Tổng lượng Carbon hữu cơ

DOC316.32.01095

Direct Method[1] **Phương pháp 10128**

100 đến 700 mg/L C (HR, quang phổ kế) **Ống nghiệm Test ‘N Tube™**

20 đến 700 mg/L C (HR, máy đo màu)

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho nước thải và nước công nghiệp

[1]Bằng sáng chế Hoa Kỳ 6,368,870

Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin về thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình cho thử nghiệm này. Bảng cũng chỉ rõ yêu cầu về bộ chuyển đổi và lá chắn ánh sáng cho các thiết bị cần sử dụng.

Để sử dụng bảng, chọn thiết bị, sau đó xem thông tin liên quan cho thử nghiệm này.

Bảng 1 Thông tin thiết bị dành cho ống nghiệm

Thiết bị	Bộ chuyển đổi	Chắn sáng
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Nắp che đi kèm thiết bị

[1] Bộ chuyển đổi D không có sẵn cho tất cả các phiên bản thiết bị.

Chuẩn bị trước khi tiến hành

Lắp nắp thiết bị vào giá đỡ ống đo của DR 900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ.
DR 3900, DR 3800, DR 2800 và DR 2700: Gắn chắn sáng vào Ngăn Ống #2 trước khi bắt đầu kiểm tra này.
Cần chuẩn bị một mẫu trắng thuốc thử cho mỗi loạt mẫu phân tích.
Nếu cần đo nồng độ TOC thấp hơn, hãy sử dụng Phương pháp 10128 hoặc 10129.
Xem lại Bảng Dữ liệu An toàn Hóa chất (MSDS/SDS) đối với các hóa chất sử dụng. Sử dụng đầy đủ trang 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 cách xử lý hóa chất chưa sử dụng. Nếu cần thêm thông tin về xử lý chất thải, hãy liên hệ bộ phận môi trường, an toàn sức khỏe của cơ sở hoặc các cơ quan quản lý tại địa phương.

Các vật dụng cần chuẩn bị

Mô tả	Số lượng
Bộ thuốc thử xác định TOC trực tiếp dải cao Test 'N Tube	1
Xy lanh chia vạch, 10 mL	1
Thiết bị phản ứng DRB200	1
Bình tam giác Erlenmeyer, 50 mL	1
Che chắn ánh sáng hoặc bộ chuyển đổi (Để biết thông tin về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc che chắn ánh sáng, xem Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.)	1
Máy khuấy từ	1

Các vật dụng cần thu thập (tiếp tục)

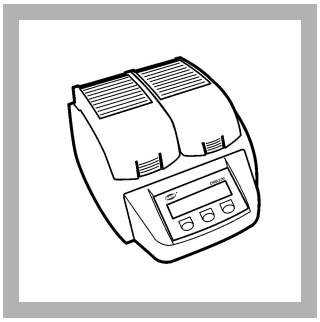
Mô tả	Số lượng
Giấy kiểm tra pH	1
Ống pipet TenSette®, dung tích 0,1 đến 1,0 mL, kèm đầu pipet	1
Ống pipet TenSette®, dung tích 1,0 đến 10,0 mL, kèm đầu pipet	1
Thanh khuấy từ	1
Giá đựng ống nghiệm	1
Nước tinh khiết, không chứa chất hữu cơ	0,3 mL
Khăn lau dùng một lần	1

Xem thêm Vật tư tiêu hao và vật tư thay thế ở trang 7 để biết thông tin đặt hàng.

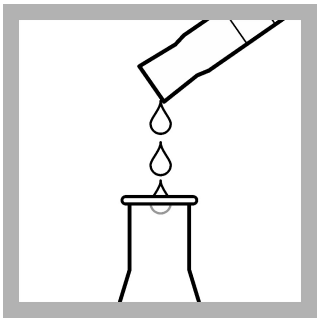
Thu thập mẫu

- Thu thập mẫu trong chai thủy tinh sạch.
- Đồng nhất mẫu có chứa chất rắn để đảm bảo lấy mẫu đại diện.
- Rửa chai lấy mẫu nhiều lần bằng chính mẫu sẽ thu.
- Đổ đầy chai rồi đậy nắp kín.
- Phân tích mẫu càng sớm càng tốt để đạt kết quả tối ưu.
- Không khuyến nghị bảo quản bằng axit.

