# Silicát

DOC316.32.01130

## Heteropoly Blue Method[1]

**ULR 3 đến 1000 µg/L $SiO_2$**

**Phương pháp 8282**

**Tế bào rót trực tiếp**

**Phạm vi và ứng dụng:** Dùng để kiểm tra hàm lượng vết silicát hòa tan trong nước tinh khiết và siêu tinh khiết.

1 Dựa theo *Phương pháp chuẩn kiểm tra nước và nước thải*.

## Chuẩn bị mẫu thử

### Bảng thông tin thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình kiểm tra này. Bảng cũng thể hiện yêu cầu về tế bào mẫu và hướng đặt mẫu.

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

**Bảng 1 Thông tin cụ thể từng thiết bị**

| Thiết bị | Hướng đặt tế bào mẫu | Bộ dụng cụ rót trực tiếp | Chuyển đổi | Bộ dụng cụ |
|---|---|---|---|---|
| DR 6000 | Dòng chảy hướng về bên phải. | LZV899, LZQ105 và LZQ102 | — | LQV157.99.20002 |
| DR 3800 | | 5940400 | LZV585 (B) | — |
| DR 2800 | | 5940400 | LZV585 (B) | — |
| DR 2700 | | 5940400 | LZV585 (B) | — |
| DR 1900 | | LZV899 | — | — |
| DR 5000 | Dòng chảy hướng về phía người sử dụng. | LZV479 | — | — |
| DR 3900 | | LZV899 | — | LQV157.99.10002 |

### Trước khi bắt đầu

| |
|---|
| Vui lòng tham khảo tài liệu hướng dẫn của thiết bị để lắp đặt và lắp ráp cell Pour-Thru cùng các module. Đảm bảo cell Pour-Thru được lắp đúng cách. |
| Để tránh cell Pour-Thru bị nhiễm bẩn khi không sử dụng, hãy úp một cốc nhỏ lên miệng phễu thủy tinh. |
| Xem Vệ sinh dụng cụ thí nghiệm ở trang 5 và Vệ sinh cell Pour-Thru ở trang 5 để làm sạch cell Pour-Thru và toàn bộ dụng cụ thí nghiệm. |
| Tham khảo mục Chuẩn bị hóa chất ở trang 4 để pha chế thuốc thử Amino Acid F. |
| Thời gian phản ứng trong quy trình kiểm tra được áp dụng cho mẫu ở nhiệt độ 20 °C (68 °F). Nếu mẫu ở 10 °C (50 °F), chờ 8 phút cho lần phản ứng đầu (4 phút) và 2 phút cho lần phản ứng thứ hai (1 phút). Nếu mẫu ở 30 °C (86 °F), chờ 2 phút cho lần phản ứng đầu (4 phút) và 30 giây cho lần phản ứng thứ hai (1 phút). |
| Xem lại Bảng Dữ liệu An toàn (MSDS/SDS) của các hóa chất được sử dụng. Sử dụng thiết 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 để biết thông tin về việc xử lý hóa chất chưa sử dụng. Liên hệ với bộ phận môi trường, sức khỏe và an toàn của cơ sở bạn hoặc các cơ quan quản lý địa phương để biết thêm hướng dẫn xử lý. |

### Các vật dụng cần chuẩn bị

| Mô tả | Số lượng |
|---|---|
| Dung dịch thuốc thử Amino Acid F | 1 |
| Thuốc thử Citric Acid F | 1 |
| Thuốc thử Molybdate 3 | 1 |

**Các vật dụng cần thu thập (tiếp theo)**

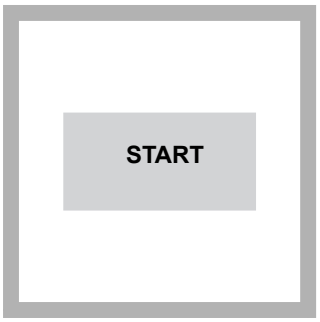
| Mô tả | Số lượng |
|---|---|
| Ống đong chia vạch, 50 mL, chất liệu polypropylene | 1 |
| Bình tam giác Polymethylpentene, nắp vặn, 250 mL | 2 |
| Pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL | 1 |
| Đầu pipet dùng cho pipet TenSette® , 0,1–1,0 mL | 2 |
| Bộ kit tế bào rót trực tiếp (xem Bảng 1 trang 1) | 1 |

