử

Thông tin theo từng thiết bị

Bảng 1 liệt kê các thiết bị có chương trình cho phép thử này. Bảng cũng cho biết yêu cầu về bộ chuyển đổi và chắn sáng đối với các thiết bị cần dùng.

Để dùng bảng: chọn thiết bị rồi đọc ngang để tìm thông tin áp dụng.

Bảng 1. Thông tin theo thiết bị cho ống nghiệm

Thiết bị	Bộ chuyển đổi	Chắn sáng
DR6000, DR5000	—	—
DR3900	—	LZV849
DR3800, DR2800, DR2700	—	LZV646
DR1900	9609900 (D[1])	—
DR900	4846400	Nắp che đi kèm thiết bị

Trước khi bắt đầu

Lắp nắp che thiết bị lên giá giữ cuvet của DR900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ.
DR3900, DR3800, DR2800, DR2700: Lắp chắn sáng vào ngăn đo số 2 trước khi bắt đầu phép thử.
Thuốc thử dùng trong phép thử này ăn mòn và độc. Dùng bảo vệ mắt và da, chuẩn bị sẵn phương án xử lý nếu bị tràn đổ.
Thuốc thử dùng trong phép thử này có chứa thủy ngân. Thu gom mẫu sau phản ứng để thải bỏ an toàn.
Xem Phiếu dữ liệu an toàn hóa chất (SDS/MSDS). Dùng trang bị bảo hộ cá nhân theo khuyến cáo.
Chạy mẫu trắng cho mỗi lô mẫu. Chạy cùng lô ống nghiệm (vial) cho cả mẫu và mẫu trắng. Số lô nằm trên nhãn hộp. Tham khảo mục Mẫu trắng cho phép đo màu ở trang 4.
Bảo quản các ống thuốc thử chưa dùng (nhạy sáng) trong hộp kín, tối.
Nếu mẫu có nồng độ clorua cao, tham khảo mục Thuốc thử thay thế.
Thải bỏ dung dịch đã phản ứng theo quy định địa phương/tỉnh bang/liên bang. Xem SDS để biết hướng dẫn thải bỏ thuốc thử chưa dùng. Liên hệ bộ phận Môi trường–Sức khỏe–An toàn và/hoặc cơ quan quản lý địa phương để được hướng dẫn thêm.

[1] The D adapter is not available with all instrument versions.

Vật tư cần chuẩn bị

Mô tả	Số lượng
Cốc 250 mL	1
Máy xay/đồng nhất mẫu	1
Ống thuốc thử tiêu hủy COD	tùy theo số mẫu
Bộ tiêu hủy DRB200	1
Chắn sáng hoặc bộ chuyển đổi (xem thông tin theo thiết bị ở trang 1)	1
Que khuấy từ và máy khuấy từ	1
Hộp vận chuyển đục (chống sáng) để bảo quản ống thuốc thử chưa dùng, nhạy sáng	tùy theo số mẫu
Pipet TenSette® 0,1–1,0 mL kèm đầu típ (dùng cho dải 200–15.000 mg/L)	1
Pipet thể tích, 2,00 mL	2
Bóng bóp an toàn cho pipet	1
Giá đỡ ống nghiệm	2

Xem mục Vật tư tiêu hao và vật tư thay thế ở trang 7 để đặt hàng.

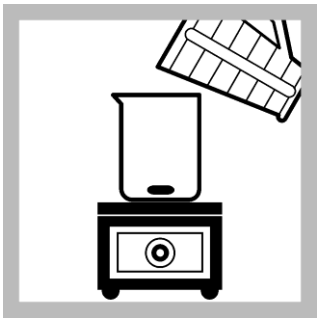
Lấy mẫu và bảo quản

- Lấy mẫu trong chai thủy tinh sạch. Chỉ dùng chai nhựa nếu chắc chắn không nhiễm bẩn hữu cơ.
- Thử mẫu có hoạt tính sinh học càng sớm càng tốt.
- Đồng nhất mẫu có chứa chất rắn để lấy mẫu đại diện.
- Để bảo quản mẫu phân tích sau: điều chỉnh pH < 2 bằng axit sulfuric đậm đặc (khoảng 2 mL/L). Không cần thêm axit nếu thử ngay.
- Bảo quản mẫu đã axit hóa ở 2–6 °C (36–43 °F) tối đa 28 ngày.
- Hiệu chỉnh kết quả theo độ pha loãng do các lần thêm thể tích.

