Sắt

DOC316.32.01048

FerroZine® Method[1]

0,009 đến 1,400 mg/L Fe

Phương pháp 8147

Bao gối dung dịch thuốc thử

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho nước ngọt và nước biển.

1 Chuyển thể từ Stookey, L.L., Anal. Chem., 42(7), 779 (1970).

Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin riêng cho từng thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả thiết bị có chương trình cho phép thực hiện thử nghiệm này. Bảng cũng nêu rõ yêu cầu về ống mẫu và hướng đặt khi sử dụng thuốc thử, như dạng gối bột hoặc thuốc thử số lượng lớn.

Để sử dụng bảng, chọn thiết bị phù hợp rồi xem thông tin chi tiết tương ứng cho thử nghiệm này.

Bảng 1 Thông tin thiết bị cụ thể

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

Trước khi bắt đầu

Để đảm bảo đo được mọi dạng của kim loại, hãy xử lý mẫu bằng nhiệt và axit. Có thể chọn phương pháp xử lý nhẹ hoặc mạnh tùy ý. Xem Hướng dẫn Phân tích Nước để biết thêm chi tiết.
Làm sạch toàn bộ dụng cụ thủy tinh bằng axit hydrochloric 6.0 N (1:1), sau đó rửa lại bằng nước đã khử ion loại bỏ chất bẩn.
Để đạt kết quả tối ưu, hãy đo giá trị mẫu trắng của hóa chất cho từng lô mới. Thay mẫu bằng nước đã khử ion trong quá trình kiểm tra để xác định giá trị mẫu trắng. Trừ giá trị mẫu trắng khỏi kết quả mẫu tự động bằng tùy chọn điều chỉnh mẫu trắng.
Nếu mẫu có chứa gỉ sắt, hãy tham khảo Nhiễu ở trang 3.
Thuốc thử FerroZine có thể kết tinh hoặc tạo kết tủa nếu bảo quản ở nhiệt độ lạnh trong quá trình vận chuyển. Chất lượng thuốc thử không bị ảnh hưởng. Hãy ngâm thuốc thử vào nước ấm để hoà tan kết tủa.
Xem các Bảng Dữ liệu An toàn (MSDS/SDS) cho hóa chất sử dụng. Sử dụng thiết bị bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.
Loại bỏ dung dịch đã phản ứng theo quy định của địa phương, bang và liên bang. Xem các Bảng Dữ liệu An toàn để biết thông tin xử lý các hóa chất chưa sử dụng. Liên hệ với nhân viên môi trường, sức khỏe và an toàn tại nơi làm việc hoặc cơ quan quản lý địa phương để biết thêm hướng dẫn xử lý.

Những vật dụng cần chuẩn bị

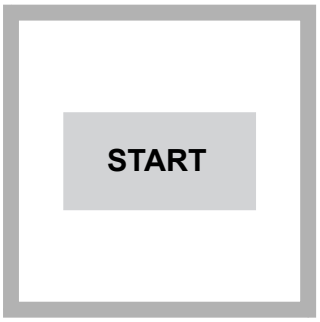
Mô tả	Số lượng
Gói thuốc thử FerroZine Iron Reagent Solution, hoặc	1
Dung dịch thuốc thử FerroZine Iron Reagent Solution	0,5 mL
Bình trộn dung tích 25 mL có vạch chia và nút đậy	1
Kéo cắt gói dung dịch	1
Ống đo mâu (Để biết thông tin về ống đo, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn ánh sáng, vui lòng xem Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.)	2

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

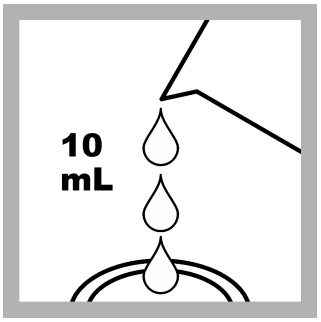
Thu thập và bảo quản mẫu

- Thu mẫu bằng chai thủy tinh hoặc nhựa sạch đã được rửa với axit clohydric 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 cho mỗi lít). Nếu kiểm tra ngay, không cần thêm axit.
- Nếu chỉ đo sắt hòa tan, hãy lọc mẫu ngay sau khi lấy và trước khi axit hóa.
- Bảo quản mẫu ở nhiệt độ phòng tối đa 6 tháng.
- Trước khi phân tích, điều chỉnh pH về khoảng 3–5 bằng dung dịch amoni hydroxit 10%. Không để pH vượt quá 5 để tránh sắt kết tủa.
- Hiệu chỉnh kết quả thử nghiệm theo lượng dung dịch đã thêm vào.

