Sulfua

DOC316.32.01136

USEPA[1] Methylene Blue Method[2] **Phương pháp 8131**

5 đến 800 µg/L S^{2-} (máy quang phổ) **Dung dịch thuốc thử**

0,01 đến 0,70 mg/L S^{2-} (máy đo màu)

Phạm vi và ứng dụng: Dùng để kiểm tra tổng sulfua, H_2S, HS^- và một số sulfua kim loại trong nước ngầm, nước thải, nước muối và nước biển.

1 Được USEPA chấp thuận để báo cáo phân tích nước thải. Quy trình tương đương với Phương pháp chuẩn 4500-S^{2-}D

2 Được điều chỉnh từ các Phương pháp chuẩn kiểm nghiệm nước và nước thải.

Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin riêng về thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình kiểm tra này. Bảng cũng trình bày các yêu cầu về hướng đặt ống mẫu và bổ sung thuốc thử cho các bài kiểm tra như viên bột hoặc thuốc thử dạng khối.

Để sử dụng bảng, hãy chọn thiết bị phù hợp, sau đó đọc ngang để tìm thông tin áp dụng cho xét nghiệm này.

Bảng 1 Thông tin riêng cho từng thiết bị

Thiết bị	Hướng đặt ống mẫu	Ống mẫu
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Vạch đổ đầy nằm phía bên phải.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Vạch đổ mẫu hướng về phía người sử dụng.	
DR 900	Dấu định hướng hướng về phía người sử dụng.	2401906 

Trước khi bắt đầu

Mẫu cần được phân tích ngay sau khi lấy, không thể bảo quản để kiểm tra sau.
Lắp nắp thiết bị lên giá đỡ ống DR 900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ.
Có thể bị hao hụt sunfua nếu cần pha loãng mẫu.
Xem lại Bảng Dữ liệu An toàn Hóa chất (MSDS/SDS) của các hóa chất sử dụng. Luôn sử dụng đầy đủ trang 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 Hóa chất để biết thông tin xử lý hóa chất dư. Liên hệ nhân viên môi trường, y tế, an toàn tại cơ sở hoặc các cơ quan quản lý địa phương để được hướng dẫn thêm.

Các vật dụng cần chuẩn bị

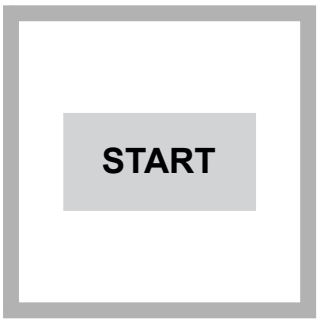
Mô tả	Số lượng
Thuốc thử Sulfide 1	1–2 mL
Thuốc thử Sulfide 2	1–2 mL
Nước khử ion	10–25 mL
Pipet huyết thanh, 10 mL	1
Bóng bóp an toàn cho ống hút	1
Ống chứa mẫu (Để biết thêm về ống chứa mẫu, bộ chuyển đổi hay tấm chắn sáng, xem Thông tin về thiết bị ở trang 1.)	2
Nút đậy	2

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

Lấy mẫu

- Phân tích mẫu ngay sau khi thu thập. Mẫu không thể bảo quản để kiểm tra sau.
- Lấy mẫu vào chai thủy tinh hoặc nhựa sạch có nắp vặn kín. Đổ đầy chai và đậy nắp ngay.
- Tránh làm xáo trộn mẫu và hạn chế tiếp xúc với không khí.

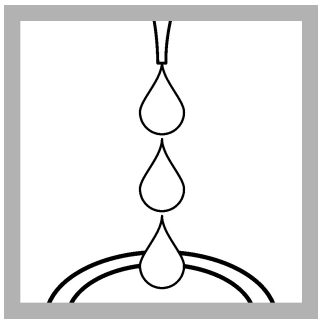
Quy trình chuẩn bị dung dịch thuốc thử



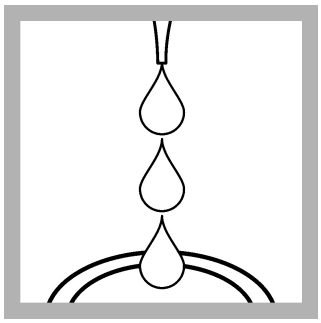
1. Khởi động chương trình **690 Sulfide**. Để biết thông ok về ống lấy mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy xem Thông tin thiết bị cụ thể trang 1.



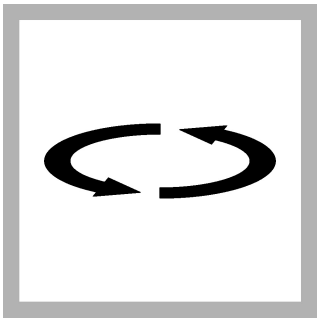
2. Chuẩn bị mẫu trắng: Đổ nước đã khử ion vào một ống mẫu. Sử dụng 10 mL cho máy quang phổ và 25 mL cho máy đo màu.