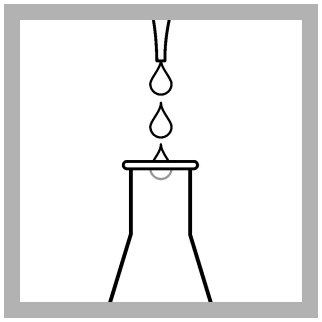
Tổng các-bon hữu cơ HR



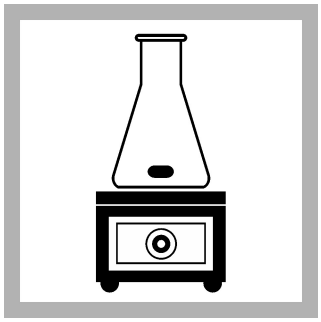
1. Khởi động thiết bị phản ứng DRB200. Chọn chương trình TOC.



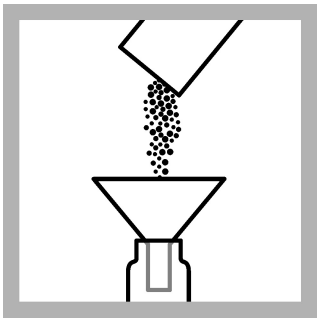
2. Thêm 10 mL mẫu vào bình Erlenmeyer 50 mL. Đặt thanh khuấy từ vào trong bình.



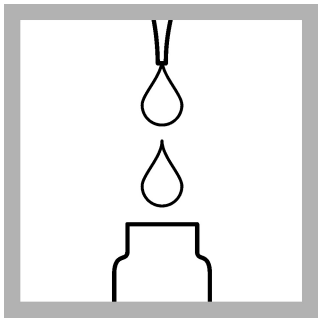
3. Thêm 0,4 mL dung dịch đệm vào bình Erlenmeyer, pH 2,0. Dùng giấy đo pH để đảm bảo pH mẫu là 2.



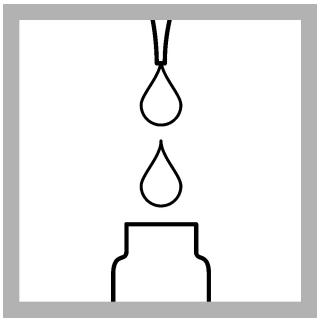
4. Đặt bình lên đĩa khuấy. Khuấy đều với tốc độ vừa trong 10 phút.



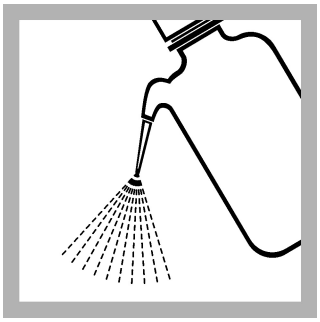
5. Cho toàn bộ một gói bột Persulfate TOC vào mỗi ống nghiệm tiêu hóa axit. Gắn nhãn “Mẫu trắng thuốc thử” lên một ống nghiệm tiêu hóa axit dải cao. Gắn nhãn “Mẫu phân tích” lên ống nghiệm tiêu hóa axit dải cao thứ hai.



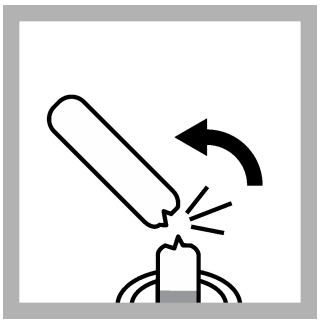
6. Chuẩn bị mẫu trắng: Thêm 0,3 mL nước không chứa hữu cơ vào ống mẫu trắng.