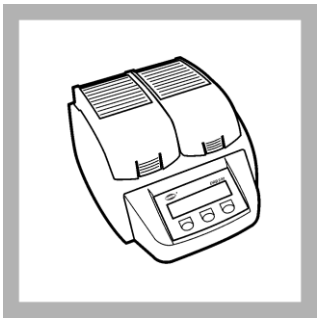
Quy trình tiêu hủy bằng bộ phản ứng



1. Cho 100 mL mẫu vào máy xay. Xay 30 giây đến khi đồng nhất.
Với mẫu có nhiều chất rắn, tăng thời gian đồng nhất. Nếu không đồng nhất được do chất rắn lắng, chuyển sang bước 3.



2. Với dải 200–15.000 mg/L hoặc để tăng độ chính xác/khả năng lặp lại: rót mẫu đã đồng nhất vào cốc 250 mL và khuấy bằng máy khuấy từ.



3. Cài bộ tiêu hủy DRB200 ở mức 150 °C. Làm nóng trước bộ tiêu hủy.

Xem hướng dẫn DRB200 để chọn ứng dụng/nhiệt độ cài sẵn.

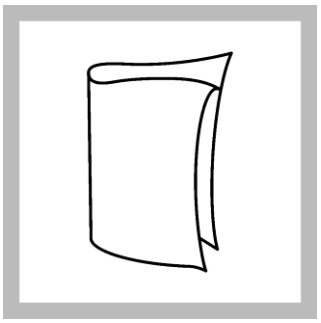


4. Chuẩn bị mẫu: Lấy ống thuốc thử đúng dải đo và giữ nghiêng 45°. Dùng pipet sạch thêm 2,00 mL mẫu vào ống.

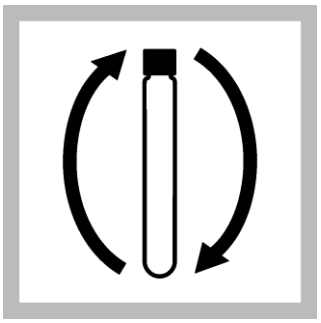
Với dải 250–15.000 mg/L: dùng pipet TenSette® thêm 0,20 mL mẫu vào ống.



5. Chuẩn bị mẫu trắng: Lấy ống thuốc thử đúng dải đo, giữ nghiêng 45°, thêm 2,00 mL nước khử ion vào ống.
Với dải 250–15.000 mg/L: thêm 0,20 mL nước khử ion vào ống.



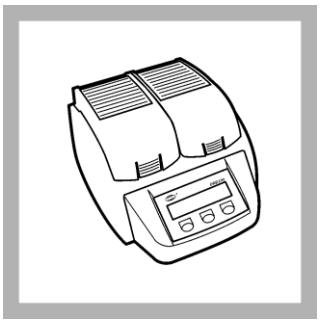
6. Đậy nắp chặt. Rửa ngoài ống bằng nước và lau khô bằng khăn sạch.



7. Cầm ống ở phần nắp, đảo trộn cho đến khi trộn đều. Ống sẽ nóng khi trộn.



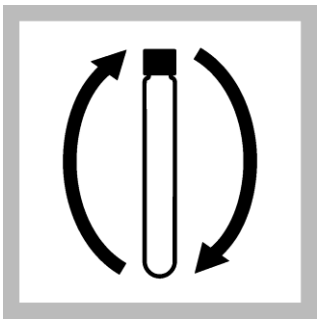
8. Đặt ống vào DRB200. Đóng nắp.



