Sắt, Tổng cộng

DOC316.32.01052

Phương pháp FerroMo[1]

0,01 đến 1,80 mg/L Fe

Phương pháp 8365

Gói bột thử

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho nước làm mát có chứa hóa chất xử lý dựa trên molybdate.

[1] Chuyển thể từ G. Frederick Smith Chemical Co., The Iron Reagents, lần xuất bản thứ 3 (1980).

Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin thiết bị chuyên biệt

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình cho thử nghiệm này. Bảng cũng cho biết yêu cầu về ống mẫu và hướng đặt ống mẫu đối với các thử nghiệm thêm hóa chất, như gói bột hoặc hóa chất số lượng lớn.

Để sử dụng bảng, chọn thiết bị và đọc ngang để tìm thông tin phù hợp cho thử 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	Dòng châm đầy nằm bên phải.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Dòng châm đầy hướng về phía người sử dụng.	
DR 900	Dấu định hướng quay về phía người sử dụng.	2401906 

Trước khi bắt đầu

Đặt nắp thiết bị vào khay chứa DR 900 trước khi nhấn nút ZERO hoặc READ.

Để đảm bảo đo được tất cả các dạng kim loại, hãy xử lý 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 chi tiết.

Vệ sinh toàn bộ đồ thủy tinh bằng chất tẩy rửa. Rửa lại bằng nước máy. Sau đó súc tiếp bằng dung dịch axit clohydric 1:1. Cuối cùng, tráng kỹ bằng nước khử ion chất lượng cao. Các bước này giúp loại bỏ cặn bám có thể làm kết quả cao hơn thực tế.

Nếu mẫu chứa 100 mg/L molybdat (MoO_4^{2-}) trở lên, hãy đọc kết quả ngay sau khi thiết bị được hiệu chuẩn.

Để đạt kết quả tối ưu, hãy kiểm tra giá trị trắng của hóa chất cho mỗi lô mới. Thay mẫu bằng nước khử ion trong quá trình kiểm tra để xác định giá trị trắng. Sử dụng tùy chọn điều chỉnh tự động để trừ giá trị trắng khỏi kết quả mẫu.

Xem lại Bảng dữ liệu an toàn hóa chất (MSDS/SDS) cho các hóa chất sử dụng. Đảm bảo dùng đúng trang thiết bị bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.

Xử lý các dung dịch sau phản ứng theo quy định của địa phương, nhà nước và liên bang. Tham khảo Bảng dữ liệu an toàn hóa chất để biết cách xử lý hóa chất còn dư. Liên hệ bộ phận môi trường, an toàn và sức khỏe của cơ sở bạn hoặc cơ quan quản lý địa phương để được hướng dẫn chi tiết hơn.

Các vật dụng cần chuẩn bị

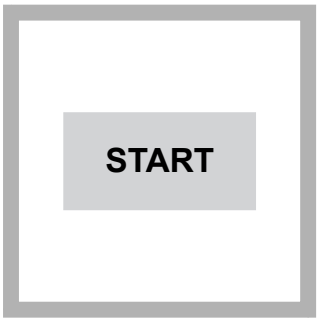
Mô tả	Số lượng
Gói bột thuốc thử FerroMo® Số 1	1
Gói bột thuốc thử FerroMo® Số 2	1
Ống trộn chia vạch 25 mL, có nắp đậy	1
Ống trộn chia vạch 50 mL, có nắp đậy	1
Ô lấy mẫu (Để biết thêm thông tin về ô mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, vui lòng xem Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.)	2

Xem thông tin về vật tư tiêu hao và sản phẩm thay thế trang 5 để biết cách đặt hàng.

Thu thập và bảo quản mẫu

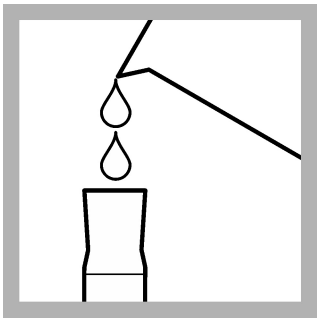
- Lấy mẫu bằng chai thủy tinh hoặc nhựa sạch đã được xử lý bằng axit hydrochloric 6 N (1:1) và rửa lại bằng nước khử ion.
- Để bảo quản mẫu phân tích sau này, điều chỉnh pH mẫu xuống dưới 2 bằng axit hydrochloric đậm đặc (khoảng 2 mL cho mỗi lít). Nếu phân tích ngay thì không cần thêm axit.
- Để đo sắt hòa tan, hãy lọc mẫu qua màng lọc 0,45 micromet hoặc môi trường tương đương ngay sau khi lấy mẫu và trước khi thêm axit.
- Bảo quản mẫu đã xử lý ở nhiệt độ phòng tối đa 6 tháng.
- Trước khi phân tích, điều chỉnh pH về 3–5 bằng dung dịch natri hydroxide 5 N. Không vượt quá pH 5 để tránh sắt kết tủa.
- Hãy điều chỉnh kết quả thử nghiệm theo sự pha loãng do thêm thể tích.