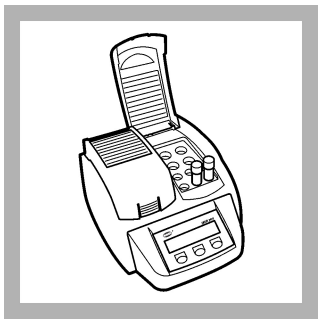
7. Chuẩn bị mẫu: Thêm 0,3 mL mẫu từ bình tam giác vào ống nghiệm mẫu.



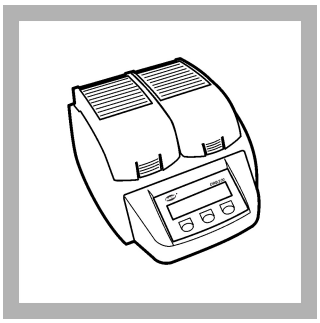
8. Sử dụng nước khử ion để rửa hai ống thử chỉ thị màu xanh Dải Trung/Bao. Lau sạch các ống thử bằng khăn mềm và tránh chạm vào thành ống sau khi đã làm sạch. Chỉ cầm phần đầu ống thử khi thao tác.



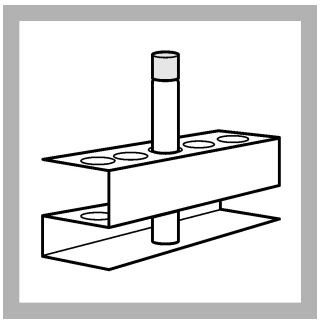
9. Đặt một ống ampul chưa mở vào mỗi ống nghiệm tiêu hóa axit. Bẻ phần trên của ống ampul khi vạch khớp với miệng ống nghiệm. Để ampul rơi vào trong ống nghiệm. Không lắc hoặc nghiêng ống nghiệm sau khi đã thả ampul vào.



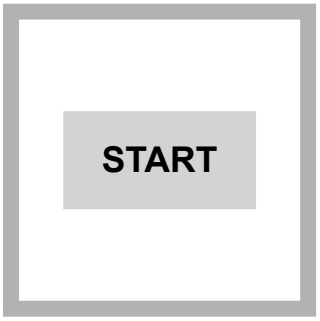
10. Đóng chặt các ống nghiệm và đặt chúng vào lò phản ứng.



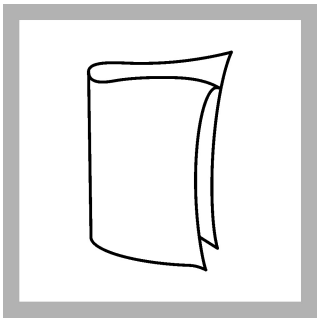
11. Đóng lò phản ứng lại. Để các ống nghiệm phản ứng trong 2 giờ ở nhiệt độ 103 đến 105 °C.



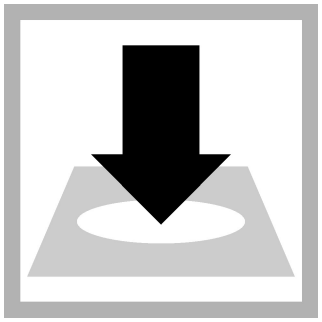
12. Sau hai giờ, lấy các lọ ra khỏi thiết bị phản ứng. Luôn giữ lọ theo phương thẳng đứng. Đặt các lọ vào giá ống nghiệm để làm nguội trong một giờ. Dung dịch trong lọ trắng sẽ chuyển sang màu xanh đậm.



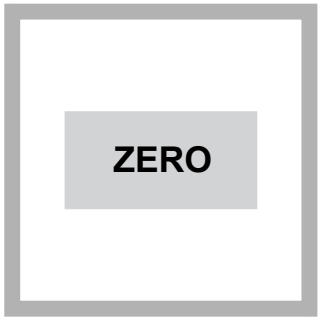
13. Khởi động chương trình **426 Organic Carbon HR**. Để biết chi tiết về ống đựng mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy tham khảo Thông tin cụ thể về thiết bị ở trang 1.
Lưu ý: *Tên chương trình có thể khác nhau giữa các thiết bị, nhưng số chương trình luôn giữ nguyên.*



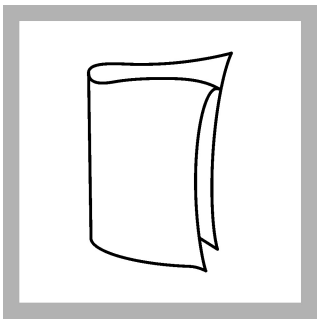
14. Vệ sinh lọ trắng.