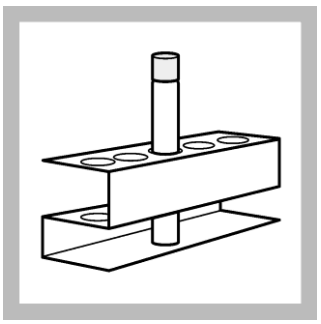
9. Gia nhiệt 2 giờ.



10. Cài bộ tiêu hủy chạy đủ thời gian, sau đó để nguội khoảng 20 phút đến ≤120 °C.

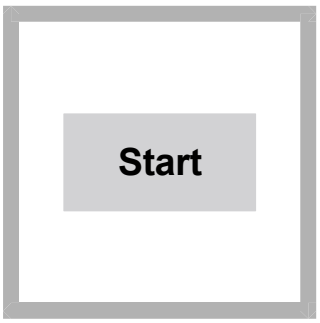


11. Khi ống còn ấm, đảo mỗi ống vài lần.

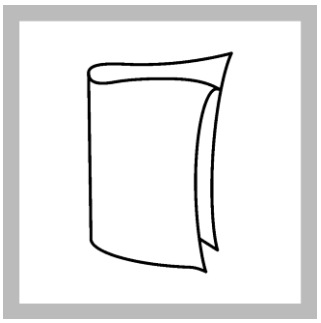


12. Đặt ống vào giá đỡ để nguội về nhiệt độ phòng.

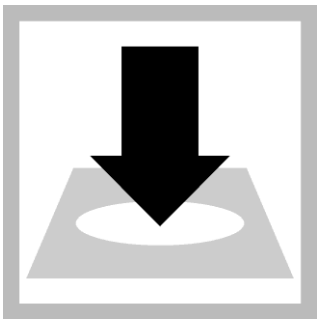
Quy trình đo màu



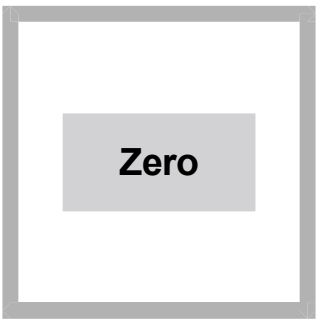
1. Khởi chạy chương trình 431 COD ULR (43.0 COD LR hoặc 435 COD HR). Thông tin về cuvet/bộ chuyển đổi/chắn sáng xem mục Thông tin theo thiết bị trang 1.



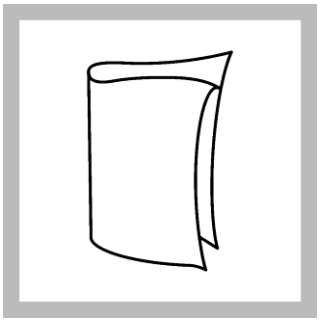
2. Lau sạch cuvet/ống đo mẫu mẫu trắng.



3. Đặt mẫu trắng vào giá giữ cuvet.



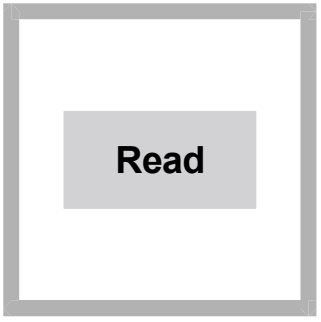
4. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị 0,0 mg/L COD.



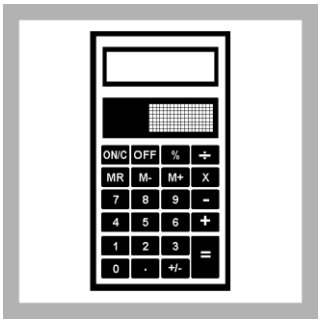
5. Lau sạch cuvet/ống đo mẫu đã chuẩn bị (mẫu).



6. Đặt mẫu đã chuẩn bị vào giá giữ cuvet.



