Asen

DOC316.32.01005

Phương pháp Silver Diethyldithiocarbamate[1] **Phương pháp 8013**

0 đến 0,200 mg/L As

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho nước, nước thải và nước biển. Yêu cầu chưng cất. Được USEPA[2] chấp thuận để báo cáo phân tích nước uống và nước thải.

1 Dựa trên *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*.
2 Quy trình tương đương với Phương pháp chuẩn 3500-As cho phân tích nước uống.

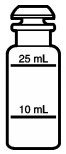
Chuẩn bị kiểm tra

Thông tin thiết bị chuyên biệt

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có thể tạo chương trình hiệu chuẩn cho xét nghiệm này. Bảng cũng trình bày yêu cầu về loại ống mẫu và hướng đặt ống mẫu cho các xét nghiệm thêm hóa chất, ví dụ như dạng gói bột hoặc hóa chất số lượng lớn.

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

Bảng 1 Thông tin thiết bị chuyên biệt

Thiết bị	Hướng đặt ống mẫu	Ống mẫu
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Vạch chứa chất lỏng nằm về phía bên phải.	2612602 
DR 5000 DR 3900	Vạch chứa chất lỏng hướng về phía người sử dụng.	

Trước khi bắt đầu

Cần hiệu chuẩn thủ công cho quy trình này, xem mục Hiệu chuẩn ở trang 5. Thực hiện hiệu chuẩn mới và cập nhật chương trình người dùng với mỗi lô dung dịch hấp phụ asen mới.
Chuẩn bị dung dịch hấp phụ asen trước khi tiến hành thử nghiệm. Xem hướng dẫn Chuẩn bị thuốc thử ở trang 5.
Lắp đặt bộ dụng cụ chưng cất trong tủ hút khí để tránh tiếp xúc với khí độc hại.
Khi đo trong điều kiện ánh sáng mạnh (ví dụ: ánh nắng trực tiếp), hãy đóng ngăn chứa ống nghiệm, nếu có, bằng nắp bảo vệ trong suốt quá trình đo.
Không sử dụng tế bào Pour-Thru hoặc module hút mẫu (áp dụng cho các thiết bị tương thích) trong thử nghiệm này.
Xem lại Bảng Dữ Liệu An Toàn Hóa Chất (MSDS/SDS) của các hóa chất sử dụng. Sử dụng đầy đủ trang phục bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.
Xử lý dung dịch sau phản ứng theo quy định của địa phương, bang và quốc gia. Tham khảo Bảng Dữ Liệu An Toàn Hóa Chất để biết cách xử lý hóa chất chưa sử dụng. Để biết thêm thông tin về việc xử lý, hãy liên hệ với bộ phận môi trường, an toàn và sức khỏe tại cơ sở của bạn hoặc các cơ quan quản lý địa phương.

Các vật dụng cần chuẩn bị

Mô tả	Số lượng
Dụng cụ (xem Dụng cụ cần thiết ở trang 7)	–
Dung dịch chuẩn Asen, 1000–mg/L As	thay đổi
Axit Clohydric, loại ACS	25 mL

Các vật tư cần chuẩn bị (tiếp theo)

Mô tả	Số lượng
Dung dịch Chì Acetat 10%	1 mL
Dung dịch Kali Iodua 20%	3 mL
Pyridin, tiêu chuẩn ACS	50 mL
Ô mẫu (Để biết thêm thông tin về ô mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, xem Thông tin riêng cho thiết bị trang 1.)	2
Bạc Diethyldithiocarbamat	1 g
Dung dịch Thiếc(II) Clorua	1 mL
Nước khử ion	thay đổi
Kẽm, dạng hạt 20-mesh, chuẩn ACS	6 g

Xem Vật tư tiêu hao và các mặt hàng thay thế ở trang 6 để biết thông tin đặt hàng.

Thu thập và bảo quản mẫu

- Thu mẫu vào chai thủy tinh hoặc nhựa sạch đã được rửa bằng 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 sunfuric đậm đặc (khoảng 2 mL trên mỗi lít). Nếu phân tích ngay, không cần thêm axit.
- Bảo quản mẫu đã thêm axit ở nhiệt độ phòng, tối đa 6 tháng.
- Trước khi phân tích, điều chỉnh pH về khoảng 7 bằng dung dịch natri hydroxit 5 N.
- Bù trừ kết quả thử nghiệm cho sự pha loãng do thêm dung dịch.

