Coban

DOC316.32.01036

1-(2-Pyridylazo)-2-Napthol (PAN) Method[1]

Phương pháp 8078

0,01 đến 2,00 mg/L Co

Gói bột thử

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho nước sạch và nước thải. Cần phân hủy mẫu để xác định tổng lượng coban thu hồi. Nếu mẫu có chứa EDTA, hãy sử dụng phương pháp phân hủy mạnh.

1 Chuyển thể từ Watanabe, H., Talanta, 21 295 (1974).

Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin riêng cho từng thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình thực hiện xét nghiệm này. Bảng cũng chỉ rõ mẫu ống nghiệm và vị trí đặt cho từng thiết bị cụ thể.

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

Bảng 1 Thông tin thiết bị cụ thể

Thiết bị	Hướng đặt tế bào mẫu	Tế bào mẫu
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Vạch đỗ nằm bên phải.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Vạch đỗ hướng về phía người dùng.	

Trước khi bắt đầu

Để đảm bảo đo được tất cả các dạng của kim loại, hãy phân giải mẫu bằng nhiệt và axit. Có thể sử dụng phương pháp phân giải nhẹ hoặc mạnh tùy theo yêu cầu. Tham khảo Hướng dẫn Phân tích Nước để biết thêm chi tiết.
Nhiệt độ khuyến nghị cho mẫu và hóa chất là từ 15–25 °C (59–77 °F).
Để đạt kết quả tối ưu, hãy đo giá trị trắng của hóa chất đối với từng lô hóa chất mới. Thay mẫu bằng nước khử ion trong quy trình thử để xác định giá trị trắng của hóa chất. Sử dụng chức năng điều chỉnh giá trị trắng để tự động trừ giá trị này khỏi kết quả mẫu.
Phương pháp này có thể đo nồng độ niken trên cùng một mẫu bằng Chương trình Số 340. Hãy đảm bảo sử dụng mẫu trắng thuốc thử cho quy trình phân tích niken.
Ô rót mẫu chỉ sử dụng được (với các thiết bị phù hợp) cùng với thuốc thử cho mẫu dung tích 25 mL.
Đọc kỹ Bảng Dữ liệu An toàn Hóa chất (MSDS/SDS) của các hóa chất sử dụng. Hãy mang đúng trang thiết bị bảo hộ cá nhân được khuyến nghị.
Xử lý dung dịch sau phản ứng theo đúng quy định của địa phương, bang và quốc gia. Tham khảo Bảng Dữ liệu An toàn Hóa chất để biết hướng dẫn xử lý thuốc thử chưa dùng đến. Liên hệ bộ phận môi trường, sức khỏe và an toàn tại cơ sở của bạn hoặc cơ quan quản lý địa phương để biết thêm thông tin về việc xử lý.

Các vật tư cần chuẩn bị

Mô tả	Số lượng
Bộ thuốc thử Cobalt/Nickel, PAN	1
Nước đã khử ion	10 mL

Các vật dụng cần thu thập (tiếp theo)

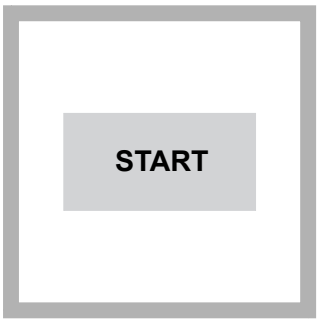
Mô tả	Số lượng
Nút cao su Neoprene, đặc, cỡ số 1	2
Ống nghiệm mẫu (Thông tin chi tiết về ống nghiệm, bộ chuyển đổi hoặc chắn sáng, xem tại Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.)	2

