

USEPA₁ Periodate Oxidation Method₂

Phương pháp 8034

0,1 đến 20,0 mg/L Mn (HR)

Gói bột phản ứng

Phạm vi và ứng dụng: Dùng để xác định mangan hòa tan trong nước và nước thải.

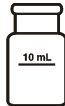
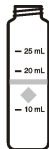
1 Được USEPA phê duyệt cho báo cáo phân tích nước thải (yêu cầu tiền xử lý mẫu). Federal Register, 44(116)34 193 (14 tháng 6, 1979).Chỉnh sửa từ Phương pháp Chuẩn Kiểm Tra Nước và Nước thải.

**Chuẩn bị thử nghiệm****Thông tin dành riêng cho thiết bị**

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình chạy xét nghiệm này. Bảng còn nêu yêu cầu về ống mẫu và hướng đặt khi thực hiện thử nghiệm với gói bột hoặc hóa chất số lượng lớn.

Để sử dụng bảng, hãy chọn thiết bị rồi dò theo hàng để tìm thông tin phù hợp với xét nghiệm này.

Bảng 1 Thông tin chi tiết theo thiết bị

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

Chuẩn bị trước khi bắt đầu

Lắp nắp thiết bị vào giá đỡ cell DR 900 trước khi nhấn nút ZERO hoặc READ.

Để đảm bảo đo được tất cả dạng kim loại, hãy phân hủy mẫu bằng nhiệt và axit. Có thể sử dụng phương pháp phân hủy nhẹ hoặc mạnh. Tham khảo Hướng dẫn Phân tích Nước để biết thêm thông tin.

Để đạt kết quả tối ưu, hãy xác định giá trị mẫu trắng của thuốc thử cho từng lô mới. Thay mẫu bằng nước khử ion trong quy trình kiểm tra để xác định mẫu trắng. Trừ giá trị mẫu trắng của thuốc thử khỏi kết quả mẫu bằng tùy chọn điều chỉnh mẫu trắng.

Xem lại Bảng Dữ liệu An toàn hóa chất (MSDS/SDS) cho các hóa chất sử dụng. Đeo thiết bị bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.

Xử lý dung dịch đã phản ứng theo quy định của địa phương, tiểu bang và liên bang. Tham khảo Bảng Dữ liệu An toàn hóa chất để biết hướng dẫn xử lý thuốc thử chưa dùng. Liên hệ với bộ phận môi trường, sức khỏe và an toàn của cơ sở hoặc cơ quan quản lý địa phương để được hướng dẫn xử lý bổ sung.

Các vật dụng cần chuẩn bị

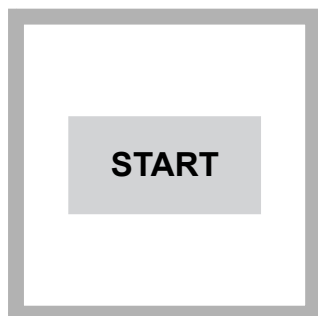
Mô tả	Số lượng
Bộ thuốc thử mangan dài cao, 10 mL	1
Ống mẫu (Để biết thêm về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc chắn sáng, vui lòng xem Thông tin thiết bị cụ thể trang 1.)	2

Xem Vật tư tiêu hao và phụ kiện thay thế ở trang 5 để biết thông tin đặt hàng.

Thu thập và bảo quản mẫu

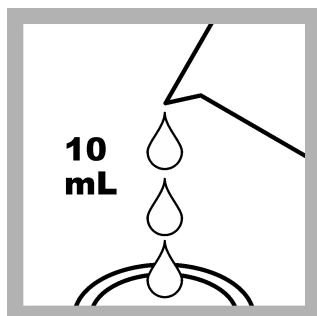
- Thu mẫu vào chai nhựa đã được rửa bằng axit. Không dùng chai thủy tinh để tránh việc mangan có thể bám lên bề mặt kính.
- Nếu chỉ xác định mangan hòa tan, hãy lọc mẫu trước khi thêm axit.
- Để bảo quản mẫu cho việc phân tích sau này, điều chỉnh pH mẫu xuống dưới 2 bằng axit nitric đậm đặc (khoảng 2 mL cho mỗi lít). Nếu kiểm tra mẫu ngay, không cần bổ sung axit.
- Bảo quản mẫu đã xử lý ở nhiệt độ phòng, tối đa 6 tháng.
- Trước khi phân tích, điều chỉnh pH về khoảng 4–5 bằng dung dịch chuẩn natri hydroxit 5 N. Không để pH vượt quá 5 để tránh mangan kết tủa.
- Hiệu chỉnh kết quả xét nghiệm nếu có sự pha loãng do thêm các dung dịch vào mẫu.