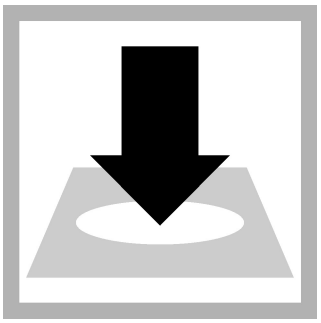
15. Đặt lọ trắng vào giá giữ ống 16 mm.



16. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị 0 mg/L C.



17. Vệ sinh lọ mẫu.



18. Đặt lọ mẫu vào giá giữ ống 16 mm.



19. Nhấn **READ**. Kết quả sẽ hiển thị bằng mg/L C.

Nhiễu

Nếu mẫu có độ kiềm CaCO3 vượt quá 1000 mg/L, hãy thêm axit sunfuric để hạ pH mẫu xuống dưới 7, sau đó tiến hành kiểm tra.

Phần lớn độ đục của mẫu sẽ được hòa tan trong giai đoạn phá hủy hoặc lắng xuống trong thời gian làm nguội. Các mẫu có độ đục tới 50 NTU đã được kiểm tra mà không bị ảnh hưởng.

Bảng dưới đây liệt kê các chất đã được kiểm tra nhiễu và không gây ảnh hưởng ở mức cho phép.

Chất gây nhiễu	Mức độ nhiễu
Nhôm	10 mg/L Al
Amoniac Nitơ	1000 mg/L dưới dạng N
Nước thải ASTM	Không ảnh hưởng
Brômua	500 mg/L Br^-
Brôm	25 mg/L Br_2
Canxi	2000 mg/L dưới dạng $CaCO_3$
Clorua	5000 mg/L Cl^-
Clor	10 mg/L Cl_2
Dioxit clo	6 mg/L ClO_2

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Đồng	10 mg/L Cu
Xyanua	10 mg/L CN^-
Iotua	50 mg/L I^-
Sắt (II)	10 mg/L Fe^{2+}
Sắt (III)	10 mg/L Fe^{3+}
Magiê	2000 mg/L dưới dạng $CaCO_3$
Mangan (VII)	1 mg/L Mn
Monocloramin	14 mg/L NH_2Cl tính theo Cl_2
Nitrit	500 mg/L NO_2^-
Ôzôn	2 mg/L O_3
Phôtphat	3390 mg/L PO_4^{3-}
Silica	100 mg/L SiO_2
Sulfat	5000 mg/L SO_4^{2-}
Sulfua	20 mg/L S^{2-}
Sunfit	50 mg/L SO_3^{2-}
Kẽm	5 mg/L Zn

Nước trắng mẫu thuốc thử

Nước dùng cho mẫu trắng thuốc thử phải chứa ít hơn 0,05 mg/L cacbon. Nếu bình chứa nước không có chất hữu cơ được mở lâu, nước có thể hấp thụ khí CO2 từ không khí và làm mẫu trắng bị nhiễm bẩn. Để loại bỏ CO2 hòa tan khỏi nước không có chất hữu cơ, hãy axit hóa nước rồi khuấy đều trong 10 phút như quy trình kiểm tra.

Nói chung, nước được bảo quản trong chai nhựa không phù hợp cho mẫu trắng TOC dải thấp. Nước lưu trữ trong nhựa dễ bị nhiễm các hợp chất hữu cơ từ thành chai. Những hợp chất hữu cơ này thường không thể loại bỏ bằng phương pháp sục axit.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm tiêu chuẩn (châm mẫu)

Sử dụng phương pháp thêm tiêu chuẩn (cho thiết bị phù hợp) để xác thực quy trình kiểm tra, thuốc thử và thiết bị, đồng thời kiểm tra xem mẫu có bị nhiễu không.