Quy trình kiểm tra

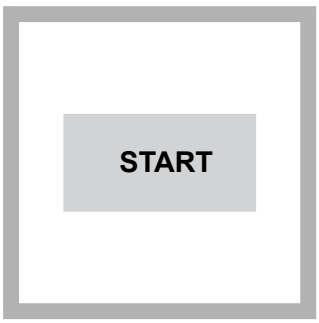
⚠ CẢNH BÁO



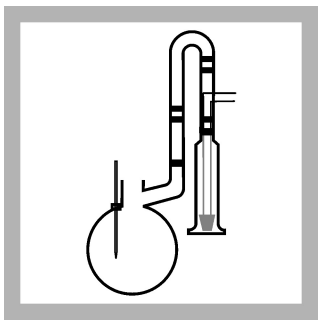
Nguy cơ hít phải khí độc. Vận hành thiết bị trong tủ hút khí để tránh tiếp xúc với khí độc hại.



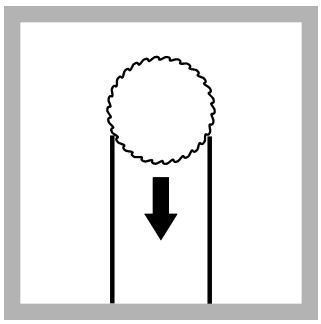
1. Chuẩn bị chương trình hiệu chuẩn và chương trình người dùng cho phương pháp này. Xem thêm tại Nhập hiệu chuẩn dưới dạng chương trình người dùng ở trang 5. Ghi lại số chương trình. Chọn Chương trình Người dùng.



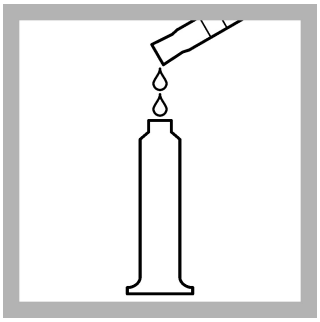
2. Khởi động chương trình vừa nhập ở bước 1. Để biết thông tin về ô mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, xem tại Thông tin cụ thể về thiết bị ở trang 1.



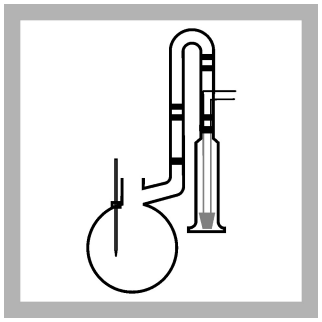
3. Chuẩn bị bộ dụng cụ chưng cất, tham khảo *Sổ tay Chưng cất* để biết hướng dẫn lắp ráp. **Không kết nối với bộ hút chân không.**



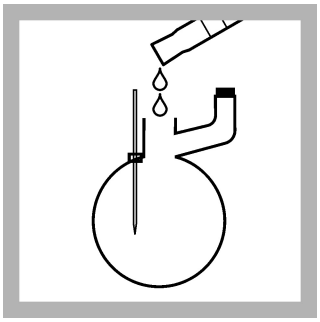
4. Thấm bông với Dung dịch Chì Acetat 10%. Đặt bông vào bộ lọc khí. Đảm bảo miếng bông áp sát vào thành thủy tinh.



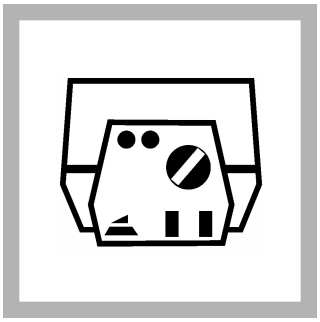
5. Dùng ống đong để rót 25 mL dung dịch hấp thu arsen đã chuẩn bị (xem phần Chuẩn bị hóa chất ở trang 5) vào bộ lắp ống/cây sục khí.