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

## Thu thập mẫu

- Tiến hành phân tích mẫu ngay sau khi lấy. Không thể bảo quản mẫu để phân tích sau.
- Lấy mẫu vào chai nhựa sạch có nắp đậy kín. Không dùng chai thủy tinh vì sẽ làm nhiễm mẫu.
- Ngâm dụng cụ đựng mẫu trong dung dịch gồm 1 phần thuốc thử Molybdate 3 với 50 phần nước khử ion tinh khiết, hàm lượng silica thấp trong vài giờ. Rửa sạch lại bằng nước có hàm lượng silica thấp, để ráo và đậy kín. Lặp lại quá trình làm sạch này định kỳ.
- Đảm bảo lấy mẫu đại diện. Nếu lấy từ vòi, hãy xả nước chảy ít nhất 1–2 phút trước khi lấy mẫu. Không điều chỉnh dòng chảy để tránh làm lẫn tạp chất.

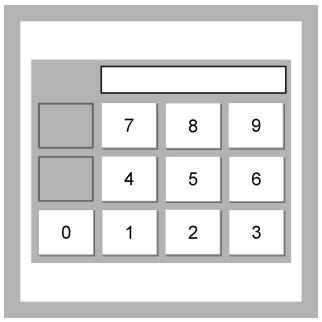
## Quy trình thử nghiệm




**1.** Khởi động chương trình **645 Silica ULR**. Để biết thêm thông tin về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc màn chắn sáng, hãy xem Bảng 1 trang 1.



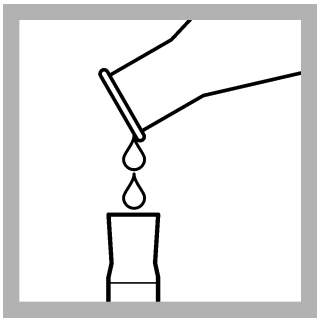

**2.** Bật chức năng trừ trắng thuốc thử để hệ thống tự động loại trừ giá trị trắng thuốc thử khỏi kết quả mẫu.



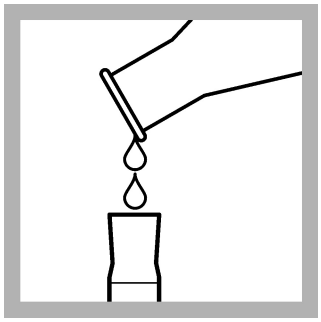

**3.** Nhập giá trị trắng thuốc thử. Thông tin này được in trên nhãn của thuốc thử Molybdate 3.



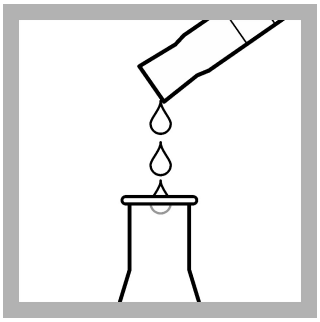
**4.** Đổ đầy hai bình tam giác Erlenmeyer sạch 250 mL bằng mẫu, sao cho tràn ra ngoài.



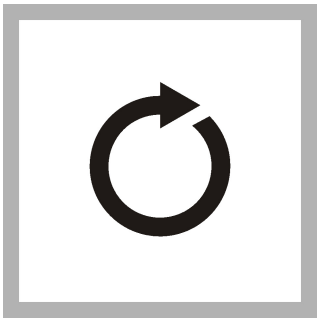
**5.** Dùng một ống đong nhựa sạch 50 mL, lấy mẫu từ một trong các bình. Sau đó đổ bỏ hết dung dịch trong ống đong. Lặp lại thao tác này ba lần.



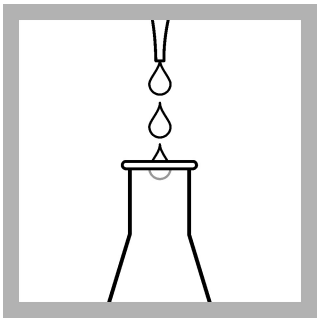
**6.** Rót mẫu từ cùng bình vào ống đong đã tráng đến vạch 50 mL. Đổ bỏ phần mẫu còn thừa trong bình.