7. Nhấn **READ**. Kết quả hiển thị theo mg/L COD.



8. Nếu dùng ống thuốc thử HR Plus: nhân kết quả với 10. Với độ chính xác cao nhất cho mẫu gần 1500 hoặc 15.000 mg/L COD, hãy lặp lại phép phân tích với mẫu đã pha loãng.

Mẫu trắng cho phép xác định bằng phương pháp đo màu

Có thể dùng mẫu trắng nhiều lần cho các phép đo dùng cùng lô ống thuốc thử. Đo độ hấp thụ của mẫu trắng theo thời gian và pha mẫu trắng mới khi độ hấp thụ thay đổi.

1. Đặt máy ở chế độ đo độ hấp thụ tại bước sóng thích hợp (xem Bảng 3 trang 6).
2. Thêm 5 mL nước khử ion vào một ống trống.
3. Đặt ống vào máy và chỉnh ZERO.
4. Đặt ống mẫu trắng dùng trong quy trình thử nghiệm vào máy và ghi lại giá trị độ hấp thụ.
5. Giữ mẫu trắng trong bóng tối.
6. Pha mẫu trắng mới khi độ hấp thụ thay đổi khoảng 0,01 đơn vị hấp thụ.

Nhiễu

Clorua là tác nhân gây nhiễu chính trong quy trình này. Mỗi ống COD có chứa thủy ngân sunfat để loại nhiễu clorua đến mức nêu trong Cột 1 của Bảng 2. Pha loãng mẫu có nồng độ clorua cao hơn giới hạn trong Cột 2.

Ghi chú: *Để có kết quả tốt nhất, dùng các dải LR và ULR cho các ống có nồng độ clorua cao (gần mức tối đa) và nồng độ COD thấp.*

Nếu pha loãng làm nồng độ COD quá thấp để đo chính xác, hãy thêm 0,50 g thủy ngân sunfat ($HgSO_4$) vào mỗi ống COD trước khi thêm mẫu. Thủy ngân sunfat bổ sung sẽ tăng mức clorua tối đa xử lý được lên giới hạn trong Cột 3.

Ghi chú: *Nhiễu do bromua không được loại bỏ bằng thủy ngân sunfat.*

Bảng 2. Giới hạn nồng độ clorua trong mẫu

Dải ống nghiệm	Cột 1 (Cl^- tối đa, mg/L)	Cột 2 (Cl^- tối đa cho mẫu pha loãng, mg/L)	Cột 3 (Cl^- tối đa khi thêm $HgSO_4$, mg/L)
ULR[2] (0.7–40.0 mg/L)	2000	1000	N/A
LR (3–150 mg/L)	2000	1000	8000

[2] ULR chỉ có trên các máy quang phổ đo được tại 350 nm.

Bảng 2. Giới hạn nồng độ clorua trong mẫu (tiếp)

Dải ống thuốc thử	Cột 1 (Cl^- tối đa, mg/L)	Cột 2 (Cl^- tối đa cho mẫu pha loãng, mg/L)	Cột 3 (Cl^- tối đa khi thêm thủy ngân sunfat, mg/L)
HR (20–1500 mg/L)	2000	1000	4000
HR Plus (200–15,000 mg/L)	20,000	10,000	40,000

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp dung dịch chuẩn

Dụng cụ–hóa chất cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn COD 1000 mg/L
- Bình định mức 100 mL, cấp A
- Pipet định mức, cấp A và bóng bóp pipet (pipet filler)
- Nước khử ion
- Kali hydro phtalat (KHP), sấy qua đêm ở 120 °C (chỉ áp dụng cho HR Plus)

