Axit bay hơi

DOC316.32.01259

Phương pháp este hóa[1]

Phương pháp 10240
TNTplus™ 872

50 đến 2500 mg/L CH_3COOH (Axit axetic)

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho bùn tiêu hóa, bùn hoạt tính, nước xử lý và sản phẩm thực phẩm.

1 Chuyển thể từ The Analyst, 87, 949 (1962).

Chuẩn bị kiểm tra

Thông tin thiết bị cụ thể

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình kiểm tra này. Bảng cũng nêu yêu cầu về bộ chuyển đổi và tấm chắn sáng cho các thiết bị phù hợp sử dụng ống TNTplus.

Để sử dụng bảng, hãy chọn thiết bị rồi xem các thông tin liên quan cho phương pháp này.

Bảng 1 Thông tin thiết bị cụ thể cho ống TNTplus

Thiết bị	Bộ chuyển đổi	Tấm chắn sáng
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800	—	LZV646
DR 1900	9609900 hoặc 9609800 (A)	—

Trước khi bắt đầu

DR 3900, DR 3800, DR 2800: Lắp tấm chắn sáng vào Ngăn tế bào số 2 trước khi tiến hành kiểm tra này.

Kiểm tra thông tin an toàn và hạn sử dụng trên bao bì.

Độ pH khuyến nghị cho mẫu nằm trong khoảng 3–9.

Nhiệt độ lý tưởng cho mẫu và thuốc thử là 15–25 °C (59–77 °F).

Nhiệt độ bảo quản thuốc thử được khuyến nghị là 15–25 °C (59–77 °F). Lọc các mẫu bị đục qua màng lọc 0,45 µm.

Ly tâm mẫu bùn đã xử lý ở tốc độ 6000 vòng/phút trong 10 phút. Thời gian lấy nước bùn sau ly tâm nên ngắn nhất có thể (< 15 phút) để tránh phân hủy các axit bay hơi.

Đảm bảo thời gian chuẩn bị và phân tích mẫu đồng nhất giữa các mẫu để có kết quả nhất quán.

Sử dụng lò phản ứng DRB với các giếng 13 mm để phân hủy mẫu. Nếu lò phản ứng có giếng 16 mm, hãy lắp ống chuyển đổi vào các giếng này.

Với DR 1900: Vào All Programs>LCK hoặc TNTplus Methods>Options để chọn số TNTplus phù hợp cho phép thử này. Các thiết bị khác sẽ tự động nhận dạng phương pháp từ mã vạch trên ống nghiệm.

Xem lại bảng dữ liệu an toàn hóa chất (MSDS/SDS) đối với các hóa chất sử dụng. Hãy trang bị đầy đủ thiết bị bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.

Xử lý dung dịch sau phản ứng theo quy định của địa phương, bang và liên bang. Tham khảo bảng dữ liệu an toàn hóa chất để biết thông tin tiêu hủy thuốc thử chưa sử dụng. Liên hệ với bộ phận môi trường, y tế và an toàn tại cơ sở của bạn hoặc các cơ quan quản lý địa phương để được hướng dẫn thêm về việc tiêu hủy.

Danh mục vật dụng cần chuẩn bị

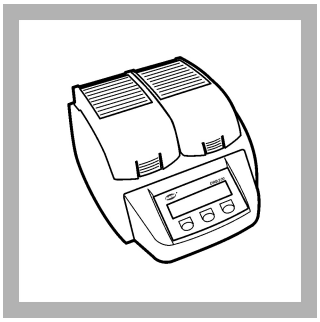
Mô tả	Số lượng
Bộ thuốc thử Volatile Acids TNTplus	1
Khối phản ứng DRB200 với giếng 13 mm	1
Dụng cụ hút mẫu (pipet) điều chỉnh thể tích, 1.0–5.0 mL	1
Dụng cụ hút mẫu (pipet) điều chỉnh thể tích, 0.2–1.0 mL	1
Đầu hút pipet	1
Giá đỡ ống nghiệm	1

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

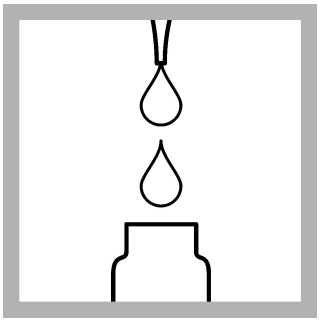
Thu thập mẫu

- Thu mẫu vào chai thủy tinh hoặc nhựa sạch có nắp vặn kín. Đổ đầy chai và vặn chặt nắp ngay sau đó.
- Tránh lắc mạnh hoặc để mẫu tiếp xúc với không khí.
- Phân tích mẫu càng sớm càng tốt để đạt kết quả tối ưu.
- Nếu không thể phân tích ngay, bảo quản mẫu ở nhiệt độ không quá 6 °C (43 °F) và tối đa trong 24 giờ.
- Đưa mẫu về nhiệt độ phòng trước khi tiến hành phân tích.