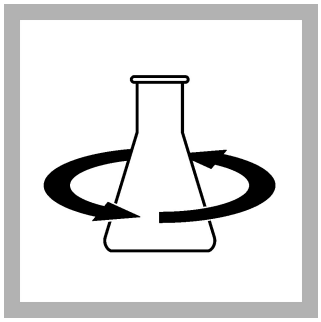
**7.** Đổ lại toàn bộ dung dịch trong ống đong 50 mL vào bình ban đầu.



**8.** Lặp lại các bước 5 đến 7 cho bình mẫu thứ hai.



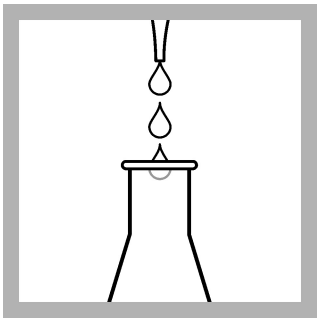
**9.** Sử dụng pipet TenSette để thêm 1,0 mL thuốc thử Molybdate 3 vào từng bình mẫu.



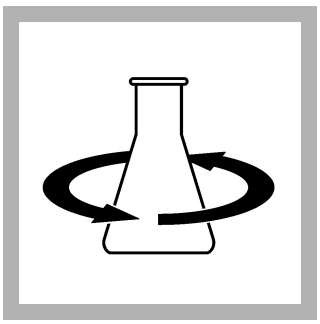
**10.** Lắc nhẹ để trộn đều.




**11.** Khởi động bộ hẹn giờ trên thiết bị. Phản ứng sẽ diễn ra trong 4 phút.



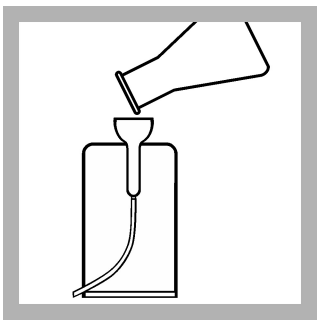
**12.** Khi hết thời gian, thêm 1,0 mL thuốc thử Citric Acid F vào từng bình.



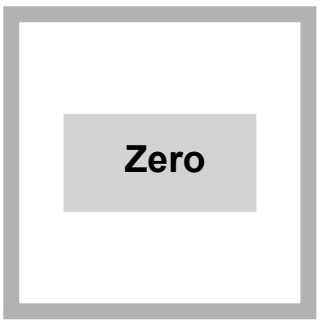
**13.** Lắc nhẹ để trộn đều.



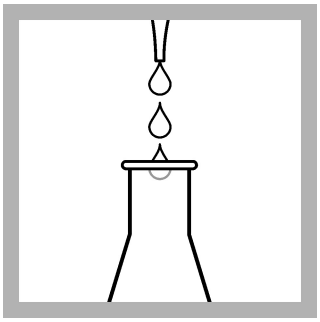

**14.** Bắt đầu hẹn giờ trên thiết bị. Phản ứng kéo dài 1 phút sẽ bắt đầu. Trong thời gian này, các yếu tố gây nhiễu từ phosphate có thể sẽ bị loại bỏ.



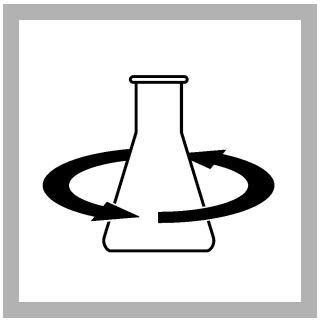
**15.** Khi hết thời gian, rót dung dịch trong một bình vào ô đo Pour-Thru.