Quy trình sử dụng gói bột

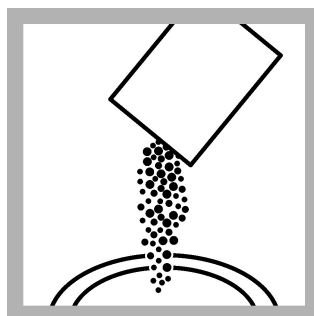


1. Khởi động chương trình **295 Mangan, HR**. Để biết thông tin về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, xem Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.

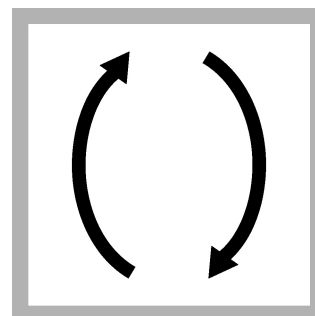
Lưu ý: Tên chương trình có thể khác nhau giữa các thiết bị, nhưng số chương trình luôn giữ nguyên.



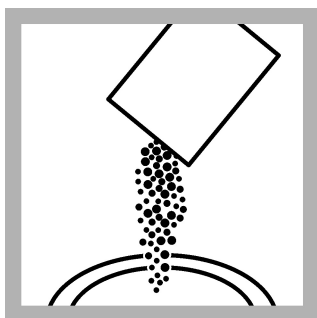
2. **Chuẩn bị mẫu:** Đổ 10 mL mẫu vào ống mẫu.



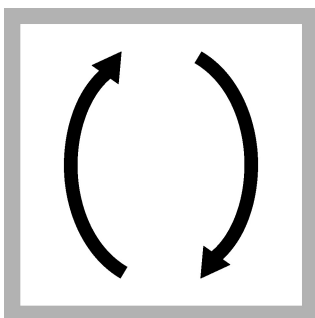
3. Thêm toàn bộ bột đệm dạng gói, loại Citrate dành cho Mangan vào mẫu.



4. Đậy kín mẫu bằng nút và lật ngược để trộn đều.



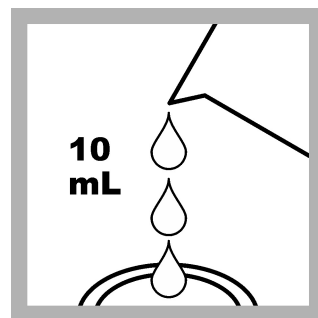
5. Cho toàn bộ gói bột Sodium Periodate vào ống mẫu.



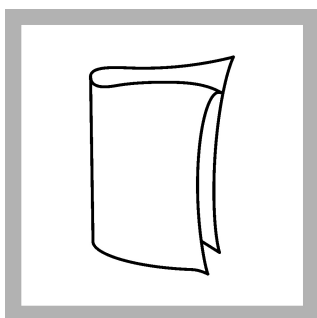
6. Đậy nắp ống mẫu lại, lật ngược để trộn đều. Nếu mẫu có chứa mangan, dung dịch sẽ chuyển sang màu tím.



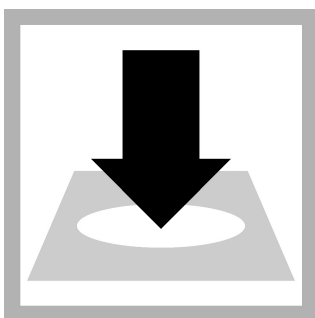
7. Bắt đầu bấm giờ trên thiết bị. Thời gian phản ứng diễn ra trong 2 phút.



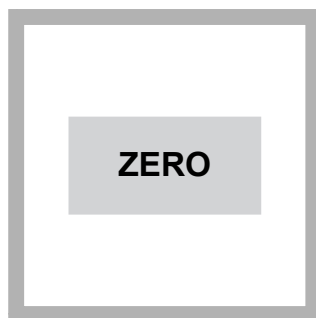
8. **Chuẩn bị mẫu trắng:** Đổ 10 mL mẫu vào ống mẫu thứ hai.