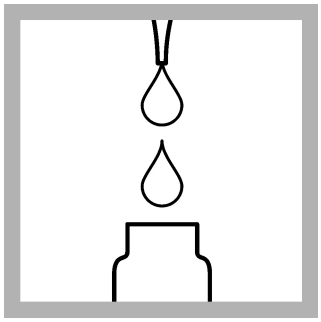
Quy trình kiểm tra



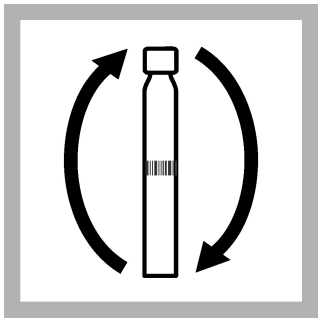
1. Bật nguồn thiết bị phản ứng DRB200. Cài đặt nhiệt độ ở mức 100 °C.



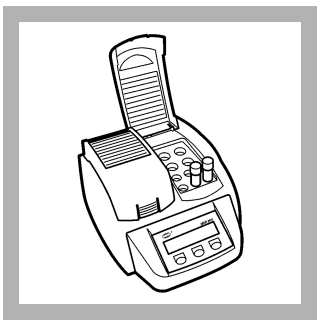
2. Dùng pipet lấy 0,4 mL Dung dịch A cho vào ống nghiệm kiểm tra.



3. Dùng pipet lấy 0,4 mL mẫu cho vào ống nghiệm kiểm tra.



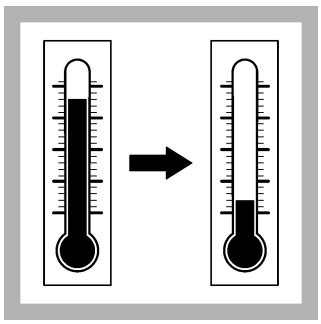
4. Đậy kín nắp lọ và lắc nhẹ lọ ngược lại từ 2 đến 3 lần.



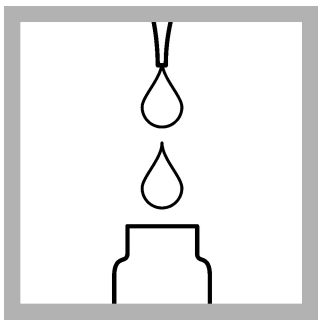
5. Đặt lọ vào thiết bị DRB200 đã được làm nóng trước. Đóng nắp máy lại.



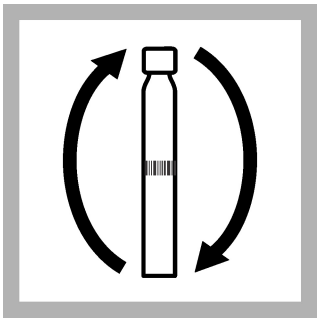
6. Bắt đầu phản ứng trong vòng 10 phút.



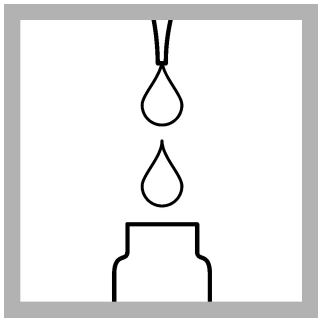
7. Khi hết thời gian, cẩn thận lấy lọ ra khỏi thiết bị. Đặt lọ lên giá ống nghiệm và để nhiệt độ của lọ giảm xuống nhiệt độ phòng.