Quy trình sử dụng gói bột

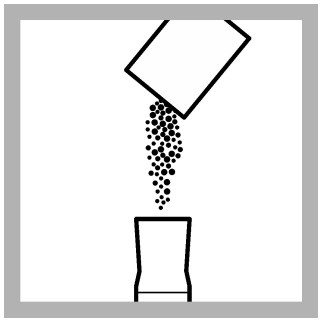


1. Khởi động chương trình **275 Iron, FerroMo**. Để biết thêm về tế bào mẫu, bộ chuyển đổi hoặc bộ chắn sáng, xem Thông tin thiết bị cụ thể trang 1.

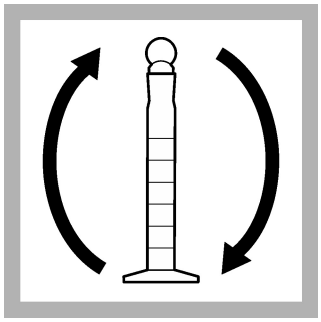
   Lưu ý: *Tên chương trình có thể khác nhau tùy thiết bị, nhưng số chương trình thì không đổi.*



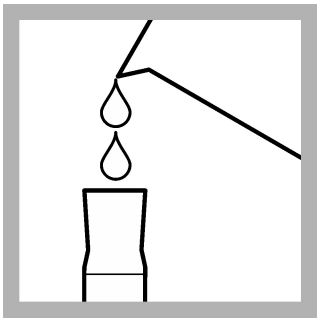
2. Chuẩn bị mẫu: Đong 50 mL mẫu vào xi lanh trộn 50 mL.



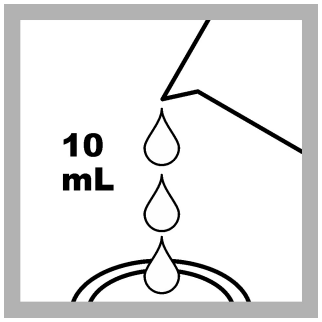
3. Thêm toàn bộ gói bột hóa chất FerroMo Iron Reagent 1 vào xi lanh trộn.



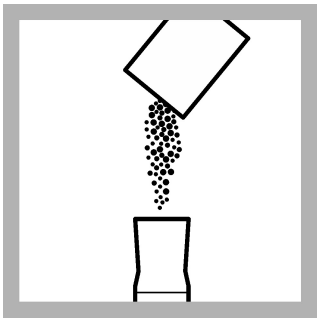
4. Đậy kín xi lanh, đảo nhẹ nhiều lần để hòa tan đều.



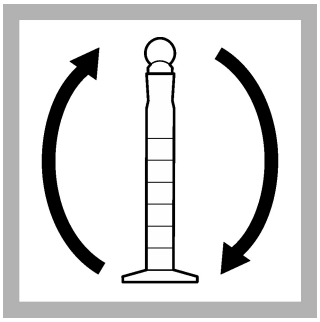
5. Đổ mẫu đã chuẩn bị vào ống trộn sạch dung tích 25 mL đến đúng vạch 25 mL. Phần mẫu còn lại dùng để chuẩn bị mẫu trắng.



6. Chuẩn bị mẫu trắng: Rót 10 mL mẫu đã chuẩn bị vào ống mẫu thứ hai.



7. Phát triển mẫu: Thêm toàn bộ một gói bột FerroMo Iron Reagent 2 vào mẫu đã chuẩn bị trong ống trộn 25 mL.

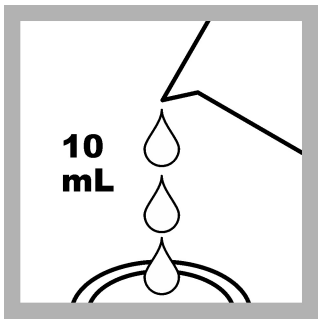


8. Đậy nắp kín cho ống trộn. Lật ngược ống trộn vài lần để hòa đều mẫu.