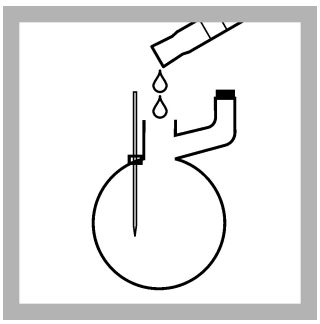
6. Gắn bộ lắp ống/cây sục khí vào thiết bị chưng cất.



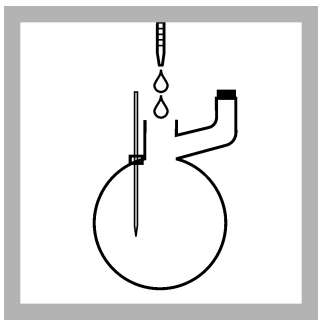
7. Dùng ống đong để rót 250 mL mẫu vào bình chưng cất.



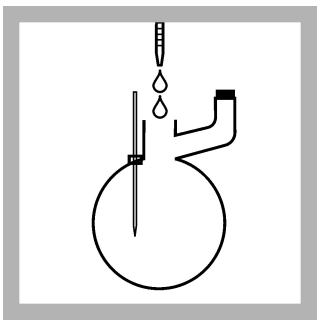
8. Bật nguồn gia nhiệt. Đặt điều khiển khuấy ở mức 5. Đặt điều khiển nhiệt ở mức 0.



9. Dùng ống đong chia độ để thêm 25 mL axit clohydric loại ACS vào bình cất.



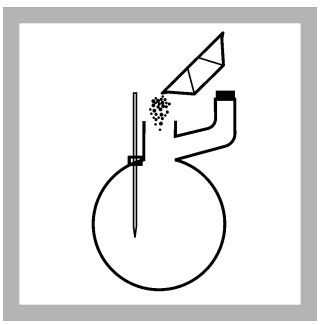
10. Dùng pipet huyết thanh để nhỏ 1 mL dung dịch Stannous Chloride vào bình cất.



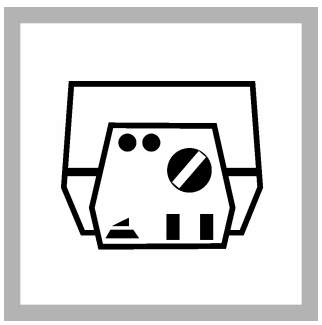
11. Dùng pipet huyết thanh để nhỏ 3 mL dung dịch Kali Iodua vào bình cất. Đậy nắp bình lại.



12. Khởi động bộ đếm thời gian trên thiết bị. Phản ứng sẽ diễn ra trong 15 phút.



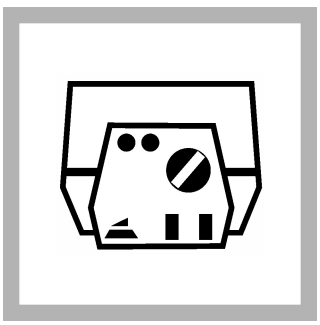
13. Khi đồng hồ đếm ngược kết thúc, cân và thêm 6,0 g kẽm 20-mesh vào bình cất. **Đậy nắp bình ngay lập tức.**



14. Điều chỉnh núm nhiệt độ đến 3.



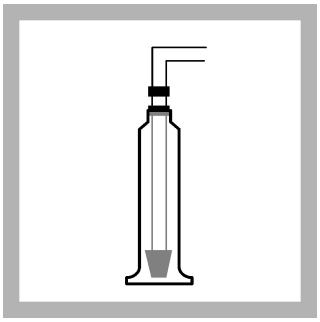
15. Khởi động bộ đếm thời gian trên thiết bị. Phản ứng sẽ diễn ra trong 15 phút.



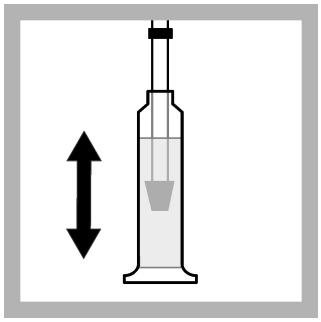
16. Khi đồng hồ đếm ngược kết thúc, điều chỉnh núm nhiệt độ về 1.



