Các hợp chất amoni bậc bốn

DOC316.32.01128

Phương pháp phức nhị phân trực tiếp **Phương pháp 8337**

0,2 đến 5,0 mg/L tính theo CTAB (cetyl-trimethylammonium bromide) **Viên bột phân tích**

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho nước tháp giải nhiệt và nước hồ bơi/hồ spa.

Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin thiết bị cụ thể

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình kiểm tra này. Bảng cũng cung cấp thông tin về mẫu và cách đặt mẫu cho từng thiết bị cụ thể.

Để sử dụng bảng, hãy chọn thiết bị rồi đọc ngang để tìm thông tin phù hợp cho phép kiểm tra này.

Bảng 1 Thông tin thiết bị cụ thể

Thiết bị	Vị trí mẫu	Mẫu kiểm tra
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Dòng chỉ báo mức nằm bên phải.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Dòng chỉ báo mức hướng về phía người sử dụng.	

Trước khi bắt đầu

Các ống nghiệm mẫu có thể xuất hiện lớp màng hồng hoặc tím sau vài lần phân tích. Để làm sạch, hãy tráng bằng dung dịch natri hydroxit 1,0 N, sau đó rửa lại bằng chất tẩy và nước khử ion.
Hãy xem lại các Bảng Dữ Liệu An Toàn Hóa Chất (MSDS/SDS) của hóa chất sử dụng. Luôn mang thiết bị bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.
Xử lý các dung dịch đã phản ứng theo đúng quy định của địa phương, bang và liên bang. Tham khảo Bảng Dữ Liệu An Toàn Hóa Chất để biết cách xử lý hoá chất chưa sử dụng. Liên hệ bộ phận an toàn, môi trường và sức khỏe tại cơ sở của bạn hoặc các cơ quan quản lý địa phương để biết thêm thông tin về việc xử lý.

Các vật dụng cần chuẩn bị

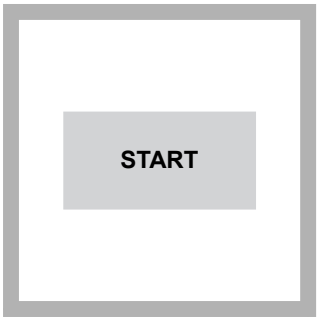
Mô tả	Số lượng
Gói bột QAC Reagent 1	2
Gói bột QAC Reagent 2	2
Chai vuông, có vạch 25 mL	2
Kềm cắt gói nhựa	1
Ống nghiệm (Thông tin về ống nghiệm, bộ chuyển đổi hoặc tấm che ánh sáng, xem Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.)	2

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

Thu thập và bảo quản mẫu

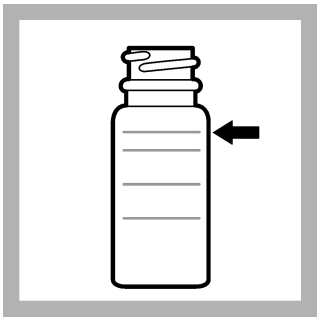
- Lấy mẫu vào chai thủy tinh đã được tráng nhiều lần bằng chính mẫu thử. Không sử dụng chai nhựa vì có thể hấp thụ các hợp chất amoni bậc bốn.
- Để bảo quản mẫu chờ phân tích, điều chỉnh pH của mẫu xuống dưới 2 bằng axit sulfuric đậm đặc (khoảng 2 mL cho mỗi lít). Không cần thêm axit nếu phân tích ngay.
- Bảo quản mẫu đã xử lý ở nhiệt độ không quá 6 °C (43 °F) và không quá 28 ngày.
- Để mẫu trở về nhiệt độ phòng trước khi phân tích.
- Trước khi tiến hành, điều chỉnh lại pH về khoảng 7 bằng dung dịch natri hydroxit 5 N.
- Chỉnh lại kết quả xét nghiệm theo độ pha loãng do bổ sung thể tích.

Quy trình kiểm tra

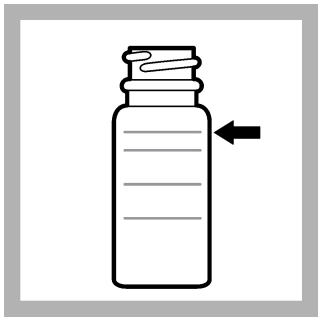


1. Khởi động chương trình **401 QAC**. Để biết thêm thông tin về các lọ mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy tham khảo Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.