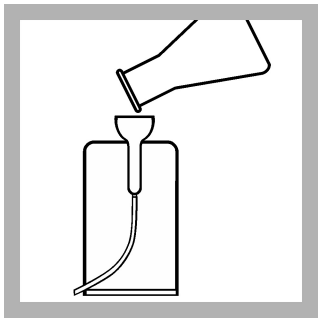

**16.** Khi dòng chảy dừng lại, nhấn **ZERO**. Màn hình sẽ hiển thị 0 µg/L $SiO_2$.



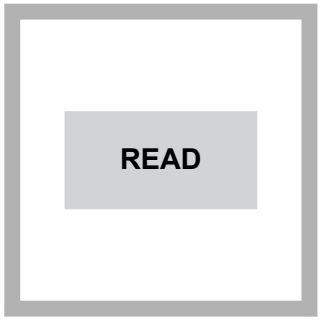
**17.** Thêm 1,0 mL thuốc thử Amino Acid F vào bình còn lại.



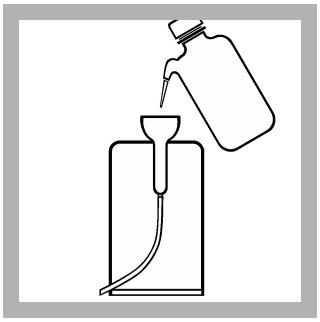
**18.** Lắc nhẹ để hòa tan. Nếu mẫu chứa silica, sẽ xuất hiện màu xanh nhạt.



**19.** Đợi ít nhất 15 giây, sau đó rót dung dịch trong bình thứ hai vào ô đo Pour-Thru.




**20.** Nhấn **READ**. Kết quả sẽ hiển thị dưới dạng µg/L $SiO_2$.



**21.** Xả ô đo Pour-Thru ngay sau khi sử dụng với ít nhất 50 mL nước khử ion.

## Các yếu tố gây nhiễu

| Chất gây nhiễu | Mức độ gây nhiễu |
|---|---|
| Màu sắc | Loại bỏ bằng cách chuẩn máy với mẫu trắng (thực hiện theo hướng dẫn). |
| Sắt | Gây nhiễu khi ở nồng độ cao. |
| pH (quá cao hoặc quá thấp) | Điều chỉnh pH về dưới 7. |
| Phốt phát ($PO_4^{3-}$) | Gây nhiễu khi nồng độ vượt quá 50 mg/L $PO_4^{3-}$. |
| Sulfua | Gây nhiễu ở mọi mức độ. |
| Độ đục | Loại bỏ bằng cách chuẩn máy với mẫu trắng (thực hiện theo hướng dẫn). |

## Chuẩn bị hóa chất

Dung dịch thuốc thử Amino Acid F có dạng chai 100 mL hoặc gói 20 ống liều dùng sẵn. Loại đóng chai bảo quản được tối đa 1 năm nếu luôn đậy kín sau khi sử dụng. Ống thuốc thử được niêm phong trong môi trường argon, giúp ổn định và kéo dài hạn sử dụng trên 1 năm.

Có thể pha các thể tích khác của thuốc thử Amino Acid F như sau:

1. Hòa tan toàn bộ bột Amino Acid F của một chai vào dung môi pha loãng Amino Acid Reagent Dilution Solvent cùng loại. Hai loại này được đóng gói dưới tên Bộ thuốc thử Amino Acid F.
2. Lắp đầu chiết định lượng lên các chai Amino Acid F, Molybdate 3 và Citric Acid để thêm hóa chất nhanh chóng.
3. Ngoài ra, có thể pha các thể tích lớn hơn hoặc nhỏ hơn. Hòa 11 gam bột Amino Acid F vào 100 mL dung môi thuốc thử Amino Acid F.

Thuốc thử này có độ ổn định giới hạn. Hãy thường xuyên kiểm tra hiệu suất xét nghiệm bằng Dung dịch Chuẩn Silica 1 mg/L (1000 µg/L). Nếu độ nhạy giảm ở nồng độ cao (1000 µg/L), đó là dấu hiệu thuốc thử không còn ổn định. Nếu nồng độ đo được dưới 950 µg/L, hãy pha mới dung dịch Thuốc thử Amino Acid F.

## Vệ sinh dụng cụ thí nghiệm

Đảm bảo tất cả các bình chứa sử dụng trong thử nghiệm này đều được làm sạch hoàn toàn để loại bỏ mọi dấu vết của silica. Nên dùng bình nhựa cho quá trình phân tích và lưu trữ, vì bình thủy tinh có thể làm nhiễm mẫu với silica. Các bình nhỏ hoặc bình có nắp vặn đều phù hợp.