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

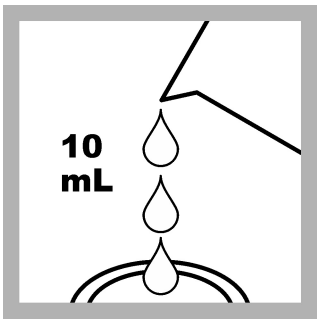
Thu thập và bảo quản mẫu

- Hãy lấy mẫu vào các chai thủy tinh hoặc chai nhựa sạch, đã được xử lý bằng axit clohydric 6 N (tỉ lệ 1:1) và tráng lại bằng nước khử ion.
- Để giữ mẫu cho phân tích sau này, điều chỉnh pH của mẫu xuống dưới 2 bằng axit nitric đậm đặc (khoảng 2 mL trên mỗi lít). Nếu phân tích ngay, không cần thêm axit.
- Mẫu đã bảo quản có thể để ở nhiệt độ phòng, tối đa 6 tháng.
- Trước khi phân tích, điều chỉnh pH về khoảng 3–8 bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn 5.0 N. Không để pH vượt quá 8 để tránh kết tủa kim loại.
- Hãy hiệu chỉnh kết quả thử nghiệm theo lượng dung dịch đã thêm vào mẫu.

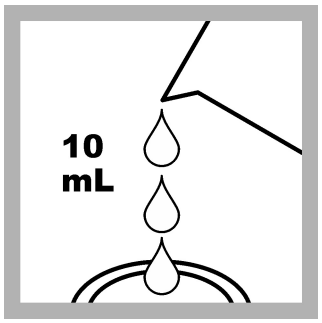
Quy trình kiểm tra



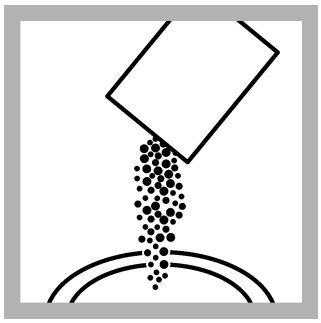
1. Khởi động chương trình **110 Cobalt**. Để biết thêm về các ống mẫu, phụ kiện hoặc tấm chắn sáng, vui lòng xem Thông tin cụ thể về thiết bị ở trang 1.
Lưu ý: *Tên chương trình có thể khác nhau tùy thiết bị, nhưng số hiệu chương trình luôn giữ nguyên.*



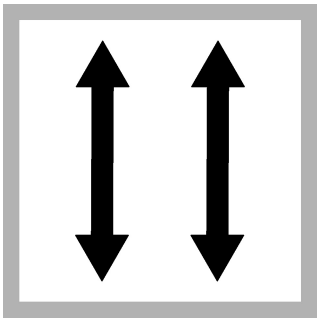
2. Chuẩn bị mẫu trắng: Rót 10 mL nước đã khử ion vào một ống nghiệm mẫu.



3. Chuẩn bị mẫu thử: Đổ 10 mL mẫu thử vào một ống nghiệm mẫu thứ hai.

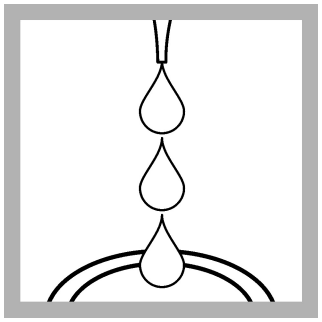


4. Thêm toàn bộ một gói bột thuốc thử Phthalate-Phosphate vào mỗi ống nghiệm.

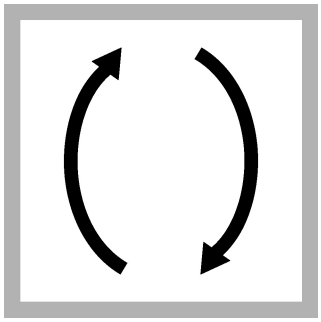


5. Đậy kín ống mẫu. Lắc mạnh ngay để hòa tan hóa chất.

Nếu mẫu có chứa sắt, hãy đảm bảo toàn bộ bột đã tan hoàn toàn trước khi thêm dung dịch chỉ thị PAN.



6. Thêm 0,5 mL dung dịch chỉ thị PAN 0,3% vào từng ống mẫu.

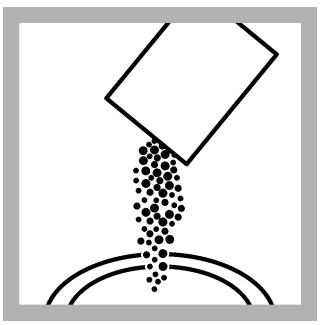


7. Đậy nắp các ống mẫu lại và lật ngược ống vài lần để trộn đều.