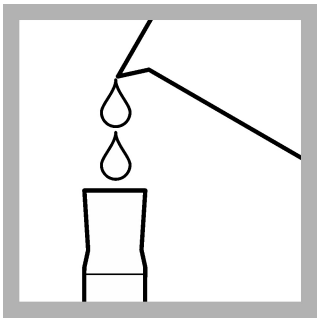
Quy trình dùng gói thuốc thử hoặc dung dịch số lượng lớn



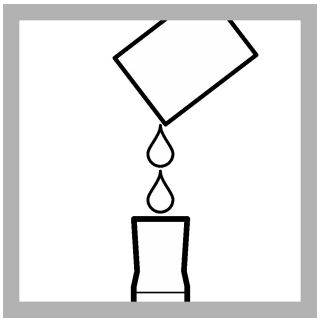
1. Khởi động chương trình **260 Sắt, FerroZine**. Để biết thông tin về ống đo mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, vui lòng xem Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.
   Lưu ý: *Tên chương trình có thể khác nhau giữa các thiết bị, nhưng số hiệu chương trình thì không thay đổi.*



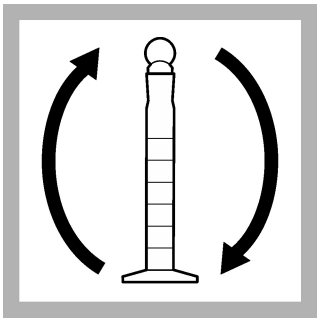
2. **Chuẩn bị mẫu trắng:** Đổ 10 mL mẫu vào ống nghiệm.



3. **Chuẩn bị mẫu thử:** Đổ mẫu vào ống trộn đến vạch 25 mL.



4. Thêm một gói thuốc thử FerroZine Iron vào ống trộn.

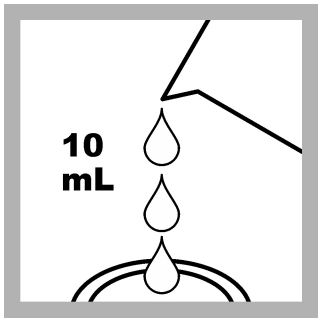


5. Đậy nắp lên ống trộn. Lật ngược ống trộn nhiều lần để hòa đều.

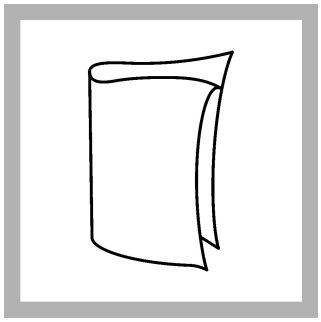


6. Bật bộ đếm thời gian trên thiết bị. Thời gian phản ứng 5 phút bắt đầu.

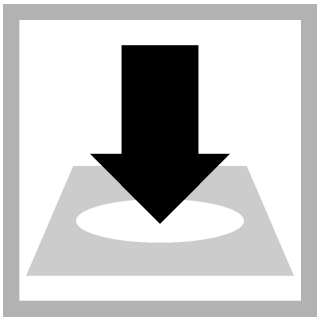
Mẫu sẽ chuyển sang màu tím nếu có sắt trong đó.



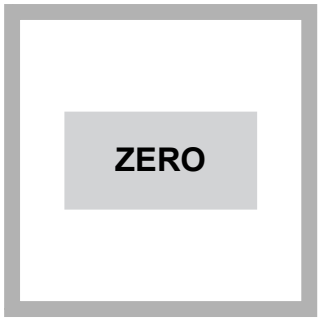
7. Khi hết thời gian, rót 10 mL mẫu đã chuẩn bị từ ống trộn vào ô mẫu thứ hai.



