Molypden

DOC316.32.01062

Phương pháp phức ba **Phương pháp 8169**

0,02 đến 3,00 mg/L Mo (LR) **Gói bột thử**

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho nước lò hơi và tháp giải nhiệt.

Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin dành riêng cho thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình cho phép thực hiện bài kiểm tra này. Bảng cũng thể hiện các yêu cầu về ống mẫu và hướng đặt khi thêm thuốc thử, ví dụ như gói bột hoặc thuốc thử số lượng lớn.

Để sử dụng bảng, hãy chọn thiết bị, sau đó đọc theo hàng để tìm thông tin phù hợp cho bài kiểm tra này.

Bảng 1 Thông tin dành riêng cho thiết bị

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

Trước khi bắt đầu

Mẫu cần được phân tích ngay sau khi lấy, không thể bảo quản để kiểm tra sau.
Hãy gắn nắp thiết bị vào giá đỡ ống DR 900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ.
Sau một số lần phân tích, ống mẫu có thể xuất hiện vết xanh. Vệ sinh ống mẫu bằng dung dịch axit clohydric 6.0 N (50%), sau đó rửa kỹ lại bằng nước khử khoáng.
Hãy xem lại Bảng Dữ liệu An toàn Hóa chất (MSDS/SDS) của các hóa chất sử dụng. Sử dụng đầy đủ trang bị bảo hộ cá nhân theo khuyến cáo.
Xử lý các dung dịch đã phản ứng theo đúng quy định của địa phương, quốc gia và liên bang. Tham khảo Bảng Dữ liệu An toàn Hóa chất để biết cách xử lý hóa chất chưa dùng. Liên hệ bộ phận môi trường, an toàn và sức khỏe của cơ sở hoặc cơ quan quản lý địa phương để được hướng dẫn thêm về việc xử lý.

Các vật dụng cần chuẩn bị

Mô tả	Số lượng
Bộ thuốc thử Molybden dùng cho mẫu 20 mL	1
Gói bột thuốc thử Molybden 1 (LR) cho 20 mL	1
Dung dịch thuốc thử Molybden 2	0,5 mL

Các vật dụng cần thu thập (tiếp theo)

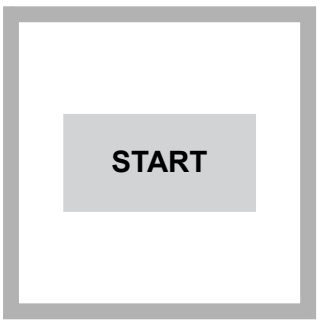
Mô tả	Số lượng
Xy lanh chia vạch, dùng để trộn, 25 mL	1
Ống nghiệm lấy mẫu (Để biết thêm thông tin về ống nghiệm, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy tham khảo Thông tin cụ thể về thiết bị ở trang 1.)	2

Vui lòng xem Vật tư tiêu hao và linh kiện thay thế ở trang 6 để biết thông tin đặt hàng.

Thu thập mẫu

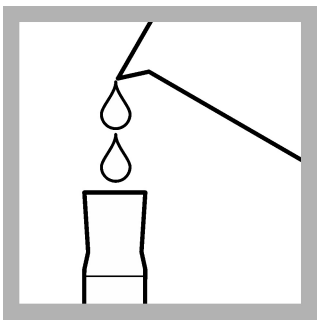
- Cần phân tích ngay mẫu vừa lấy, không bảo quản để kiểm tra sau.
- Hãy chứa mẫu trong chai thủy tinh hoặc nhựa sạch.
- Lọc mẫu đục qua giấy lọc và phễu trước khi phân tích.

Quy trình sử dụng gói bột phản ứng

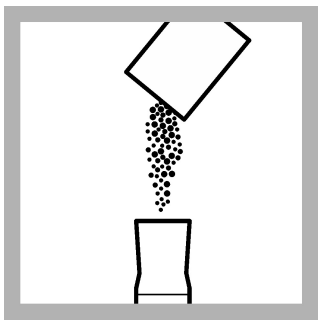


1. Khởi động chương trình **315 Molybdenum LR**. Để biết thông tin về các ống nghiệm mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy xem Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.