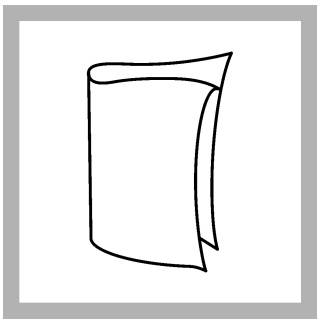
Nếu mẫu có chứa sắt, sẽ xuất hiện màu xanh lam. Một ít hóa chất chưa tan sẽ không ảnh hưởng đến kết quả xét nghiệm.



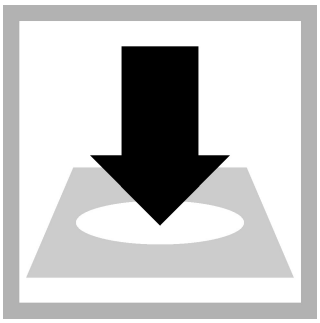
9. Khởi động bộ hẹn giờ của thiết bị. Thời gian phản ứng sẽ diễn ra trong 3 phút.



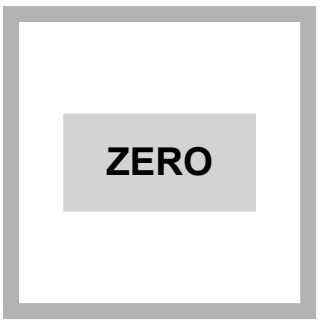
10. Khi thời gian kết thúc, rót 10 mL mẫu đã phát triển vào một ống mẫu. Đây là mẫu đã chuẩn bị để kiểm tra.



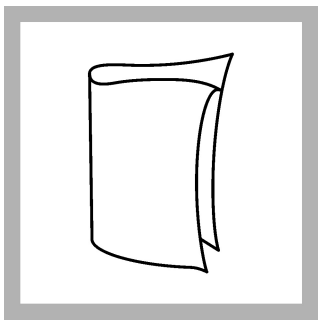
11. Làm sạch ống nghiệm mẫu trắng.



12. Đặt mẫu trắng vào khay chứa mẫu.



13. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị 0,00 mg/L Fe.



14. Làm sạch mẫu đã phát triển.



15. Đặt ống mẫu đã phát triển vào giá giữ mẫu.



16. Nhấn **READ**. Kết quả hiển thị tính theo mg/L Fe.

Chất gây nhiễu	Mức độ nhiễu
pH	Sau khi thêm thuốc thử, nếu pH mẫu thấp hơn 3 hoặc cao hơn 4 có thể làm cản trở sự tạo màu, khiến màu vừa phát triển bị mờ nhanh hoặc gây đục. Hãy điều chỉnh pH mẫu nằm trong khoảng từ 3 đến 8 trong ống chia độ trước khi thêm thuốc thử: 1. Nhỏ từng giọt lượng axit hoặc bazơ không chứa sắt phù hợp, ví dụ dung dịch axit sulfuric 1 N hoặc dung dịch natri hydroxit 1 N. 2. Nếu dùng lượng axit hoặc bazơ đáng kể, cần hiệu chỉnh lại thể tích.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm tiêu chuẩn (mẫu tăng chuẩn)

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, đồng thời xác định xem mẫu có bị ảnh hưởng bởi yếu tố ngoại lai hay không. Chuẩn bị các vật dụng sau:

- Ống chuẩn Iron Voluette®, 50 mg/L Fe
- Dụng cụ bẻ ống
- Pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL và đầu pipet

1. Tiến hành thử nghiệm để xác định nồng độ mẫu, sau đó giữ nguyên mẫu (chưa thêm chuẩn) trong thiết bị.
2. Truy cập mục Thêm Chuẩn trong menu thiết bị.
3. Lựa chọn giá trị nồng độ chuẩn, thể tích mẫu và thể tích chuẩn thêm phù hợp.
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 50 mL. Trộn đều.
6. Tiến hành thử nghiệm để đo nồng độ của từng mẫu đã thêm chuẩn. Bắt đầu với mẫu có lượng chuẩn nhỏ nhất. Đo từng mẫu trên thiết bị.
7. Chọn **Đồ thị** 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 chắc chắn rằng thể tích mẫu và thể tích chuẩn đã thêm được đo chính xác. Những thông số này phải phù hợp với lựa chọn trong menu Thêm Chuẩn. Nếu kết quả nằm ngoài giới hạn cho phép, có thể mẫu đã bị ảnh hưởng bởi chất gây nhiễu.*