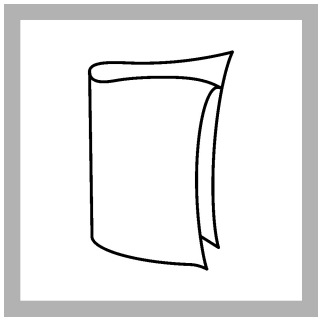
8. Vệ sinh ống mẫu trắng.



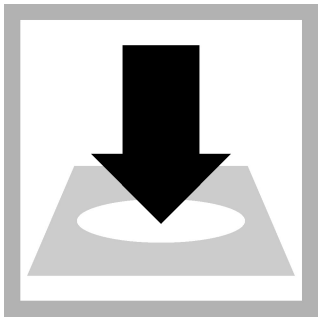
9. Đặt mẫu trắng vào giá giữ.



10. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị 0.000 mg/L Fe.



11. Làm sạch ống mẫu đã chuẩn bị.



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



13. Nhấn **READ**. Kết quả hiển thị bằng mg/L Fe.

Mức độ ảnh hưởng

Chất gây nhiễu	Mức độ ảnh hưởng
Chất tạo phức mạnh (EDTA)	Ảnh hưởng ở mọi mức. Nên dùng phương pháp FerroVer® hoặc TPTZ cho các mẫu này. Đối với mẫu có nồng độ sắt thấp, hãy sử dụng phương pháp TPTZ.
Coban	Có thể cho kết quả hơi cao hơn thực tế.
Đồng	Có thể cho kết quả hơi cao hơn thực tế.
Hydroxide	Thêm 1 mL thuốc thử sắt FerroZine vào 50 mL mẫu, sau đó đun sôi mẫu trong bồn nước sôi 1 phút. Để mẫu nguội về nhiệt độ phòng rồi bắt đầu hẹn giờ trên thiết bị. Bổ sung nước khử ion để đảm bảo mẫu trở lại đủ 50 mL.

Chất gây nhiễu	Mức độ ảnh hưởng
Magnetit (oxit sắt đen) hoặc Ferrit	Cho 1 mL thuốc thử sắt FerroZine vào 50 mL mẫu, sau đó đun nhẹ mẫu trong bể nước sôi từ 20 đến 30 phút. ***Lưu ý:*** *Không để mẫu cạn nước khi đun. Nếu có sắt trong mẫu, màu tím sẽ xuất hiện.* Để mẫu nguội về nhiệt độ phòng. Bổ sung nước khử ion để mẫu đạt 50 mL. Tiếp tục thực hiện theo quy trình sau khi hết bước hẹn giờ.
Gỉ sắt	Thêm 1 mL thuốc thử sắt FerroZine vào 50 mL mẫu, đun mẫu trong bể nước sôi 1 phút. Để mẫu nguội về nhiệt độ phòng, sau đó khởi động bộ hẹn giờ trên thiết bị. Điều chỉnh lại mẫu về 50 mL bằng nước khử ion.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm chuẩn (chốt mẫu)

Sử dụng phương pháp thêm chuẩn (áp dụng cho các thiết bị phù hợp) để kiểm tra độ chính xác của quy trình thử nghiệm, hóa chất và thiết bị, cũng như xác định xem mẫu có bị nhiễu hay không. Cần chuẩn bị các vật dụng sau:

- Tiêu chuẩn Ampule Iron Voluette®, 10 mg/L Fe
- Dụng cụ bẻ ampule
- Bộ pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL kèm đầu pipet

1. Thực hiện quy trình thử nghiệm để đo nồng độ mẫu, sau đó giữ mẫu chưa được thêm chuẩn trong thiết bị.
2. Chọn mục Thêm Chuẩn trong menu thiết bị.
3. Chọn giá trị nồng độ chuẩn, thể tích mẫu và thể tích thêm chuẩn.
4. Mở dung dịch chuẩn.
5. Chuẩn bị ba mẫu có thêm 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 25 mL. Trộn đều.
6. Tiến hành đo nồng độ của từng mẫu đã thêm chuẩn bằng quy trình thử nghiệm. Bắt đầu với mẫu có thêm chuẩn ít nhất. Đo 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 đáng kể so với dự kiến, hãy kiểm tra kỹ thể tích mẫu và thể tích thêm chuẩn đã đo. Các giá trị này cần phù hợp với lựa chọn trong menu thêm chuẩn. Nếu kết quả ngoài mức 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 thử nghiệm, hóa chất và thiết bị.

Cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn sắt, 100 mg/L
- Bình định mức 500 mL, loại A
- Pipet định mức 5 mL, loại A kèm bóng an toàn bơm pipet
- Nước khử ion

1. Chuẩn bị dung dịch chuẩn sắt 1,0 mg/L theo hướng dẫn sau:

a. Dùng pipet lấy 5,00 mL dung dịch chuẩn sắt 100 mg/L cho vào bình định mức.
b. Thêm nước khử ion đến vạch định mức và lắc đều. Nên chuẩn bị dung dịch này mỗi ngày.

2. Tiến hành đo nồng độ dung dịch chuẩn vừa pha bằng phương pháp FerroZine (1,400 mg/L).

3. So sánh kết quả mong đợi với kết quả thực tế.

Lưu ý: *Việc hiệu chuẩn tại nhà máy có thể được điều chỉnh nhẹ bằng tùy chọn điều chỉnh tiêu chuẩn, giúp thiết bị hiển thị giá trị mong muốn của dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn đã điều chỉnh này sẽ áp dụng cho tất cả kết quả kiểm tra. Điều chỉnh này giúp nâng cao độ chính xác khi có sự thay đổi nhỏ về hóa chất hoặc thiết bị.*

Hiệu suất phương pháp

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

Chương trình	Tiêu chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Sự thay đổi nồng độ trên mỗi 0.010 đơn vị hấp thụ
260	1.000 mg/L Fe	0.985–1.015 mg/L Fe	0.009 mg/L Fe

Tóm tắt phương pháp

Thuốc thử FerroZine® tạo thành phức hợp màu tím với lượng sắt vi lượng trong mẫu đã được đệm pH 3.5. Phương pháp này phù hợp để xác định hàm lượng sắt vi lượng trong hóa chất và glycol. Khi có quá trình phân giải, phương pháp còn có thể phân tích mẫu chứa magnetit (oxit sắt đen) hoặc ferrit. Độ dài sóng đo là 562 nm cho máy quang phổ hoặc 560 nm cho máy đo màu.

Vật tư tiêu hao và thiết bị thay thế

Hóa chất cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch thuốc thử FerroZine®1	0,5 mL	500 mL	230149
HOẶC			
FerroZine® Gói dung dịch thử sắt	1	50 gói/hộp	230166

1 FerroZine là thương hiệu đã đăng ký của Công ty Hach.

Thiết bị cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Kéo cắt túi nhựa	1	cái	96800
Xilanh trộn, chia vạch, 25 mL có nút đậy	1	cái	2088640
Ống nghiệm vuông 10 mL, cặp đôi đạt chuẩn	2	2 ống/gói	2495402

Tiêu chuẩn và thiết bị khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch chuẩn sắt, 100 mg/L Fe	100 mL	1417542
Dung dịch tiêu chuẩn sắt, Ống Voluette 10 mL® , 25 mg/L Fe	16 ống/hộp	1425310
Dung dịch chuẩn cho nước uống chứa kim loại, LR cho Cu, Fe, Mn	500 mL	2833749
Bình định mức, loại A, thủy tinh 500 mL	cái	1457449
Pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL	cái	1970001
Đầu tip cho pipet TenSette® , 0,1–1,0 mL	50 cái/gói	2185696
Đầu tip cho pipet TenSette® , 0,1–1,0 mL	1000 cái/hộp	2185628
Pipet định mức 5,00 mL	cái	1451537
Bầu bơm pipet an toàn	cái	1465100

Thuốc thử và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Amoni Hydroxit, 10%	100 mL MDB	1473632
Dung dịch Axit Clohydric, 6 N (1:1)	500 mL	88449
Axit Nitric, đậm đặc	500 mL	15249

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. All rights reserved.

01/2014, Edition 9