Cần thu thập các vật dụng sau:

- Ống mẫu dung dịch chuẩn TOC, 1000 mg/L C
- Bình định mức 50 mL, loại A
- Bơm hút định mức 15 mL và bộ bơm
- Nước không chứa chất hữu cơ
- Bơm TenSette®, 0,1–1,0 mL và đầu bơm

1. Chuẩn bị dung dịch chuẩn tổng cacbon hữu cơ 300 mg/L như sau:
   a. Dùng bơm hút thêm 15,00 mL dung dịch chuẩn TOC 1000 mg/L vào bình định mức.
   b. Pha loãng đến vạch bằng nước không chứa chất hữu cơ. Khuấy đều. Chuẩn bị dung dịch này hằng ngày.
2. Sử dụng quy trình kiểm tra để đo nồng độ mẫu, sau đó giữ mẫu chưa châm trong thiết bị.
3. Vào menu thiết bị, chọn mục Thêm Tiêu Chuẩn.

4. Chọn giá trị cho nồng độ tiêu chuẩn, thể tích mẫu và thể tích mẫu tăng chuẩn.
5. Chuẩn bị ba mẫu có tăng chuẩn: sử dụng pipet TenSette để lần lượt thêm 0,1 mL, 0,2 mL và 0,3 mL dung dịch tiêu chuẩn đã chuẩn bị vào ba ống tiêu hóa axit riêng biệt.
6. Thêm một gói bột Persulfate TOC vào từng ống nghiệm.
7. Thêm 0,3 mL mẫu vào mỗi ống rồi lắc nhẹ để hòa tan hoàn toàn.
8. Sử dụng quy trình kiểm tra để đo nồng độ của từng mẫu đã tăng chuẩn. Bắt đầu với mẫu có lượng tăng chuẩn nhỏ nhất. Đo từng mẫu bằng do thiết bị.
9. 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 kiểm tra lại việc đo thể tích mẫu và lượng thêm chuẩn có chính xác không. Các giá trị này cần phù hợp 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 chuẩn

Sử dụng phương pháp chuẩn để kiểm tra quy trình thử nghiệm, hóa chất và thiết bị.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Ống ampule dung dịch chuẩn TOC 1000 mg/L C
- Bình định mức 50 mL, loại A
- Bơm pipet 15 mL, loại A và dụng cụ hút pipet
- Nước hóa chất không chứa hữu cơ

1. Chuẩn bị dung dịch chuẩn 300 mg/L C như sau:
   a. Dùng pipet lấy 15,00 mL dung dịch chuẩn tổng cacbon hữu cơ 1000 mg/L vào bình định mức.
   b. Thêm nước hóa chất không chứa hữu cơ cho đến vạch đo, lắc đều. Chuẩn bị dung dịch này mỗi ngày.
2. Sử dụng quy trình thử nghiệm để xác định nồng độ của dung dịch chuẩn vừa pha.
3. So sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế.

Lưu ý: *Việc hiệu chuẩn tại nhà máy có thể điều chỉnh nhẹ bằng tùy chọn chỉnh chuẩn, giúp thiết bị hiển thị giá trị mong đợi của dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn đã điều chỉnh này sẽ áp dụng cho tất cả các kết quả thử nghiệm. Việc điều chỉnh này giúp nâng cao độ chính xác khi hóa chất hoặc thiết bị có thay đổi nhỏ.*

Hiệu suất phương pháp

Dữ liệu về hiệu suất phương pháp dưới đây được thu thập từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm với điều kiện lý tưởng trên máy quang phổ. Người dùng có thể nhận được các kết quả khác nhau khi thực hiện ở điều kiện khác.