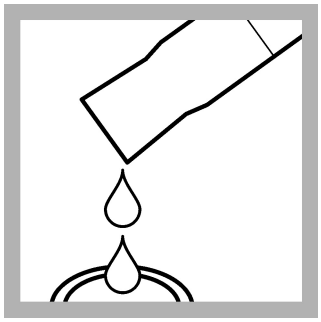
17. Khởi động bộ đếm thời gian cho thiết bị. Thời gian phản ứng 15 phút bắt đầu.



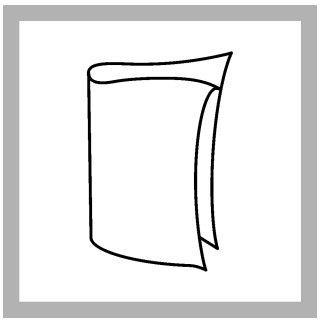
18. Khi hết thời gian, tắt nguồn máy gia nhiệt. Tháo bộ phận bình/cột sủi khí ra cùng một lúc.



19. Di chuyển bộ tạo bọt khí lên xuống trong dung dịch hấp thụ asen để rửa sạch bộ tạo bọt khí.



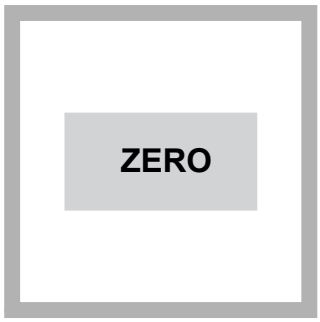
20. Chuẩn bị mẫu trắng: Đổ dung dịch hấp thụ asen chưa phản ứng vào ống mẫu khô 10 mL. Đậy kín bằng nút.



21. Vệ sinh ống nghiệm mẫu trắng.



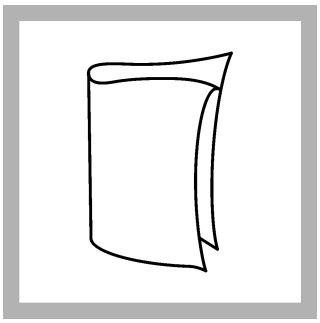
22. Đặt mẫu trắng vào giá đỡ ống mẫu.



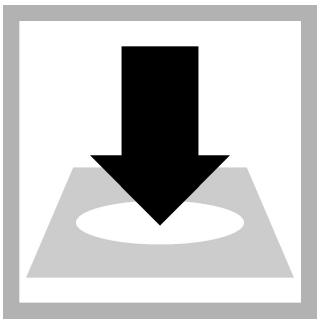
23. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị giá trị giao điểm (khác 0) đã được tính dựa trên đường cong hiệu chuẩn mà người dùng nhập vào.



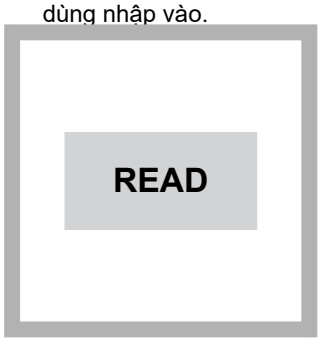
24. Chuẩn bị mẫu thử: Rót mẫu hấp thụ asen đã phản ứng vào ống nghiệm. Đậy kín nắp ống nghiệm lại.



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



26. Đặt mẫu đã chuẩn bị vào giá giữ ống nghiệm.



27. Nhấn **READ**. Kết quả hiển thị dưới dạng mg/L As.

Các yếu tố gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Muối Antimon	Có thể ảnh hưởng đến quá trình phát triển màu.

Chuẩn bị hóa chất

⚠ LƯU Ý



Nguy cơ tiếp xúc hóa chất. Tuân thủ các quy tắc an toàn trong phòng thí nghiệm và sử dụng đầy đủ thiết bị bảo hộ cá nhân phù hợp với loại hóa chất đang thao tác. Vui lòng tham khảo bảng dữ liệu an toàn hóa chất (MSDS/SDS) hiện hành để biết các quy trình an toàn.

Tiến hành pha dung dịch hấp thụ asen theo hướng dẫn sau:

1. Cân 1,00 g bạc diethyldithiocarbamate bằng cân phân tích.
2. Cho bột vào bình định mức 200 mL. Thêm pyridine đến vạch và lắc đều cho tan hoàn toàn.
3. Bảo quản hóa chất trong chai màu nâu, đậy kín, tối đa 1 tháng.