1. Làm sạch các bình chứa (không dùng chất tẩy rửa có photphat), sau đó tráng lại bằng nước khử ion chất lượng cao có nồng độ silica thấp.
2. Ngâm bình trong 10 phút với dung dịch pha loãng thuốc thử Molybdate 3 tỷ lệ 1:50 trong nước silica thấp.
3. Tráng lại nhiều lần bằng nước silica thấp hoặc mẫu trước khi dùng. Đậy kín bình khi không sử dụng.
4. Đổ hỗn hợp Molybdate 3 và nước này vào buồng đo Pour-Thru Cell. Ngâm trong 10 phút.
5. Tráng lại bằng nước silica thấp.

## Vệ sinh buồng đo Pour-Thru

Buồng đo Pour-Thru có thể tích tụ các sản phẩm có màu, đặc biệt khi dung dịch đã phản ứng vẫn còn trong buồng lâu sau khi đo.

1. Rửa buồng đo Pour-Thru bằng dung dịch amoni hydroxit pha loãng tỉ lệ 1:5 để loại bỏ màu sắc.
2. Rửa lại hoàn toàn bằng nước khử ion.
3. Đậy phễu buồng Pour-Thru khi không sử dụng.

## Kiểm tra độ chính xác

### Phương pháp thêm chuẩn (spike mẫu)

Áp dụng phương pháp thêm chuẩn (dành cho các thiết bị phù hợp) để xác thực quy trình kiểm tra, hóa chất và thiết bị, đồng thời kiểm tra xem mẫu có bị nhiễu hay không.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Tiêu chuẩn Silica 1 mg/L (1000 µg/L)
- Pipet TenSette và đầu pipet
- Bình nón nhựa Erlenmeyer 250 mL (3 cái)

1. Tiến hành đo nồng độ mẫu bằng quy trình kiểm tra, sau đó giữ mẫu (không pha thêm) trong thiết bị.
2. Truy cập mục Thêm Chuẩn trên menu thiết bị.
3. Chọn các giá trị cho nồng độ chuẩn, thể tích mẫu và thể tích thêm chuẩn.
4. Mở dung dịch chuẩn.
5. Chuẩn bị ba mẫu có thêm chuẩn: sử dụng pipet TenSette để thêm lần lượt 0,2 mL, 0,4 mL và 0,6 mL dung dịch chuẩn vào ba phần mẫu tươi 50 mL. Trộn đều.
6. Tiến hành đo nồng độ từng mẫu đã thêm chuẩn theo quy trình kiểm tra. Bắt đầu với mẫu có lượng thêm chuẩn nhỏ nhất. Đo từng mẫu trên thiết bị.
7. 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 đảm bảo thể tích mẫu và lượng thêm chuẩn được đo chính xác. Các giá trị này phải trùng khớp với lựa chọn trong menu Thêm Chuẩn. Nếu kết quả nằm ngoài giới hạn cho phép, có thể mẫu đang bị nhiễu.*

### Phương pháp dung dịch chuẩn

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

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn SiO2 500 µg/L

1. Sử dụng quy trình thử nghiệm để đo nồng độ của dung dịch chuẩn.
2. Đối chiếu kết quả mong đợi với kết quả thực tế.

***Lưu ý:*** *Có thể hiệu chỉnh lại thiết bị bằng chức năng điều chỉnh chuẩn để thiết bị cho ra giá trị đúng với dung dịch chuẩn. Sau khi hiệu chỉnh, kết quả này sẽ được áp dụng cho tất cả các lần đo. Việc hiệu chỉnh này giúp tăng độ chính xác khi hóa chất hoặc thiết bị có biến động nhỏ.*

## Hiệu suất phương pháp

Dữ liệu hiệu suất phương pháp bên dưới được xác định từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm bằng máy quang phổ dưới điều kiện lý tưởng. Kết quả thực tế có thể khác nhau tùy theo điều kiện thử nghiệm.

| Chương trình | Tiêu chuẩn | Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%) | Độ nhạy<br>Sự thay đổi nồng độ trên mỗi 0,010 Abs |
|---|---|---|---|
| 645 | 500 µg/L silica | 496–504 µg/L silica | 13 µg/L silica |