0.7 đến 40.0 mg/L ULR

1. Pha dung dịch chuẩn COD 30 mg/L như sau:
   a. Dùng pipet thêm 3,00 mL dung dịch chuẩn 1000 mg/L vào bình định mức 100 mL.
   b. Thêm nước khử ion đến vạch mức. Trộn đều.
2. Dùng quy trình thử nghiệm để đo nồng độ dung dịch chuẩn đã pha.
3. So sánh kết quả kỳ vọng với kết quả thực tế.
   Ghi chú: *Có thể điều chỉnh nhẹ hiệu chuẩn nhà máy bằng tùy chọn điều chỉnh hiệu chuẩn theo chuẩn để thiết bị hiển thị đúng giá trị kỳ vọng của dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn đã điều chỉnh sẽ dùng cho tất cả kết quả. Việc này có thể tăng độ chính xác khi có biến thiên nhỏ ở thuốc thử hoặc thiết bị.*

3 đến 150 mg/L LR

1. Pha dung dịch chuẩn COD 100 mg/L như sau:
   a. Dùng pipet thêm 10 mL dung dịch chuẩn 1000 mg/L vào bình định mức 100 mL.
   b. Thêm nước khử ion đến vạch mức. Trộn đều.
2. Dùng quy trình thử nghiệm để đo nồng độ dung dịch chuẩn.
3. So sánh kết quả kỳ vọng với kết quả thực tế.
   Ghi chú: *Có thể điều chỉnh nhẹ hiệu chuẩn nhà máy bằng tùy chọn điều chỉnh hiệu chuẩn theo chuẩn để thiết bị hiển thị đúng giá trị kỳ vọng của dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn đã điều chỉnh sẽ dùng cho tất cả kết quả. Việc này có thể tăng độ chính xác khi có biến thiên nhỏ ở thuốc thử hoặc thiết bị.*

20 đến 1500 mg/L HR

1. Dùng quy trình thử nghiệm với dung dịch chuẩn COD 300 mg/L, 800 mg/L hoặc 1000 mg/L để đo nồng độ dung dịch chuẩn.
2. So sánh kết quả kỳ vọng với kết quả thực tế.
   Ghi chú: *Có thể điều chỉnh nhẹ hiệu chuẩn nhà máy bằng tùy chọn điều chỉnh hiệu chuẩn theo chuẩn để thiết bị hiển thị đúng giá trị kỳ vọng của dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn đã điều chỉnh sẽ dùng cho tất cả kết quả. Việc này có thể tăng độ chính xác khi có biến thiên nhỏ ở thuốc thử hoặc thiết bị.*

200 đến 15,000 mg/L HR Plus

1. Pha dung dịch chuẩn COD 10.000 mg/L như sau:
   a. Hòa tan 8,500 g KHP đã sấy khô vào 1000 mL nước khử ion không chứa chất hữu cơ.
2. Dùng quy trình thử nghiệm để đo nồng độ dung dịch chuẩn.
3. So sánh kết quả kỳ vọng với kết quả thực tế.
   Ghi chú: *Có thể điều chỉnh nhẹ hiệu chuẩn nhà máy bằng tùy chọn điều chỉnh hiệu chuẩn theo chuẩn để thiết bị hiển thị đúng giá trị kỳ vọng của dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn đã điều chỉnh sẽ dùng cho tất cả kết quả. Việc này có thể tăng độ chính xác khi có biến thiên nhỏ ở thuốc thử hoặc thiết bị.*

Thuốc thử thay thế

Có sẵn thuốc thử COD2 không chứa thủy ngân như một lựa chọn thay thế "không thủy ngân". Các thuốc thử này tương thích hoàn toàn với quy trình thử nghiệm và các chương trình đã lưu trong thiết bị. Khuyến nghị đo clorua và amoniac để có kết quả chính xác.

THÔNG BÁO

Thuốc thử COD2 không được USEPA chấp thuận. Do thuốc thử COD2 không chứa thủy ngân làm chất che (masking agent), chúng có thể biểu hiện nhiễu dương do clorua. Có thêm thông tin khi dùng cho các ứng dụng cụ thể.

Hiệu năng phương pháp

Dữ liệu hiệu năng dưới đây được rút ra từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm, đo bằng máy quang phổ trong điều kiện lý tưởng. Người dùng có thể thu được kết quả khác nhau khi điều kiện thử nghiệm thay đổi.