Phương pháp dung dịch chuẩn

Dùng phương pháp dung dịch chuẩn để kiểm tra tính chính xác của quy trình thử nghiệm, hóa chất và thiết bị.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn sắt 100 mg/L
- Bình định mức 100 mL, loại A
- Ống hút định mức 1 mL loại A và bóng hút
- Nước khử ion

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

a. Sử dụng ống hút để lấy 1,0 mL dung dịch chuẩn sắt 100 mg/L cho vào bình định mức.
b. Pha loãng đến vạch với nước khử ion và lắc đều. Chuẩn bị dung dịch này mỗi ngày.

2. Dùng quy trình kiểm tra để đo nồng độ dung dịch chuẩn đã pha. Sắt dạng hòa tan và tổng trong môi trường molybdat, phương pháp FerroMo (1,80 mg/L)

3. So sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế.

Lưu ý: *Có thể tinh chỉnh việc hiệu chuẩn tại nhà máy bằng tùy chọn điều chỉnh tiêu chuẩn để thiết bị hiển thị giá trị mong muốn của dung dịch chuẩn. Việc hiệu chỉnh này sẽ được áp dụng cho tất cả các kết quả thử nghiệm. Điều chỉnh này giúp tăng độ chính xác của phép đo khi có sự thay đổi nhỏ ở thuốc thử hoặc thiết bị.*

Hiệu quả phương pháp

Dữ liệu về hiệu quả của phương pháp dưới đây được lấy từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm sử dụng máy quang phổ trong điều kiện lý tưởng. Người dùng có thể nhận được kết quả khác nhau khi thay đổi điều kiện thử nghiệm.

Chương trình	Tiêu chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Sự thay đổi nồng độ cho mỗi lần thay đổi 0,010 Abs
275	1,00 mg/L Fe	0,98–1,02 mg/L Fe	0,01 mg/L Fe

Tóm tắt phương pháp

FerroMo Iron Reagent 1 có chứa chất khử kết hợp với chất che. Chất che giúp loại bỏ ảnh hưởng từ nồng độ molybdat cao. Chất khử chuyển đổi sắt kết tủa hoặc lơ lửng, như gỉ sắt, sang dạng sắt (II). FerroMo Iron Reagent 2 gồm chất chỉ thị kết hợp với chất đệm, chất chỉ thị này phản ứng với sắt (II) trong mẫu, khi pH được giữ từ 3 đến 5, tạo ra màu xanh tím đậm. Độ dài sóng đo là 590 nm với máy quang phổ hoặc 610 nm với máy đo màu.

Vật tư tiêu hao và sản phẩm thay thế

Thuốc thử cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bộ thuốc thử sắt FerroMo®	1	100 cái/gói	2544800
Gồm có:			
FerroMo®[1] Gói bột Reagent 1	1	25 cái/gói	2543768
FerroMo® Gói bột Reagent 2	1	50 cái/gói	2543866

[1] FerroMo là thương hiệu đã được đăng ký của Công ty Hach.

Thiết bị cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Ống trộn dung dịch, chia vạch, 25 mL có nút đậy	1	cái	2088640
Bình trộn chia vạch, dung tích 50 mL, kèm nút đậy	1	cái	2088641

Tiêu chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch chuẩn sắt, 100 mg/L Fe	100 mL	1417542
Dung dịch chuẩn sắt, 1 mg/L Fe	500 mL	13949
Dung dịch chuẩn sắt, 10-mL Voluette® Ampule, 50-mg/L Fe	16 cái/gói	1425410
Nước đã khử ion	4 L	27256

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bình định mức Class A, thủy tinh 100 mL	cái	1457442
Dụng cụ hút mẫu (pipet) định mức Class A, 1,00 mL	cái	1451535
Bóng cao su an toàn dùng cho pipet	cái	1465100
Dung dịch chuẩn Natri Hydroxit, 1.0 N	100 mL MDB	104532
Dung dịch chuẩn Natri Hydroxit, 5.0 N	100 mL MDB	245032
Dung dịch chuẩn Axit Sunfuric, 1 N	100 mL MDB	127032
Dung dịch axit clohydric, 6,0 N (1:1)	500 mL	88449

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