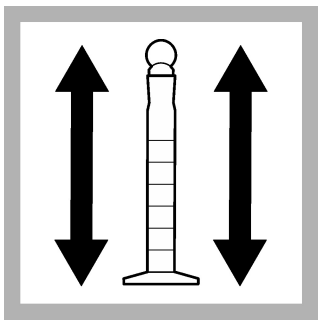
   Lưu ý: *Tên chương trình có thể khác nhau giữa các thiết bị, nhưng số chương trình thì không thay đổi.*



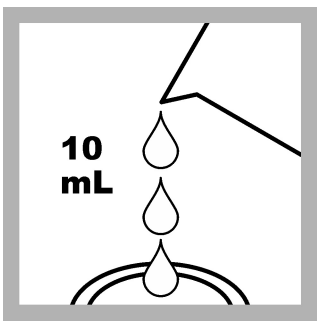
2. Chuẩn bị mẫu: Rót 20 mL mẫu vào ống trộn chia vạch 25 mL.



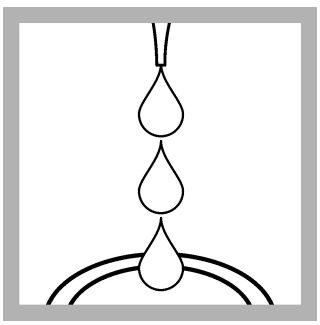
3. Cho toàn bộ một gói bột hóa chất Molybden 1 vào ống trộn.



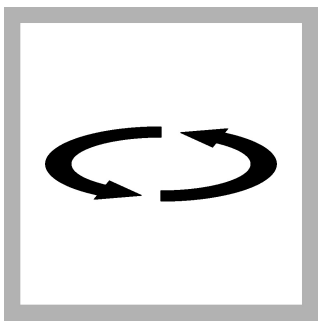
4. Đậy kín ống và lắc đều đến khi hóa chất tan hoàn toàn.



5. Đổ 10 mL mẫu đã chuẩn bị vào một ống nghiệm mẫu.



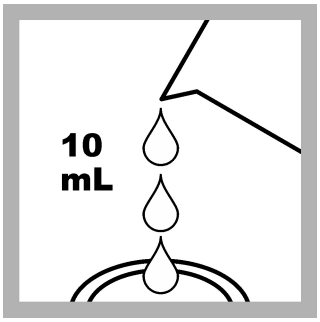
6. Phát triển mẫu: Thêm 0,5 mL dung dịch thuốc thử Molybden 2 vào ống nghiệm mẫu đã chuẩn bị.



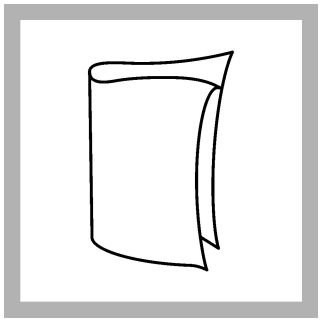
7. Lắc đều để trộn đều dung dịch.



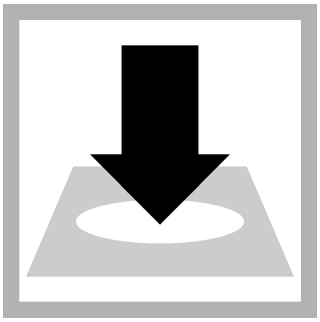
8. Khởi động bộ đếm thời gian trên thiết bị. Phản ứng sẽ diễn ra trong 2 phút.



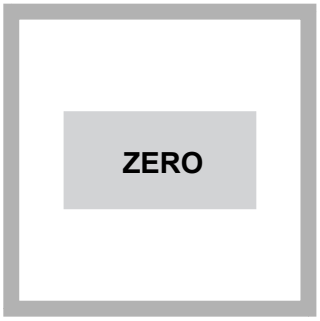
9. Chuẩn bị mẫu trắng: Khi hết thời gian, hãy cho 10 mL mẫu đã chuẩn bị vào ô mẫu thứ hai.



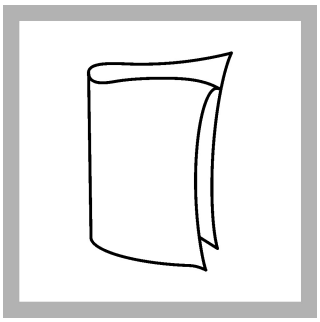
10. Vệ sinh ô mẫu trắng.



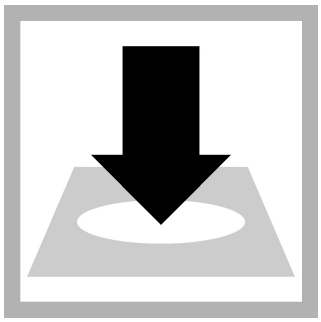
11. Đặt ô mẫu trắng vào giá đỡ.