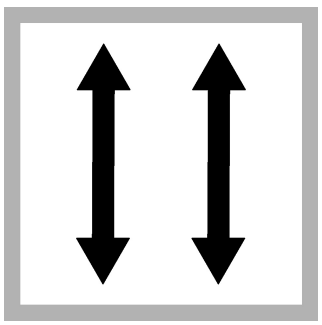


8. Khởi động bộ đếm thời gian của thiết bị. Quá trình phản ứng sẽ diễn ra trong 3 phút.

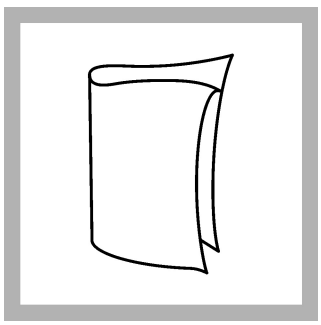
Trong quá trình phát triển màu, dung dịch mẫu có thể chuyển màu từ xanh lá sang đỏ sẫm, tùy vào thành phần hóa học của mẫu. Mẫu trắng sẽ có màu vàng.



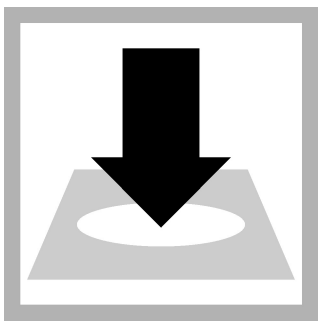
9. Khi hết thời gian, cho toàn bộ một gói bột phản ứng EDTA vào mỗi ống.



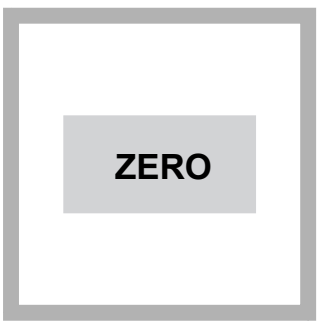
10. Đậy kín ống mẫu. Lắc đều để bột phản ứng tan hết.



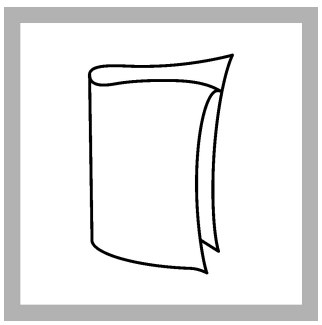
11. Làm sạch ống mẫu trắng.



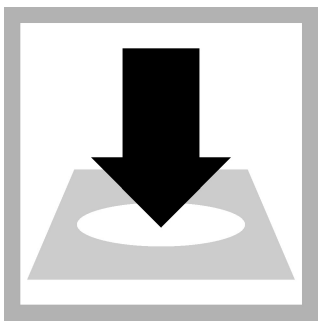
12. Đặt mẫu trắng vào khay chứa mẫu.



13. Nhấn **ZERO**. Màn hình sẽ hiển thị 0.00 mg/L Co.



14. Làm sạch ống mẫu đã chuẩn bị.



15. Đặt mẫu đã chuẩn bị vào khay chứa mẫu.



16. Nhấn **READ**. Kết quả hiển thị theo đơn vị mg/L Co.

Ảnh hưởng nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Al^{3+}	32 mg/L
Ca^{2+}	1000 mg/L dưới dạng (CaCO3)
Cd^{2+}	20 mg/L
Cl^{-}	8000 mg/L

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Chất tạo phức (ví dụ: EDTA)	Gây nhiễu ở mọi mức độ. Hãy dùng phương pháp Digesdahl hoặc tiêu hóa mạnh để loại bỏ sự gây nhiễu này.
Cr^{3+}	20 mg/L
Cr^{6+}	40 mg/L
Cu^{2+}	15 mg/L
F^{-}	20 mg/L
Fe^{3+}	10 mg/L. Nếu mẫu thử có chứa sắt, đảm bảo rằng toàn bộ bột đã được hòa tan trước khi thêm Chỉ thị PAN.
Fe^{2+}	Gây cản trở trực tiếp và không được phép có mặt.
K^{+}	500 mg/L
Mg^{2+}	400 mg/L
Mn^{2+}	25 mg/L
Mo^{6+}	60 mg/L
Na^{+}	5000 mg/L
Pb^{2+}	20 mg/L
Zn^{2+}	30 mg/L
Mẫu có đệm mạnh hoặc pH mẫu quá cao/thấp	Có thể gây cản trở việc điều chỉnh pH mẫu bằng thuốc thử. Có thể cần xử lý mẫu trước khi phân tích.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp dung dịch chuẩn