Chương trình	Chuẩn	Độ chụm (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy (mức thay đổi nồng độ khi Abs thay đổi 0,010)
431 (ULR)	30 mg/L COD	28.8–31.2 mg/L COD	0.5 mg/L COD
430 (LR)	80 mg/L COD	77–83 mg/L COD	3 mg/L COD
435 (HR)	800 mg/L COD	785–815 mg/L COD	23 mg/L COD
435 (HR Plus)	8000 mg/L COD	7850–8150 mg/L COD	230 mg/L COD

Tóm tắt phương pháp

Kết quả COD được định nghĩa là miligam O_2 tiêu thụ trên mỗi lít mẫu theo điều kiện của quy trình này. Mẫu được gia nhiệt 2 giờ với axit sulfuric và một chất oxi hóa mạnh; các hợp chất hữu cơ bị oxi hóa và khử dicromat ($Cr_2O_7^{2-}$) thành Cr^{3+}.

Khi dùng phương pháp đo màu cho dải 0,7–40,0 hoặc 3–150 mg/L, sẽ đo lượng Cr^{6+} còn dư trong mẫu. Khi dùng phương pháp HR (20–1500) hoặc HR Plus (200–15.000), sẽ đo lượng Cr^{3+} tạo thành. Thuốc thử COD cũng chứa bạc và thủy ngân. Bạc là chất xúc tác; thủy ngân dùng để tạo phức nhằm giảm nhiễu clorua.

Kết quả thử nghiệm được đo tại các bước sóng quy định trong Bảng 3.

Bảng 3. Bước sóng theo từng dải COD

Dải COD (mg/L)	Bước sóng
0.7–40.0 mg/L	350 nm (cho thiết bị phù hợp)
3–150 mg/L	420 nm
20–1500	620 nm (610 nm cho máy đo màu)
200–15,000 mg/L	620 nm (610 nm cho máy đo màu)

Phòng ngừa ô nhiễm và quản lý chất thải

Mẫu sau phản ứng có chứa thủy ngân, bạc và crom, phải thải bỏ như chất thải nguy hại. Thải dung dịch đã phản ứng theo quy định địa phương/tỉnh bang/liên bang. Người dùng tại Hoa Kỳ có thể sử dụng dịch vụ tái chế COD của Hach để thải bỏ ống COD. Xem mục Vật tư tiêu hao và vật tư thay thế ở trang 7.

Vật tư tiêu hao và vật tư thay thế

Thuốc thử bắt buộc

Mô tả	Số lượng/1 phép thử	Đơn vị	Mã hàng
COD, dải siêu thấp (ULR) 0,7–40,0 mg/L	1–2 ống	25 ống/thùng	2415825
COD, dải thấp (LR) 3–150 mg/L	1–2 ống	25 ống/thùng	2125825
COD, dải cao (HR) 20–1500 mg/L	1–2 ống	25 ống/thùng	2125925
COD, dải cao HR Plus 200–15.000 mg/L	1–2 ống	25 ống/thùng	2415925
Nước khử ion	thay đổi	4 L	27256

Thuốc thử thay thế và quy cách đóng gói

Mô tả	Số lượng/1 phép thử	Đơn vị	Mã hàng
COD2, dải thấp 0–150 mg/L COD	1–2 ống	25 ống/thùng	2565025
COD2, dải cao 0–1500 mg/L COD	1–2 ống	25 ống/thùng	2565125
COD2, dải cao 0–1500 mg/L COD	1–2 ống	150 ống/thùng	2565115
COD2, dải cao HR Plus 0–15.000 mg/L COD	1–2 ống	25 ống/thùng	2834325
Ống thuốc thử tiêu hủy COD, 3–150 mg/L COD	1–2 ống	150 ống/thùng	2125815
Ống thuốc thử tiêu hủy COD, 200–1500 mg/L COD	1–2 ống	150 ống/thùng	2125915
Ống thuốc thử tiêu hủy COD, ULR 0,7–40,0 mg/L COD	1–2 ống	150 ống/thùng	2415815
Ống thuốc thử tiêu hủy COD, HR plus 200–15.000 mg/L COD	1–2 ống	150 ống/thùng	2415915