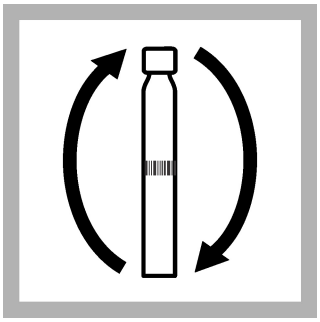
8. Dùng pipet để thêm 0,4 mL Dung dịch B vào lọ thử nghiệm.



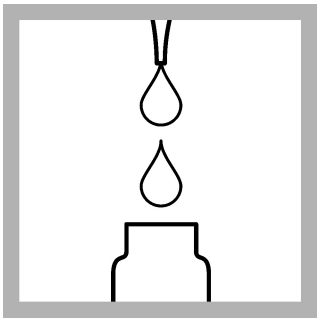
9. Vặn chặt nắp lọ và lắc ngược lọ 2–3 lần.



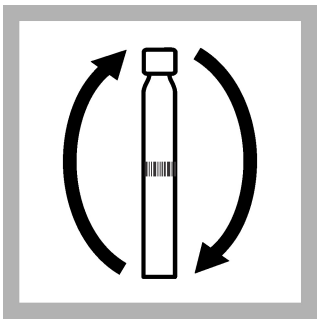
10. Dùng pipet thêm 0,4 mL Dung dịch C vào lọ thử.



11. Vặn chặt nắp lọ và lắc ngược lọ 2–3 lần.



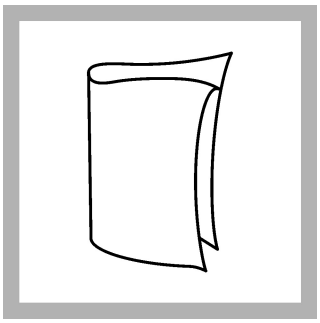
12. Dùng pipet thêm 2,0 mL Dung dịch D vào lọ thử.



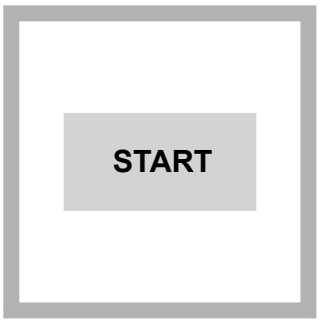
13. Vặn chặt nắp lọ và lắc ngược lọ 2–3 lần.



14. Bắt đầu đếm thời gian phản ứng trong 3 phút.



15. Khi đồng hồ báo hết thời gian, hãy làm sạch ống nghiệm.



16. Chỉ dùng cho DR 1900: Chọn chương trình 872. Tham khảo Trước khi bắt đầu ở trang 1.



17. Đặt ống nghiệm vào giá đựng. Chỉ dùng cho DR 1900: Nhấn **READ**. Kết quả hiển thị dưới dạng mg/L CH3COOH (Axit axetic).

Can nhiễu

Bảng 2 cho thấy các ion đã được kiểm tra riêng lẻ ở các nồng độ nêu trên và không gây can nhiễu. Không phát hiện ảnh hưởng tổng hợp hoặc tác động của các ion khác.

Bảng 2 Các chất gây can nhiễu

Chất gây can nhiễu	Mức độ can nhiễu
Acetaldehyde, CH_3CHO	50 mg/L
Aceton, $CO(CH_3)_2$	50 mg/L
Nhôm, Al^{3+}	50 mg/L
Amoni, NH_4^+	250 mg/L
Cadimi, Cd^{2+}	50 mg/L

Bảng 2 Các chất gây nhiễu (tiếp theo)

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Canxi, Ca^{2+}	1000 mg/L
Carbonat, CO_3^{2-}	50 mg/L
Clorua, Cl^-	2000 mg/L
Crom, Cr^{3+}	50 mg/L
Crom, Cr^{6+}	5 mg/L
Coban, Co^{2+}	50 mg/L
Đồng, Cu^{2+}	50 mg/L
Fomanđêhít (CH_2O)	50 mg/L
Iodua, I^-	50 mg/L
Sắt, Fe^{2+}, Fe^{3+}	5 mg/L
Chì, Pb^{2+}	50 mg/L
Magie, Mg^{2+}	1000 mg/L
Mangan, Mn^{2+}	50 mg/L
Molypden, Mo^{2+}	50 mg/L
Niken, Ni^{2+}	10 mg/L
Nitrit, NO_2^-	50 mg/L
Kali, K^+	1000 mg/L
Silic dioxit, SiO_2	50 mg/L
Natri, Na^+	1000 mg/L
Sulfat, SO_4^{2-}	2000 mg/L
Sulfua, S^{2-}	50 mg/L
Sulfit, SO_3^{2-}	50 mg/L
Thiếc, Sn^{2+}	50 mg/L
Kẽm, Zn^{2+}	25 mg/L