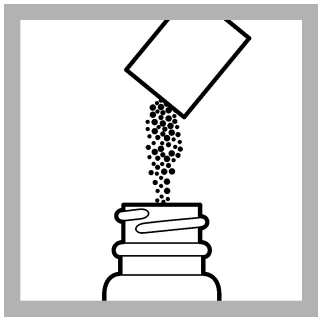
Lưu ý: *Tên chương trình có thể khác nhau giữa các thiết bị, nhưng số chương trình thì không thay đổi.*



2. Chuẩn bị mẫu trắng: Rót nước đã được khử ion vào bình pha chế có vạch đến mức 25 mL.



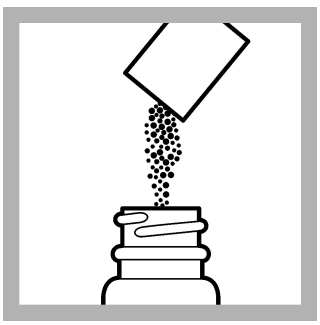
3. Chuẩn bị mẫu thử: Rót mẫu thử vào bình pha chế thứ hai có vạch đến mức 25 mL.



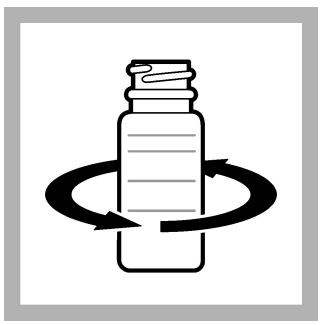
4. Thêm một gói bột QAC Reagent 1 vào mỗi bình.



5. Lắc nhẹ các bình để hòa tan hóa chất. **Không được lắc mạnh!** Lắc mạnh sẽ tạo bọt khí làm sai kết quả.



6. Thêm một gói bột QAC Reagent 2 vào mỗi bình.



7. Lắc nhẹ chai để hòa tan hóa chất. **Không được lắc mạnh**.

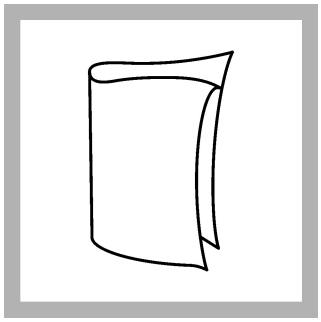
Nếu trong mẫu có hợp chất amoni bậc bốn, dung dịch sẽ chuyển sang màu tím.



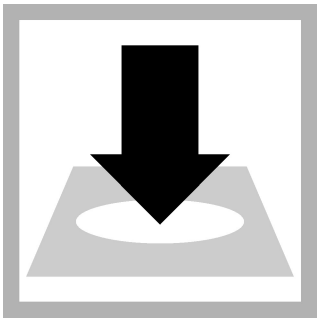
8. Bắt đầu bấm giờ trên thiết bị. Thời gian phản ứng là 2 phút.



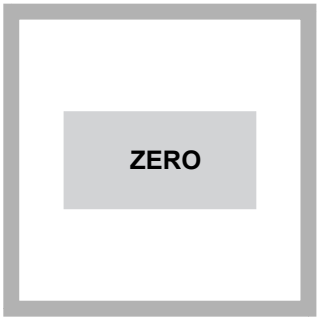
9. Rót 10 mL dung dịch trắng vào ống nghiệm mẫu.



10. Khi hết thời gian, vệ sinh ống nghiệm mẫu trắng.



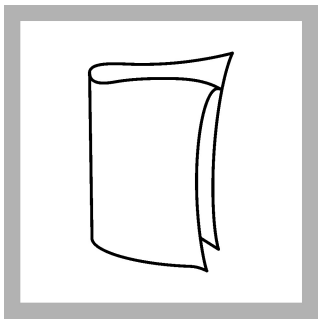
11. Đặt ống nghiệm trắng vào giá giữ mẫu.



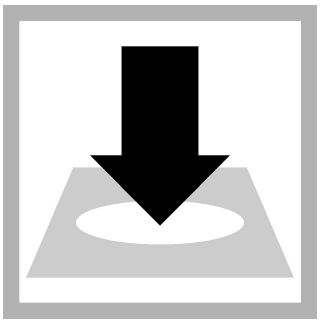
12. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị 0,0 mg/L CTAB.