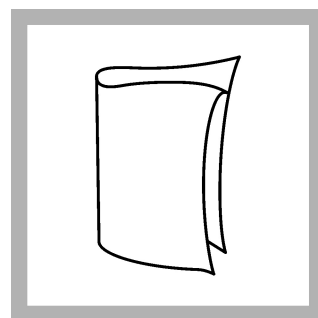
9. Khi đồng hồ kết thúc, hãy vệ sinh ống mẫu trắng.



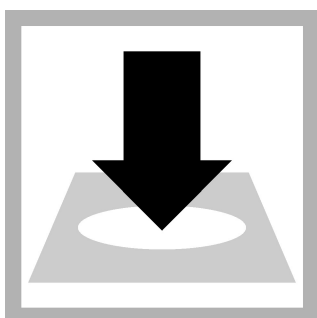
10. Đặt ống mẫu trắng vào khay chứa mẫu.



11. Nhấn **ĐẶT ĐIỂM 0**. Màn hình sẽ hiển thị 0,0 mg/L Mn.



12. Làm sạch ống mẫu đã chuẩn bị.



13. Trong vòng 8 phút sau khi đồng hồ đếm ngược kết thúc, đặt ống mẫu đã chuẩn bị vào giá giữ.



14. Nhấn **READ**. Kết quả hiển thị đơn vị mg/L Mn.

Nhiều

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Canxi	700 mg/L
Clorua	70.000 mg/L
Sắt	5 mg/L
Magiê	100.000 mg/L
Mẫu có độ đậm cao hoặc pH mẫu cực đoan	Có thể gây khó khăn trong việc điều chỉnh pH mẫu bằng hóa chất. Có thể cần xử lý trước mẫu.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp chuẩn bổ sung (châm mẫu chuẩn)

Áp dụng phương pháp chuẩn bổ sung (cho các thiết bị phù hợp) để xác thực quy trình thử nghiệm, hóa chất và thiết bị, đồng thời kiểm tra xem mẫu có bị nhiễu hay không.

Những vật dụng cần chuẩn bị:

- Manganese Voluette® Dung dịch chuẩn trong ống Ampule, 250 mg/L Mn
 - Dụng cụ mở ống Ampule
 - Dụng cụ pipet TenSette®, 0.1–1.0 mL và đầu pipet
1. Thực hiện quy trình thử nghiệm để đo nồng độ mẫu, sau đó giữ lại mẫu (chưa châm chuẩn) trong thiết bị.
 2. Vào mục Thêm tiêu chuẩn trong menu của thiết bị.
 3. Chọn giá trị cho nồng độ tiêu chuẩn, thể tích mẫu và thể tích tiêu chuẩn thêm vào.
 4. Mở dung dịch tiêu chuẩn.
 5. Chuẩn bị ba mẫu có thêm tiêu chuẩn: dùng pipet TenSette lấy lần lượt 0,1 mL, 0,2 mL và 0,3 mL dung dịch tiêu chuẩn vào ba phần mẫu tươi, mỗi phần 10 mL. Trộn đều.
 6. Thực hiện quy trình kiểm tra để xác định nồng độ của từng mẫu đã được thêm chuẩn. Bắt đầu với mẫu được thêm chuẩn ít nhất. Đo từng mẫu đã thêm chuẩn 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 kết quả dự kiến, hãy đảm bảo dung tích mẫu và lượng chuẩn thêm được đo chính xác. Dung tích mẫu và lượng chuẩn thêm sử dụng cần đúng với lựa chọn trong menu thêm chuẩn. Nếu kết quả không nằm trong phạm vi cho phép, mẫu có thể bị ảnh hưởng bởi yếu tố gây nhiễu.

Phương pháp dung dịch chuẩn

Sử dụng phương pháp dung dịch chuẩn để kiểm định quy trình kiểm tra, hóa chất và thiết bị.