## Tóm tắt phương pháp

Để áp dụng phương pháp Silica Dải Thấp cho phân tích hàm lượng vết ở phương pháp Dải Siêu Thấp, cần thực hiện một số điều chỉnh. Bắt buộc phải sử dụng ống đo 1 inch kiểu rót và hóa chất dạng lỏng. Ống đo này giúp tăng độ lặp lại của quang học và giảm sai số do thay đổi vị trí ống mẫu. Hóa chất lỏng còn giúp kết quả ổn định hơn và giá trị mẫu trắng thấp hơn bằng cách loại bỏ độ đục nhẹ còn sót lại khi dùng hóa chất bột.

Silica và phosphate trong mẫu phản ứng với ion molybdate trong môi trường axit tạo thành phức chất axit silicomolybdic vàng và axit phosphomolybdic. Thêm acid citric sẽ phá hủy phức phosphate. Sau đó, bổ sung thuốc thử Amino Acid F để khử axit silicomolybdic vàng thành màu xanh đậm, cường độ màu tỷ lệ thuận với nồng độ silica. Bước sóng đo là 815 nm đối với máy quang phổ (DR 1900: 800 nm).

## Vật tư tiêu hao và linh kiện thay thế

### Thuốc thử cần thiết

| Mô tả | Số lượng/lần thử | Đơn vị | Mã sản phẩm |
|---|---|---|---|
| Bộ hóa chất ULR Silica (dùng dung dịch Amino Acid F, 100 lần kiểm tra) bao gồm: | | | 2553500 |
| Dung dịch thuốc thử Molybdate 3 | 2 mL | 100 mL | 199532 |
| Dung dịch thuốc thử axit citric | 2 mL | 100 mL | 2254232 |
| Thuốc thử Amino Acid F | 1 mL | 100 mL | 2386442 |
| Bộ thuốc thử silica ULR (dùng ampoule Amino Acid F, 40 lần thử) bao gồm: | | | 2581400 |
| Dung dịch thuốc thử Molybdate 3 | 2 mL | 100 mL | 199532 |
| Dung dịch thuốc thử axit citric | 2 mL | 100 mL | 2254232 |
| Thuốc thử Amino Acid F, ampoule 1,2 mL | 1 | 20 cái/hộp | 2386420 |

### Thiết bị cần thiết

| Mô tả | Số lượng/lần thử | Đơn vị | Mã sản phẩm |
|---|---|---|---|
| Ống đong chia vạch, 50 mL, chất liệu polypropylene | 1 | cái | 108141 |
| Bình tam giác Polymethylpentene, nắp vặn, 250 mL | 1 | cái | 2089846 |
| Pipet TenSette®, 0.1–1.0 mL | 1 | cái | 1970001 |
| Đầu pipet cho NB: TenSette® Pipet, 0.1–1.0 mL | 2 | 50 cái/gói | 2185696 |

### Tiêu chuẩn khuyến nghị

| Mô tả | Đơn vị | Mã sản phẩm |
|---|---|---|
| Dung dịch chuẩn Silic, 1 mg/L $SiO_2$ | 500 mL | 110649 |
| Dung dịch chuẩn Silic, 500 µg/L dưới dạng $SiO_2$ | 3,78 L | 2100817 |

### Hóa chất và thiết bị tùy chọn

| Mô tả | Đơn vị | Mã sản phẩm |
|---|---|---|
| Nước khử ion | 4 L | 27256 |
| Amoni hydroxit, 58% | 500 mL | 10649 |
| Dung dịch thuốc thử axit citric | 500 mL | 2254249 |
| Dung dịch thuốc thử Molybdate 3 | 500 mL | 199549 |
| Dung dịch thuốc thử Molybdate 3 | 1 L | 199553 |
| Dụng cụ bẻ ống PourRite® 2 mL | cái | 2484600 |
| Chai lấy mẫu có nắp, nhựa polyethylene mật độ thấp, 500 mL | 12 cái/gói | 2087079 |
| Nhiệt kế không thủy ngân, –10 đến +225 °C | cái | 2635700 |

**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, 2018. All rights reserved. 10/2018, Edition 9