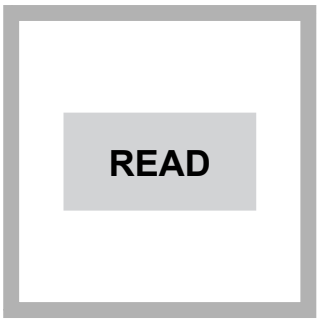
12. Nhấn **ZERO**. Màn hình sẽ hiển thị 0.00 mg/L Mo^{6+}.



13. Vệ sinh ô mẫu đã phát triển.



14. Đặt ô mẫu đã phát triển vào giá đỡ.



15. Nhấn **READ**. Kết quả sẽ hiển thị theo đơn vị mg/L Mo^{6+}.

Nhiễu

Các nghiên cứu về chất gây nhiễu đã được thực hiện với dung dịch chuẩn molypden 2 mg/L Mo^{6+} có chứa ion có khả năng gây nhiễu. Nếu nồng độ dung dịch chuẩn thay đổi ±5% khi có mặt một ion bất kỳ, ion đó được xem là chất gây nhiễu. Kết quả về các chất gây nhiễu được tổng hợp tại Bảng 2, Bảng 3 và Bảng 4.

Bảng 2 Các chất gây nhiễu có ảnh hưởng âm

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Phèn nhôm	Nhiều hơn 7 mg/L
Nhôm	Nhiều hơn 2 mg/L
AMP (Phosphonate)	Nhiều hơn 15 mg/L
Bicarbonat	Nhiều hơn 5650 mg/L
Bisulfat	Nhiều hơn 3300 mg/L
Borat	Trên 5250 mg/L
Clorua	Trên 1400 mg/L
Crôm	Trên 4,5 mg/L. Đọc kết quả nồng độ molybden khi kết thúc thời gian phản ứng 2 phút.
Đồng	Trên 98 mg/L
Diethanoldithiocarbamat	Trên 32 mg/L
EDTA	Trên 1500 mg/L
Ethylene Glycol	Trên 2% (theo thể tích)

Bảng 2 Các chất gây nhiễu âm (tiếp tục)

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Mẫu có đệm mạnh hoặc pH mẫu cực đoan	Có thể ngăn cản việc điều chỉnh pH chính xác của mẫu bằng hóa chất. Có thể cần xử lý mẫu trước. Điều chỉnh pH về khoảng 3–5 bằng axit (Axit sulfuric, 1 N) hoặc bazơ (Natri hydroxit, 1 N). Sửa lại kết quả kiểm tra cho sự pha loãng do thêm thể tích.
Sắt	Trên 200 mg/L
Lignin sulfonat	Trên 105 mg/L
Nitrit	Trên 350 mg/L
Orthophosphate	Trên 4500 mg/L
Axit phosphonohydroxyacetic	Trên 32 mg/L
Phosphonate HEDP	Nhiễu dương khoảng 10% đến 30 mg/L. Khi nồng độ vượt 30 mg/L, chỉ số molybden giảm (gây nhiễu âm).
Sulfit	Trên 6500 mg/L

Bảng 3 Các chất gây nhiễu dương

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Benzotriazole	Lớn hơn 210 mg/L
Cacbonat	Lớn hơn 1325 mg/L
Morpholine	Lớn hơn 6 mg/L
Phosphonate HEDP	Phosphonate HEDP ở nồng độ đến 30 mg/L sẽ làm tăng kết quả đo molybden lên khoảng 10% (nhiễu dương). Để tính đúng nồng độ Mo^{6+}, hãy nhân kết quả xét nghiệm với 0,9.
Silica	Lớn hơn 600 mg/L

Bảng 4 Các chất không gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Bisulfite	9600 mg/L
Canxi	720 mg/L
Clorine	7,5 mg/L
Magiê	8000 mg/L
Mangan	1600 mg/L
Niken	250 mg/L
PBTC (phosphonat)	500 mg/L
Sulfat	12.800 mg/L
Kẽm	400 mg/L

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm chuẩn (thêm mẫu chuẩn)

Sử dụng phương pháp thêm chuẩn (áp dụng 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 ảnh hưởng nhiễu hay không. Cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn molypden, 1000 mg/L Mo^{6+}
- Xy lanh chia vạch, 250 mL Molypden, phương pháp phức ba thành phần (3,00 mg/L)

- Dụng cụ pipet TenSette®, dải thể tích 0,1–1,0 mL và đầu pipet
- Bình tam giác Erlenmeyer (3 cái)