Thiết bị/dụng cụ bắt buộc

Mô tả	Số lượng/1 phép thử	Đơn vị	Mã hàng
Máy xay, 2 tốc độ, tùy chọn 120 VAC	1	cái	2616100
OR			
Máy xay, 2 tốc độ, tùy chọn 240 VAC	1	cái	2616102
Bộ tiêu hủy DRB200, tùy chọn 110 VAC, 15 vị trí giếng 16 mm	1	cái	LTV082.53.40001
OR			
Bộ tiêu hủy DRB200, tùy chọn 220 VAC, 15 vị trí giếng 16 mm	1	cái	LTV082.52.40001
Bóng bóp an toàn cho pipet	1	cái	1465100
Pipet định mức, cấp A, 2,00 mL	1	cái	1451536

Chuẩn và dụng cụ khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã hàng
Cốc 250 mL	cái	50046H
Dung dịch chuẩn COD 300 mg/L	200 mL	1218629
Dung dịch chuẩn COD 300 mg/L	500mL	1218649

Chuẩn và dụng cụ khuyến nghị (tiếp)

Mô tả	Đơn vị	Mã hàng
Dung dịch chuẩn COD 800 mg/L	200 mL	2672629
Dung dịch chuẩn COD 1000 mg/L	200 mL	2253929
Chuẩn nhu cầu oxy (BOD, COD, TOC), ống ampul 10 mL	16 ống/thùng	2833510
Pipet TenSette® 0,1–1,0 mL	cái	1970001
Đầu típ cho pipet TenSette® 0,1–1,0 mL	50 cái/gói	2185696
Đầu típ cho pipet TenSette® 0,1–1,0 mL	1000 cái/gói	2185628
Kali hydro phtalat (KHP), ACS	500 g	31534
Thanh khuấy từ bát giác	cái	2095352
Máy khuấy điện từ, 120 VAC, kèm giá điện cực	cái	4530001
Máy khuấy điện từ, 230 VAC, kèm giá điện cực	cái	4530002
Giá ống nghiệm, thép không gỉ	cái	1864100
Khăn lau dùng một lần	70 khăn/thùng	2096900

Thuốc thử và dụng cụ tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã hàng
Cân phân tích, 80 g × 0,1 mg; 100–240 VAC	cái	2936701
Bình định mức, cấp A, 1000 mL, thủy tinh	cái	1457453
Bình định mức, cấp A, 100 mL, thủy tinh	cái	1457442
Pipet định mức, cấp A, 3 mL	cái	1451503
Pipet định mức, cấp A, 10 mL	cái	1451538
Axit sulfuric, ACS	500 mL	97949
Dung dịch chuẩn nước thải đầu vào, đa chỉ tiêu (NH_3–N, NO_3–N, PO_4^{3-}, COD, SO_4^{2-}, TOC)	500 mL	2833149
EZ COD™ chai tái chế 5 gal, tùy chọn giao hàng (chỉ khách Mỹ) – chỉ có cỡ 20 và 55 gal	cái	2895405
EZ COD™ chai tái chế 5 gal, tùy chọn nhận tại chỗ (chỉ khách Mỹ) – chỉ có cỡ 20 và 55 gal	cái	2895405P
Bao ngón tay	2 cái/gói	1464702
Găng tay chống hóa chất, size 9–9,5	1 đôi	2410104[3]
Giấy cân, 100 × 100 mm	500 tờ/gói	1473885
Kính bảo hộ, có thông gió	cái	2550700
Dung dịch chuẩn nước thải đầu vào, đa chỉ tiêu (NH_3–N, NO_3–N, PO_4^{3-}, COD, SO_4^{2-}, TOC)	500 mL	2833249

[3] Có sẵn 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, 1989–2016, 2021. All rights reserved.

05/2021, Edition 12