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp dung dịch chuẩn

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

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn Volatile Acids Voluette® trong ống ampoule, 62.500 mg/L dưới dạng axit axetic
- Bình định mức 500 mL, loại A
- Dụng cụ pipet thể tích điều chỉnh 1,0–5,0 mL và đầu tip pipet
- Dụng cụ bẻ ampoule, ống Voluette 10 mL
- Nước khử ion

1. Chuẩn bị dung dịch chuẩn axit bay hơi 500 mg/L như sau:
   a. Dùng pipet lấy 4,0 mL dung dịch chuẩn axit bay hơi 62.500 mg/L cho vào bình định mức.
   b. Bổ sung nước khử ion đến vạch và trộn đều. Pha dung dịch này mỗi ngày.
2. Tiến hành thử nghiệm để xác định nồng độ dung dịch chuẩn vừa pha. Phương pháp Volatile Acids, Esterification TNTplus (2500 mg/L)

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

Lưu ý: *Hiệu chuẩn xuất xưởng có thể được điều chỉnh nhẹ bằng tùy chọn điều chỉnh tiêu chuẩn để thiết bị hiển thị giá trị mong muốn của dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn đã điều chỉnh này sẽ được sử dụng cho tất cả các kết quả thử nghiệm. Việc điều chỉnh này giúp tăng độ chính xác khi có sự khác biệt nhỏ ở thuốc thử hoặc thiết bị.*

Tóm tắt phương pháp

Axit bay hơi phản ứng với diol trong môi trường axit tạo thành este axit béo. Những este này được khử bởi muối sắt (III) tạo thành phức màu đỏ. Bước sóng đo là 497 nm.

Vật tư tiêu hao và phụ kiện thay thế

Thuốc thử bắt buộc

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bộ thuốc thử axit bay hơi TNTplus	1	25/bộ	TNT872

Thiết bị bắt buộc

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Lò phản ứng DRB 200, tùy chọn 115 VAC, 9 x 13 mm + 2 x 20 mm, 1 khối	1	cái	DRB20001
Lò phản ứng DRB 200, tùy chọn 230 VAC, 9 x 13 mm + 2 x 20 mm, 1 khối	1	cái	DRB20005
Dụng cụ hút mẫu, thể tích điều chỉnh, 1.0–5.0 mL	1	cái	BBP065
Đầu pipet dùng cho pipet 1,0–5,0 mL	1	75 cái/hộp	BBP068
Pipet chỉnh được dung tích, 0,2–1,0 mL	1	cái	BBP078
Đầu pipet dùng cho pipet 0,2–1,0 mL	2	100 cái/hộp	BBP079
Giá ống nghiệm	1	cái	1864100
Tấm che ánh sáng, DR 3800, DR 2800, DR 2700	1	cái	LZV646
Tấm che ánh sáng, DR 3900	1	cái	LZV849

Tiêu chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch chuẩn axit bay hơi, ống ampule Voluette 10 mL®, 62.500 mg/L dạng HOAC	16 cái/hộp	1427010

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dụng cụ mở ampule, dùng cho ampule Voluette 10 mL®	cái	2196800
Màng lọc, kích thước 0,45 micron, đường kính 25 mm	100 cái/hộp	2514101
Giá đỡ màng lọc, đường kính 25 mm, dành cho ống tiêm kiểu Luer	cái	246800
Bình định mức, loại A, thủy tinh 500 mL	cái	1457449
Ống chuyển đổi cho máy phản ứng, đường kính 16 mm sang 13 mm, dùng cho ống TNTplus	5/cái	2895805
Chai lấy mẫu có nắp, nhựa polyethylene mật độ thấp, dung tích 500 mL	12/cái	2087079
Bơm tiêm, 10 cc, đầu Luer-Lock	cái	2202400
Giá ống nghiệm bằng polyethylene, dành cho ống có đường kính ngoài 13 mm, 90 lỗ	cái	2497900
Nước khử ion	4 L	27256

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, 2009–2015. All rights reserved.

03/2015, Edition 4