Chương trình	Chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Thay đổi nồng độ trên mỗi 0,010 đơn vị hấp thụ
426	350 mg/L C	337–363 mg/L C	4 mg/L C

Tóm tắt phương pháp

Nồng độ tổng carbon hữu cơ (TOC) được xác định bằng cách đầu tiên sục khí mẫu trong điều kiện hơi axit để loại bỏ carbon vô cơ. Trong ống nghiệm ngoài, carbon hữu cơ trong mẫu được oxy hóa bởi persulfat và axit thành khí cacbonic. Trong quá trình phản ứng, khí cacbonic khuếch tán vào thuốc thử chỉ thị pH trong ống ampule bên trong. Sự hấp thụ khí cacbonic vào chỉ thị này tạo thành axit cacbonic, làm thay đổi pH và màu của dung dịch chỉ thị. Mức độ biến đổi màu sắc tỉ lệ thuận với lượng carbon ban đầu có trong mẫu. Các bước sóng đo là 598 và 430 nm cho máy quang phổ hoặc 610 nm cho máy đo màu.

Vật tư tiêu hao và sản phẩm thay thế

Hóa chất cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Giấy thử pH	1	5 cái/túi	39133
Nước tinh khiết không chứa hợp chất hữu cơ	3,0 mL	500 mL	2641549
Bộ thuốc thử Carbon hữu cơ tổng số phương pháp trực tiếp, phạm vi cao Test 'N Tube™	—	50 lọ	2760445
Bao gồm:			
Lọ dung dịch tiêu hóa axit, TOC phạm vi cao (không bán riêng lẻ)	1	50 cái/túi	—
Dung dịch đệm, Sulfat (không bán riêng; xem kích cỡ thay thế bên dưới)	0,4 mL	25 mL	—
Phễu nhỏ, nhựa poly	1	cái	2584335
Ống ampule chỉ thị MR/HR TOC (không bán lẻ)	1	10 cái/bao	—
Gói bột persulfate TOC (không bán lẻ)	1	50 cái/túi	—

Thiết bị cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Cylinder chia vạch, 10 mL	1	cái	50838
Bộ phản ứng DRB 200, tuỳ chọn 110 VAC, 15 vị trí 16 mm	1	cái	LTV082.53.40001
HOẶC			
Bộ phản ứng DRB 200, tuỳ chọn 220 VAC, 15 vị trí 16 mm	1	cái	LTV082.52.40001
Bình Erlenmeyer, 50 mL	1	cái	50541
Máy khuấy từ	1	cái	2881200
Pipet TenSette®, 0.1–1.0 mL	1	cái	1970001
Đầu pipet dành cho pipet TenSette® 0.1–1.0 mL	2	50 cái/túi	2185696
Pipet TenSette® 1.0–10.0 mL	1	cái	1970010
Đầu pipet dành cho pipet TenSette® 1.0–10.0 mL	thay đổi tùy loại	50 cái/túi	2199796
Thanh khuấy từ	1	cái	4531500
Giá đỡ ống nghiệm	1	cái	1864100
Khăn lau dùng một lần	1	280 cái/bao	2097000

Tiêu chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Ống ampoule dung dịch chuẩn TOC (chuẩn KHP, 1000 mg/L C)	5 cái/túi	2791505

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Cân phân tích, 80 g x 0,1 mg, 100–240 VAC	cái	2936701
Dung dịch đệm sulfat pH 2.0	500 mL	45249
Bình định mức 50 mL	cái	1457441
Bình định mức loại A, thủy tinh 1000 mL	cái	1457453

Hóa chất và thiết bị tùy chọn (tiếp theo)

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Ống hút định mức loại A, 15 mL	cái	1451539
Bóng cao su an toàn cho ống hút	cái	1465100
Đầu típ cho pipet TenSette® , 0,1–1,0 mL	1000 cái/gói	2185628
Đầu pipet cho TenSette® Pipet, 1.0–10.0 mL	250 cái/gói	2199725
Phthalat axit kali (KHP), chuẩn ACS	500 g	31534
Dung dịch chuẩn axit sulfuric, 5.25 N	100 mL	244932
Giấy cân, kích thước 100 x 100 mm	500 tờ/gói	1473885

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