Hiệu chuẩn

Phương pháp này yêu cầu đường cong hiệu chuẩn do người dùng chuẩn bị. Nhập đường cong hiệu chuẩn vào thiết bị dưới dạng chương trình người dùng. Tạo đường cong hiệu chuẩn mới mỗi khi sử dụng lô hóa chất mới.

Chuẩn bị các dung dịch tiêu chuẩn

Chuẩn bị các dung dịch tiêu chuẩn để hiệu chuẩn theo hướng dẫn dưới đây.
Các vật dụng cần thu thập:

- Dung dịch tiêu chuẩn Asen 1000 mg/L
- Bình định mức 1000 mL
- Bình định mức 500 mL (3 bình), loại A
- Dụng cụ bơm TenSette 1–10 mL và đầu bơm
- Nước khử ion

1. Chuẩn bị dung dịch tiêu chuẩn Asen 10,0 mg/L như sau:
   a. Dùng pipet lấy 10,0 mL dung dịch tiêu chuẩn Asen 1000 mg/L cho vào bình định mức 1000 mL.
   b. Thêm nước khử ion đến vạch định mức.
2. Chuẩn bị ba dung dịch tiêu chuẩn hiệu chuẩn (0,02; 0,04 và 0,20 mg/L asen) như sau:
   a. Dùng pipet lấy lần lượt 1,0; 2,0 và 10,0 mL dung dịch tiêu chuẩn Asen 10,0 mg/L cho vào ba bình định mức 500 mL riêng biệt. Sử dụng dụng cụ thủy tinh loại A.
   b. Thêm nước khử ion vào từng bình đến vạch định mức và lắc đều.

Nhập thông tin hiệu chuẩn dưới dạng chương trình người dùng

Sau khi đã chuẩn bị các dung dịch tiêu chuẩn hiệu chuẩn, hãy tạo một chương trình người dùng để lưu thông tin hiệu chuẩn trong thiết bị. Chọn chương trình người dùng này để đo nồng độ mẫu. Các bước tiếp theo là hướng dẫn chung cho mọi thiết bị. Vui lòng tham khảo hướng dẫn sử dụng thiết bị để chọn đúng các mục trong menu.

1. Sử dụng quy trình thử nghiệm để chuẩn bị dung dịch tiêu chuẩn dùng cho đo lường. Đảm bảo chưng cất các dung dịch tiêu chuẩn như trong quy trình thử nghiệm.
2. Truy cập **User Programs**.
3. Đối với lần hiệu chuẩn đầu tiên, hãy tạo chương trình người dùng mới. Thiết lập các thông tin cơ bản cho chương trình:

Tùy chọn	Mô tả
Số chương trình	Nhập số chương trình còn trống dành cho người dùng.

Tùy chọn	Mô tả
Tên chương trình	Nhập tên cho chương trình người dùng (ví dụ: tên thông số).
Loại chương trình	Chọn một bước sóng duy nhất (áp dụng cho máy quang phổ phù hợp).

4. Nhập các thiết lập cho chương trình người dùng:

Tùy chọn	Mô tả
Đơn vị	mg/L
Bước sóng	520 nm
Độ phân giải nồng độ	0.001
Dạng hóa chất	As
Giới hạn trên	0.220
Giới hạn dưới	–0.020
Hẹn giờ 1	15:00
Hẹn giờ 2	15:00
Hẹn giờ 3	15:00
Hiệu chuẩn	Đọc các chuẩn

5. Chọn **HIỆU CHUẨN: C = A + BA.** Nhấn **CHỈNH SỬA**.
6. Trong menu Đọc Chuẩn, nhập nồng độ của các dung dịch chuẩn đã chuẩn bị.
7. **Chuẩn bị dung dịch trắng:** Sử dụng ống nghiệm 25 mL chỉ chứa dung dịch hấp thu asen chưa phản ứng.
8. Đặt dung dịch trắng vào giá giữ mẫu rồi nhấn **ZERO**.
9. Đặt dung dịch chuẩn đầu tiên vào giá giữ mẫu. Đảm bảo nồng độ chuẩn đã được chọn trên màn hình rồi nhấn **READ**.
10. Tiếp tục đo các dung dịch chuẩn còn lại.
11. Nhấn **ĐỒ THỊ**. Đảm bảo tùy chọn **FORCE ZERO** đang tắt.
12. Nếu biểu đồ đạt yêu cầu, chọn **HOÀN TẤT>THOÁT**.
13. Lưu chương trình người dùng. Khi lựa chọn chương trình này trong các bước xét nghiệm, đường cong hiệu chuẩn sẽ được sử dụng để xác định nồng độ mẫu.