Dụng cụ cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn mangan, 1000 mg/L
 - Bình định mức 1 L, loại A
 - Ống hút định mức 10 mL, loại A và bóng hút an toàn
 - Nước khử ion
1. Chuẩn bị dung dịch chuẩn mangan 10.0 mg/L theo hướng dẫn sau:
 - a. Dùng ống hút lấy 10,00 mL dung dịch chuẩn mangan 1000 mg/L cho vào bình định mức.
 - b. Pha loãng đến vạch với nước khử ion. Khuấy đều. Chuẩn bị dung dịch này mỗi ngày.
 2. Thực hiện quy trình kiểm tra để đo nồng độ dung dịch chuẩn vừa chuẩn bị.
 3. So sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế.

Lưu ý: Hiệu chuẩn ban đầu có thể được điều chỉnh nhẹ bằng tùy chọn điều chỉnh chuẩn để thiết bị hiển thị đúng giá trị của dung dịch chuẩn. Sau khi điều chỉnh, mọi kết quả đều sử dụng hiệu chuẩn này. Việc điều chỉnh giúp tăng độ chính xác khi hóa chất hoặc thiết bị có sự thay đổi nhẹ.

Hiệu suất phương pháp

Dữ liệu về hiệu suất phương pháp dưới đây được thu thập từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm, đo bằng máy quang phổ trong điều kiện lý tưởng. Kết quả có thể khác nhau khi thay đổi điều kiện kiểm tra.

Chương trình	Tiêu chuẩn	Độ chính xác (Khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Thay đổi nồng độ trên mỗi 0,010 Abs thay đổi
295	10,0 mg/L Mn	9,6–10,4 mg/L Mn	0,1 mg/L Mn

Tóm tắt phương pháp

Trong mẫu thử, mangan được oxy hóa thành dạng permanganat tím nhờ natri periodat, sau khi mẫu được đệm bằng citrate. Màu tím này tỷ lệ thuận với nồng độ mangan trong mẫu. Độ dài sóng đo là 525 nm cho máy quang phổ hoặc 520 nm cho máy đo màu.

Vật tư tiêu hao và vật dụng thay thế

Thuốc thử bắt buộc

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bộ thuốc thử mangan, dài cao, 10 mL gồm:	1	100 cái/gói	2430000
Gói bột đệm citrate cho mangan, 10 mL	1	100 cái/gói	2107669
Gói bột natri periodat dùng cho mangan, 10 mL	1	100 cái/gói	2107769

Thiết bị cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Ô mẫu vuông 10 mL, bộ đôi tương ứng	2	2 ô/bộ	2495402
Nút đẩy cho ống nghiệm 18 mm và ống AccuVac Ampuls	2	6 cái/gói	173106

Tiêu chuẩn và thiết bị khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch chuẩn mangan, 1000 mg/L Mn	100 mL	1279142
Dung dịch chuẩn mangan, 250 mg/L Mn, Ống Volumetric 10 mL®	16 ống/gói	1425810
Nước khử ion	4 L	27256
Dụng cụ bể ống, dùng cho ống Volumetric 10 mL®	cái	2196800

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch chuẩn mangan, 2 mL Ampule PourRite®, 25 mg/L	20 cái/hộp	2112820
Dung dịch chuẩn mangan, 10 mg/L Mn, 2 mL Ampule PourRite®	20 cái/hộp	2605820
Giấy đo pH, khoảng pH 0–14	100 giấy/gói	2601300
Bóng an toàn cho pipet	cái	1465100
Pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL	cái	1970001
Đầu pipet cho pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL	50 cái/hộp	2185696
Đầu pipet cho pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL	1000 cái/hộp	2185628
Pipet TenSette®, 1,0–10,0 mL	cái	1970010
Đầu pipet cho pipet TenSette®, 1,0–10,0 mL	250 cái/hộp	2199725

Các hóa chất và thiết bị tùy chọn (tiếp theo)

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Đầu pipet cho TenSette® Pipet, 1,0–10,0 mL	50 chiếc/gói	2199796
Dụng cụ mở ống PourRite®, dung tích 2 mL	cái	2484600
Dung dịch chuẩn Natri Hydroxide, 5.0 N	100 mL MDB	245032
Bình định mức thủy tinh Class A, dung tích 1000 mL	cái	1457453
Bình định mức loại A, dung tích 10 mL	cái	1451538



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