1. Tiến hành đo nồng độ mẫu bằng quy trình kiểm tra, sau đó giữ mẫu (không pha chuẩn) trong thiết bị.
2. Vào mục Thêm Chuẩn trong menu thiết bị.
3. Chọn các giá trị cho nồng độ chuẩn, thể tích mẫu và lượng pha chuẩn.
4. Mở dung dịch chuẩn.
5. Chuẩn bị ba mẫu đã pha 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 200 mL. Trộn đều.
6. Tiếp tục đo nồng độ các mẫu đã pha chuẩn theo quy trình kiểm tra. Bắt đầu với mẫu có lượng chuẩn nhỏ nhất. Đưa từng mẫu vào thiết bị để đo.
7. Chọn **Đồ thị** để so sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế.

Lưu ý: *Nếu kết quả đo thực tế khác biệt đáng kể so với dự kiến, hãy kiểm tra lại thể tích mẫu và lượng chuẩn đã thêm có chính xác không. Các giá trị này cần khớp với lựa chọn trong menu Thêm Chuẩn. Nếu kết quả nằm ngoài giới hạn cho phép, có thể mẫu đã bị nhiễm chất cản trở.*

Phương pháp dung dịch chuẩn

Sử dụng phương pháp dung dịch chuẩn để xác nhận độ chính xác của quy trình kiểm tra, hóa chất và thiết bị.

Chuẩn bị các vật dụng sau:

- Dung dịch chuẩn Molypden, 10,00 mg/L
- Bình định mức 50 mL, loại Class A
- Pipet định mức 10 mL, loại Class A và bóng hút pipet
- Nước khử ion

1. Chuẩn bị dung dịch chuẩn molybden 2,00 mg/L theo hướng dẫn sau:

a. Dùng pipet lấy 10,00 mL dung dịch chuẩn molybden 10,00 mg/L cho vào bình định mức.
b. Thêm nước khử ion đến vạch định mức, lắc đều. Chuẩn bị dung dịch này mỗi ngày.

2. Sử dụng quy trình kiểm tra để xác định nồng độ của dung dịch chuẩn vừa pha.

3. Đối chiếu kết quả mong đợi với kết quả đo thực tế.

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

Chương trình	Chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Sự thay đổi nồng độ khi hấp thụ thay đổi 0,010
315	2,00 mg/L Mo^{6+}	1,94–2,06 mg/L Mo^{6+}	0,02 mg/L Mo^{6+}

Tóm tắt phương pháp

Phương pháp phức ba thành phần xác định molypden sử dụng phản ứng giữa molypdat molypden với chất chỉ thị và chất tăng nhạy, tạo thành phức màu xanh ổn định. Bước sóng đo là 610 nm.

Vật tư tiêu hao và sản phẩm thay thế

Hóa chất cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bộ hóa chất Molybdenum, 20 mL, gồm:	—	100 lần kiểm tra	2449400
Gói bột Molybdenum 1 (LR), 20 mL	1	100/gói	2352449
Dung dịch Molybdenum 2	0,5 mL	50 mL MDB	2352512

Thiết bị cần dùng

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Ống trộn chia vạch, 25 mL, nút thủy tinh	1	mỗi cái	189640
Cuvet mẫu, vuông 10 mL, cặp được kiểm định	2 chiếc	2/bộ	2495402

Tiêu chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch chuẩn Molypden, 10 mg/L dưới dạng Mo	100 mL	1418742
Dung dịch chuẩn Molypden, 1000 mg/L dưới dạng Mo	100 mL	1418642
Nước đã khử ion	4 L	27256

Hóa chất và dụng cụ tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Xilanh chia vạch, 250 mL	mỗi cái	108146
Giấy lọc, xếp nếp, 2–3 micron, đường kính 12,5 cm	100/gói	189457
Phễu nhựa, 65 mm	mỗi cái	108367
Bơm pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL	mỗi cái	1970001
Đầu pipet dùng cho pipet TenSette® 0,1–1,0 mL	50 chiếc/gói	2185696
Bình tam giác Erlenmeyer, 250 mL	mỗi cái	50546
Pipet định mức, loại A, 10 mL	mỗi cái	1451538
Bóng bơm an toàn cho pipet	mỗi cái	1465100
Dung dịch axit clohidric, 6.0 N (1:1)	500 mL	88449
Dung dịch chuẩn natri hydroxit, 1.0 N	100 mL MDB	104532
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, 1989–2014. All rights reserved.

01/2014, Edition 9