Tóm tắt phương pháp

Hỗn hợp kẽm, thiếc clorua, kali iodua và axit clohydric sẽ khử asen thành khí arsine trong thiết bị chưng cất chuyên dụng. Khí arsine đi qua bộ lọc dùng bông tẩm chì axetat để loại bỏ sulfua, sau đó dẫn vào ống hấp thu chứa dung dịch bạc diethyldithiocarbamat trong pyridin. Asen sẽ phản ứng tạo thành phức màu đỏ, được đo bằng phương pháp so màu. Quy trình này yêu cầu hiệu chuẩn thủ công. Bước sóng đo là 520 nm.

Vật tư tiêu hao và vật tư thay thế

Hóa chất cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch chuẩn Asen, 1000 mg/L As	khác nhau	100 mL	1457142
Axit clohidric, chuẩn ACS	25 mL	500 mL	13449
Dung dịch chì axetat, 10%	1 mL	100 mL	1458042
Dung dịch kali iodua, 20%	3 mL	100 mL	1456842
Pyridine, chuẩn ACS	50 mL	500 mL	1446949

Vật tư tiêu hao và vật phẩm thay thế (tiếp tục)

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bạc Diethyldithiocarbamate	1 g	25 g	1447624
Dung dịch Stannous Chloride	1 mL	100 mL	1456942
Nước khử ion	tùy chỉnh	4 L	27256
Kẽm, lưới 20, ACS	6 g	454 g	79501

Thiết bị cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Cân phân tích, dòng Zeta, tải trọng 80 g	1	cái	2936701
Bông viên	1	100 cái/gói	257201
Thuyền cân, vuông 8,9 cm	2	500 cái/gói	2179000
Chai thủy tinh màu hổ phách, dung tích 237 mL	1	6 chai/gói	714441
Nắp nhựa polypropylene cho chai màu hổ phách	1	6 chai/gói	2166706
Xy lanh chia vạch, 25 mL	1	cái	50840
Xy lanh chia vạch, 250 mL	1	cái	50846
Bộ dụng cụ chưng cất, phụ kiện cho arsen	1	bộ	2265400
Bộ dụng cụ chưng cất, phụ kiện đa năng	1	bộ	2265300
Bình định mức loại A, 1000 mL, kèm nút thủy tinh	1	cái	1457453
Bình định mức loại A, 200 mL	1	cái	1457445
Bình định mức loại A, 500 mL	6	cái	1457449
Bóng cao su bơm pipet an toàn	1	cái	1465100
Pipet huyết thanh, 5 mL	1	cái	53237
Pipet định lượng, loại Class A, 1,00 mL	1	cái	1451535
Pipet định lượng, loại Class A, 2,00 mL	1	cái	1451536
Pipet định lượng, loại Class A, 4,00 mL	1	cái	1451504
Pipet định lượng, loại Class A, 6,00 mL	1	cái	1451506
Pipet định lượng, loại Class A, 8,00 mL	1	cái	1451508
Pipet định lượng, loại Class A, 10,00 mL	1	cái	1451538
Chọn một loại phù hợp với điện áp hiện có:			
Bộ gia nhiệt và giá đỡ cho bộ chưng cất, tùy chọn 115 VAC	1	cái	2274400
Bộ gia nhiệt và giá đỡ cho bộ chưng cất, tùy chọn 230 VAC	1	cái	2274402

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Xy lanh trộn, có vạch chia, 25 mL	cái	189640
Dung dịch tiêu chuẩn axit sulfuric, 1 N	100 mL MDB	127032
Găng tay chống hóa chất, cỡ 9–9.5	đôi	2410104[1]

[1] Các kích cỡ khác cũng có sẵn

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