13. Rót 10 mL mẫu đã chuẩn bị vào ống nghiệm mẫu.



14. Làm sạch ống nghiệm chứa mẫu đã chuẩn bị.



15. Đặt mẫu đã chuẩn bị vào giá giữ mẫu.



16. Nhấn **READ**. Kết quả sẽ hiển thị theo mg/L CTAB.

Nhiễu

Các nghiên cứu về nhiễu được thực hiện với dung dịch chuẩn CTAB khoảng 3 mg/L có chứa các chất có khả năng gây nhiễu. Một chất được xem là gây nhiễu khi nồng độ kết quả thay đổi từ 10% trở lên. Bảng 2 liệt kê các chất gây nhiễu và ngưỡng ảnh hưởng. Bảng 3 liệt kê các chất không gây nhiễu ở các nồng độ đã kiểm tra.

Bảng 2 Các chất gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Canxi (dưới dạng $CaCO_3$)	Gây nhiễu dương khi vượt quá 1350 mg/L
Clor, HOCl và ClO^-	Gây nhiễu dương khi vượt quá 7 mg/L
Axit xyanuric	Gây nhiễu âm khi vượt quá 70 mg/L
Chất hoạt động bề mặt không ion Igepal™	Gây nhiễu dương khi vượt quá 3 mg/L
Iốt, I_3^-	Gây nhiễu dương khi vượt quá 3 mg/L
Sắt, Fe^{3+}	Gây nhiễu dương khi vượt quá 80 mg/L
Liquimine™ 14-P, amine tạo màng	Gây nhiễu dương ở mức trên 1825 mg/L
Magie, Mg^{2+} (dưới dạng $CaCO_3$)	Gây nhiễu dương khi vượt quá 1350 mg/L
Niaproof™ chất hoạt động bề mặt anion	Gây nhiễu âm ở mức trên 11 mg/L
Axit polyacrylic	Gây nhiễu âm ở mức trên 16 mg/L
Natri lauryl sulfate	Gây nhiễu âm ở mức trên 8 mg/L
Natri polyphosphate	Gây nhiễu dương ở mức trên 1325 mg/L
Tribenzylamin	Gây nhiễu dương khi vượt quá 7 mg/L
Triton X-100™ chất hoạt động bề mặt không ion	Gây nhiễu dương ở mức trên 4 mg/L

Bảng 2 Các chất gây nhiễu (tiếp tục)

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Urê	Gây nhiễu dương khi vượt quá 8 mg/L
Mẫu có đệm mạnh hoặc pH mẫu ở mức cực đoan	Có thể làm cho việc điều chỉnh pH mẫu bằng hóa chất không chính xác. Có thể cần xử lý mẫu trước khi kiểm tra. Hãy điều chỉnh pH mẫu về khoảng từ 3 đến 5 bằng axit hoặc bazơ như dung dịch chuẩn axit sulfuric 1.0 N hoặc Dung dịch chuẩn natri hydroxit 1.0 N. Chỉnh sửa kết quả xét nghiệm để tính đến sự pha loãng do lượng dung dịch thêm vào.

Bảng 3 Các chất không gây nhiễu

Chất không gây nhiễu	Nồng độ cao nhất đã kiểm tra (mg/L)
Silic dioxit, SiO_2	400
Phèn kali, $AlKS_2O_8$	500
Natri thiosulfat, $Na_2S_2O_3$	30

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm chuẩn (bổ sung mẫu)

Sử dụng phương pháp thêm chuẩn (áp dụng cho các thiết bị phù hợp) để xác nhận quy trình thử nghiệm, hóa chất và thiết bị, đồng thời phát hiện có sự giao thoa trong mẫu hay không.

Các vật tư cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn CTAB 100 mg/L
- Bình trộn 25 mL (3 cái)
- Pipet TenSette và đầu pipet

1. Thực hiện quy trình kiểm tra để đo nồng độ mẫu, sau đó giữ mẫu (chưa bổ sung chuẩn) trong thiết bị.
2. Truy cập mục Bổ sung chuẩn trên menu thiết bị.
3. Chọn giá trị cho nồng độ chuẩn, thể tích mẫu và lượng chuẩn thêm.
4. Mở dung dịch chuẩn.
5. Chuẩn bị ba mẫu đã bổ sung 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, mỗi phần 25 mL. Trộn đều.
6. Tiến hành đo nồng độ từng mẫu đã bổ sung chuẩn theo quy trình kiểm tra. Bắt đầu với mẫu có lượng chuẩn nhỏ nhất. Đo từng mẫu đã bổ sung chuẩn trên thiết bị.
7. Chọn **Biểu đồ** để so sánh kết quả dự đoán với kết quả thực tế.