Sử dụng phương pháp dung dịch chuẩn để xác minh quy trình thử nghiệm, hóa chất và thiết bị.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn Cobalt 1000 mg/L
- Bình định mức 1 Lít, loại A
- Bình định mức 100 mL, loại A
- Ống hút định mức 10 mL, loại A và bóng bóp an toàn
- Nước khử ion

1. Chuẩn bị dung dịch gốc cobalt 10,00 mg/L như sau:
   a. Dùng ống hút lấy 10,00 mL dung dịch chuẩn cobalt 1000 mg/L cho vào bình định mức 1 Lít.
   b. Thêm nước khử ion đến vạch, lắc đều. Chuẩn bị dung dịch gốc mỗi ngày.
2. Chuẩn bị dung dịch chuẩn cobalt 1,00 mg/L như sau:
   a. Dùng ống hút lấy 10,00 mL dung dịch gốc cobalt 10,00 mg/L cho vào bình định mức 100 mL.
   b. Thêm nước khử ion đến vạch, lắc đều. Chuẩn bị dung dịch chuẩn mỗi ngày.
3. Sử dụng quy trình thử nghiệm để đo nồng độ dung dịch chuẩn đã pha.
4. So sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế.

Lưu ý: *Có thể hiệu chỉnh lại thiết bị một chút với chức năng hiệu chuẩn chuẩn để thiết bị hiển thị giá trị mong muốn của dung dịch chuẩn. Việc hiệu chỉnh này sẽ áp dụng cho mọi kết quả đo và giúp tăng độ chính xác khi hóa chất hoặc thiết bị có thay đổi nhỏ.*

Hiệu suất phương pháp

Những dữ liệu về hiệu suất phương pháp dưới đây được lấy từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm bằng máy quang phổ dưới điều kiện kiểm tra lý tưởng. Kết quả có thể khác nhau tùy theo điều kiện thực tế của người sử dụng.

Chương trình	Tiêu chuẩn	Độ chính xác (Khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Sự thay đổi nồng độ trên mỗi mức biến đổi 0.010 Abs
110	1,00 mg/L Co	0,99–1,01 mg/L Co	0,01 mg/L Co

Tóm tắt phương pháp

Sau khi mẫu được đệm và thêm pyrophosphate để che Fe^{3+}, cobalt sẽ phản ứng với chỉ thị 1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol. Chỉ thị này tạo phức với hầu hết các kim loại. Sau khi màu phát triển, EDTA được thêm vào để phá hủy các phức kim loại-PAN ngoại trừ niken và cobalt, có thể xác định cùng một mẫu. Bước sóng đo là 620 nm.

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 Cobalt/Nickel, PAN, 10-mL, gồm:	—	100 gói/hộp	2651600
Gói bột hóa chất EDTA	2	100 gói/hộp	700599
Gói bột hóa chất Phthalate-Phosphate, 10 mL	2	100 gói/hộp	2615199
Dung dịch chỉ thị PAN, 0,3%	1 mL	100 mL MDB	2150232
Nước đã khử ion	tùy chỉnh	4 L	27256

Thiết bị cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Nút đậy cho ống nghiệm 18 mm và ống AccuVac	2	6 cái/gói	173106

Tiêu chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch chuẩn Cobalt, 1000 mg/L Co	100 mL	2150342

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bình định mức, loại A, thủy tinh 100 mL	cái	1457442
Bình định mức, loại A, thủy tinh 1000 mL	cái	1457453
Buret định mức, loại A, 10 mL	cái	1451538
Bóng hút pipet an toàn	cái	1465100
Axit nitric, cô đặc	500 mL	15249
Dung dịch chuẩn Natri Hydroxide, 5.0 N	100 mL MDB	245032

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