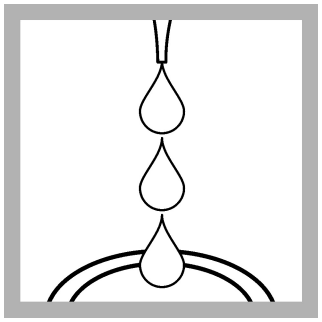
3. Chuẩn bị mẫu thử: Dùng pipet lấy mẫu cho vào ống mẫu thứ hai. Sử dụng 10 mL cho máy quang phổ và 25 mL cho máy đo màu. Hạn chế lắc trộn mẫu để tránh thất thoát sulfide.



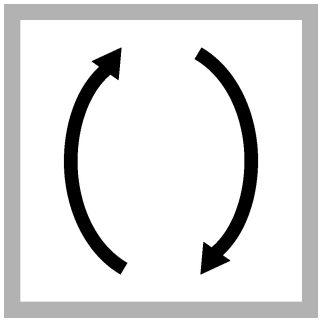
4. Thêm thuốc thử Sulfide 1 vào mỗi ống mẫu. Sử dụng 0,5 mL cho máy quang phổ và 1,0 mL cho máy đo màu.



5. Khuấy nhẹ để hòa tan.



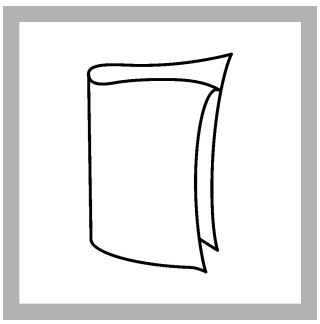
6. Thêm thuốc thử Sulfide 2 vào từng ống mẫu. Dùng 0,5 mL cho máy quang phổ và 1,0 mL cho máy đo màu.



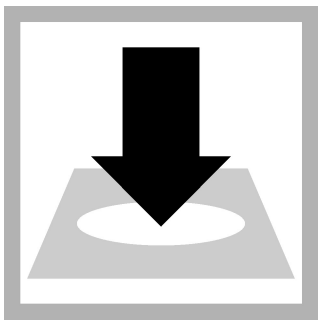
7. Đậy kín ống mẫu. Lật ngược ống để trộn đều. Ban đầu, dung dịch sẽ chuyển màu hồng. Nếu có sulfide, dung dịch sẽ chuyển sang màu xanh.



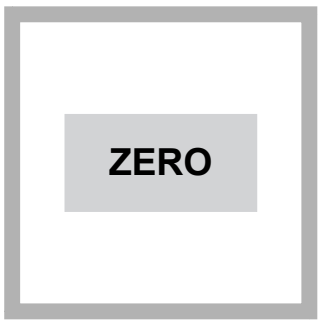
8. Bật bộ hẹn giờ của thiết bị. Quá trình phản ứng sẽ diễn ra trong năm phút.



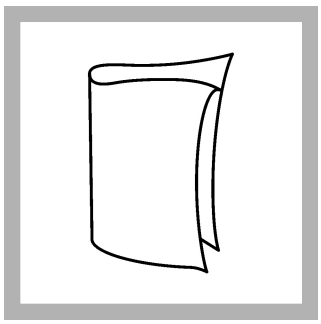
9. Khi hết thời gian, hãy vệ sinh ống mẫu trắng.



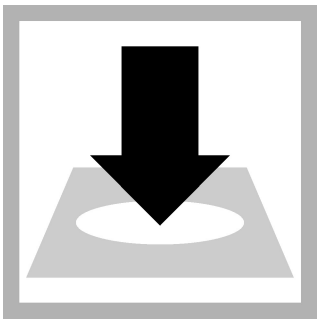
10. Đặt ống mẫu trắng vào giá đỡ mẫu.



11. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị 0 µg/L hoặc 0.00 mg/L S^{2-}.



12. Vệ sinh ống mẫu đã chuẩn bị.



13. Đặt mẫu đã chuẩn bị vào giá giữ tế bào.



14. Nhấn **READ**. Kết quả hiển thị bằng µg/L hoặc mg/L S^{2-}.

Sulfide hòa tan

Để đo lượng sulfide hòa tan, hãy sử dụng máy ly tâm để tách phần rắn. Để ước tính lượng sulfide không hòa tan trong mẫu, hãy lấy tổng nồng độ sulfide (bao gồm cả phần rắn) trừ đi nồng độ sulfide hòa tan.

1. Đổ đầy mẫu vào ống ly tâm và đậy nắp ngay lập tức.
2. Đặt ống vào máy ly tâm và vận hành để tách phần rắn.
3. Dùng phần lỏng phía trên làm mẫu cho các bước kiểm tra tiếp theo.

Nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ nhiễu
Bari	Khi hàm lượng bari vượt quá 20 mg/L sẽ phản ứng với axit sulfuric trong Thuốc thử Sulfide 1 để tạo kết tủa $BaSO_4$ (barit). Để khắc phục nhiễu này: **1.** Pha loãng mẫu theo quy trình kiểm tra như sau: • Đối với máy quang phổ: lấy 0,1 mL hoặc 1,0 mL mẫu, thêm nước cất đến vạch 10 mL. • Đối với máy đo màu: lấy 0,25 mL hoặc 2,5 mL mẫu, thêm nước cất đến vạch 25 mL. **2.** Thêm cả hai thuốc thử Sulfide 1 và Sulfide 2 theo các bước hướng dẫn. **3.** Sau 5 phút phản ứng, rót mẫu vào cốc 50 mL. **4.** Hút mẫu vào xi lanh Luer-Lock (10 cc cho máy quang phổ hoặc 60 cc cho máy đo màu). **5.** Gắn đĩa lọc 0,45 µm vào đầu xi lanh Luer-Lock, lọc mẫu vào ống nghiệm sạch để đo. Sử dụng nước cất để chuẩn bị mẫu trắng. **6.** Đặt điểm không cho thiết bị và đọc kết quả theo hướng dẫn. **7.** Nhân kết quả với hệ số pha loãng phù hợp đã sử dụng (10 hoặc 100).
Các chất khử mạnh như sunfit, thiosunfat và hydrosunfit	Cản trở sự phát triển màu hoàn toàn hoặc làm giảm độ xanh của màu
Sulfide, nồng độ cao	Nồng độ sunfua cao có thể làm cản trở sự phát triển đầy đủ của màu. Hãy sử dụng mẫu đã pha loãng trong quy trình kiểm tra. Một phần sulfua có thể bị mất khi pha loãng mẫu.
Độ đục	Xử lý mẫu trước để loại bỏ sulfua, sau đó dùng mẫu đã xử lý này làm mẫu trắng trong quy trình kiểm tra. Chuẩn bị mẫu trắng không chứa sulfua như sau: **1.** Đong 25 mL mẫu vào bình tam giác 50 mL. **2.** Nhỏ từng giọt dung dịch Bromine Water 30 g/L vào mẫu, khuấy liên tục cho đến khi dung dịch chuyển sang màu vàng. **3.** Nhỏ từng giọt dung dịch Phenol 30 g/L và tiếp tục khuấy cho đến khi màu vàng biến mất. **4.** Dùng dung dịch này thay thế nước khử ion làm mẫu trắng trong quy trình kiểm tra.

Hiệu suất phương pháp

Các dữ liệu hiệu suất phương pháp dưới đây 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 thay đổi tùy theo điều kiện kiểm tra khác nhau.

Chương trình	Tiêu chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Thay đổi nồng độ trên mỗi 0.010 đơn vị hấp thụ
690	520 µg/L S^{2-}	504–536 µg/L S^{2-}	5 µg/L S^{2-}

Tóm tắt phương pháp

Hydro sulfide và các sulfide kim loại tan trong axit sẽ phản ứng với N,N-dimethyl-p-phenylenediamine sulfate tạo ra xanh methylene. Độ đậm của màu xanh tỷ lệ thuận với nồng độ sulfide. Nồng độ sulfide cao trong nước khai thác dầu có thể xác định sau khi pha loãng hợp lý. Độ dài sóng đo là 665 nm cho máy quang phổ hoặc 610 nm cho máy đo màu.

Phòng ngừa ô nhiễm và quản lý chất thải

Mẫu đã phản ứng chứa crom hóa trị sáu và phải được xử lý như chất thải nguy hại. Hãy xử lý dung dịch đã phản ứng theo đúng quy định của địa phương, quốc gia và liên bang.

Vật tư tiêu hao và phụ kiện thay thế

Hóa chất bắt buộc

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Nước khử ion	tùy theo nhu cầu	4 L	27256
Bộ thuốc thử Sulfide	—	—	2244500
Gồm có:			
Thuốc thử Sulfide 1	1–2 mL	100 mL MDB	181632
Thuốc thử Sulfide số 2	1–2 mL	100 mL MDB	181732

Thiết bị cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Ống hút định lượng, loại huyết thanh, 10 mL	1	cái	53238
Bóng hút an toàn cho pipet	1	cái	1465100
Nút đậy cho ống 18 mm và AccuVac Ampuls	2	6 cái/gói	173106

Thuốc thử và dụng cụ tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Nước Brom, 30 g/L	29 mL	221120
Dung dịch Phenol, 30 g/L	29 mL	211220
Nút đậy cho ống nghiệm 18 mm	25 cái/hộp	173125
Bình tam giác Erlenmeyer, 50 mL	cái	50541

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, 1989–2015, 2018. All rights reserved.

09/2018, Edition 11