Lưu ý: *Nếu kết quả thực tế khác biệt lớn với dự đoán, hãy đảm bảo thể tích mẫu và lượng chuẩn bổ sung được đo chính xác. Các thông số này phải khớp với lựa chọn trong menu bổ sung chuẩn. Nếu kết quả nằm ngoài giới hạn cho phép, mẫu có thể đã bị nhiễu.*

Phương pháp dung dịch chuẩn

Dùng phương pháp dung dịch chuẩn để xác nhận quy trình kiểm tra, thuốc thử và thiết bị.

Các vật tư cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn CTAB 100 mg/L
- Bình định mức 100 mL, loại A
- Pipet định mức 5,0 mL, loại A và bóng bơm an toàn cho pipet
- Nước khử ion Hợp chất amoni bậc bốn, Phương pháp phức trực tiếp hai thành phần (5,0 mg/L)

1. Chuẩn bị dung dịch chuẩn CTAB 5,0 mg/L theo hướng dẫn sau:
   a. Dùng pipet lấy 5,00 mL dung dịch chuẩn CTAB 100 mg/L cho vào bình định mức.
   b. Thêm nước khử ion đến vạch, lắc đều. Dung dịch này cần được chuẩn bị mới mỗi ngày.
2. Tiến hành đo nồng độ dung dịch chuẩn vừa chuẩn bị theo quy trình kiểm tra.
3. So sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế.

Lưu ý: *Có thể điều chỉnh hiệu chuẩn tại nhà máy bằng tùy chọn chỉnh chuẩn để thiết bị hiển thị giá trị mong muốn của dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn đã điều chỉnh sẽ áp dụng cho mọi kết quả kiểm tra. Việc này giúp tăng 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 dưới đây được lấy từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm bằng thiết bị đo quang phổ dưới điều kiện lý tưởng. Kết quả thực tế có thể khác nhau tùy vào điều kiện kiểm tra.

Chương trình	Chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Sự thay đổi nồng độ trên mỗi thay đổi 0,010 Abs
401	3,0 mg/L CTAB	2,7–3,3 mg/L CTAB	0,04 mg/L CTAB

Tóm tắt phương pháp

Các hóa chất giúp giữ mẫu ở pH axit và có thêm chất che chắn để loại bỏ các tác nhân gây nhiễu. Chỉ thị sẽ phản ứng với các hợp chất amoni bậc bốn trong mẫu, tạo ra màu từ hồng nhạt đến tím đậm. Phép thử này thích hợp để kiểm soát hợp chất amoni bậc bốn trong hồ bơi và tháp làm mát. Bước sóng đo là 575 nm.

Vật tư tiêu hao và linh kiện thay thế

Hóa chất cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bộ thuốc thử hợp chất amoni bậc bốn (100 lần thử), bao gồm:	—	—	2459200
(4) Gói bột thuốc thử QAC số 1	2 gói	50/gói	2401066
(8) Gói bột thuốc thử QAC số 2	2 gói	25/gói	2401268
Nước đã khử ion	dao động	4 L	27256

Thiết bị cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bình vuông có vạch 25 mL	1	mỗi cái	1704200
Kìm cắt gói nhựa	1	mỗi cái	96800

Tiêu chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch chuẩn QAC, 100 mg/L dạng CTAB	100 mL	2415342

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bột giặt Alconox™	1,8 kg	2088000
Bàn chải rửa ống nghiệm	Cái	69000
Bình định mức, loại A, 100 mL	Cái	1457442
Pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL	Cái	1970001
Đầu pipet dùng cho Pipet TenSette® , 0,1–1,0 mL	50 cái/gói	2185696
Pipet thể tích, loại A, 5,00 mL	Cái	1451537
Bóng hút pipet an toàn	Cái	1465100
Dung dịch chuẩn Natri Hydroxit, 1.0 N	100 mL MDB	104532
Dung dịch Natri Hydroxide, 5 N	50 mL	245026
Axit Sunfuric, chuẩn ACS	500 mL	97949
Dung dịch chuẩn Axit Sunfuric, 1 N	100 mL MDB	127032

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. All rights reserved.

03/2014, Edition 8