Mangan, thang thấp

DOC316.32.01057

Phương pháp PAN (1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol)[1] — Phương pháp 8149

0.006 đến 0.700 mg/L Mn (LR) — Gói thuốc thử bột

Phạm vi & ứng dụng: Dùng cho nước và nước thải; cần tiêu hủy mẫu (digestion) nếu xác định mangan tổng.

[1] Tham khảo: Goto, K., et al., *Talanta*, 24, 652–3 (1977).

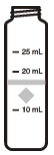
Chuẩn bị phép thử

Thông tin theo từng máy đo

Bảng 1 liệt kê các máy có chương trình đo cho phép thử này, đồng thời nêu yêu cầu về cuvet/ống đo mẫu và hướng đặt cuvet cho phép thử kiểu thêm thuốc thử (ví dụ dùng gói bột hoặc thuốc thử rời).

Cách dùng bảng: chọn loại máy → đọc ngang để lấy thông tin áp dụng cho phép thử này.

Bảng 1. Thông tin theo từng thiết bị

Thiết bị	Hướng đặt cuvet/ống đo mẫu	Cuvet/ống đo mẫu
DR6000 DR3800 DR2800 DR2700 DR1900	Vạch mức nằm bên phải.	2495402 
DR5000 DR3900	Vạch mức hướng về phía người thao tác.	
DR900	Dấu định hướng hướng về phía người thao tác.	2401906 

Trước khi bắt đầu

Lắp nắp che máy (instrument cap) lên giá giữ cuvet của DR900 trước khi bấm ZERO hoặc READ.
Để đảm bảo đo được mọi dạng mangan, hãy tiêu hủy mẫu bằng nhiệt và axit (chọn tiêu hủy nhẹ hoặc mạnh). Xem Water Analysis Guide để biết thêm.
Rửa toàn bộ dụng cụ thủy tinh bằng dung dịch axit nitric 1:1 (50%), sau đó rửa lại bằng nước khử ion.
Xem Phiếu dữ liệu an toàn (SDS/MSDS) của hóa chất sử dụng và dùng phương tiện bảo hộ cá nhân (PPE) theo khuyến nghị.
Dung dịch xyanua kiềm có chứa xianua → bắt buộc đọc SDS và tuân thủ an toàn.
Thải bỏ dung dịch sau phản ứng theo quy định địa phương/tiểu bang/liên bang. Tham khảo SDS để biết cách xử lý thuốc thử chưa dùng; liên hệ bộ phận An toàn – Sức khỏe – Môi trường (EHS) tại đơn vị hoặc cơ quan quản lý địa phương.

Vật tư cần chuẩn bị

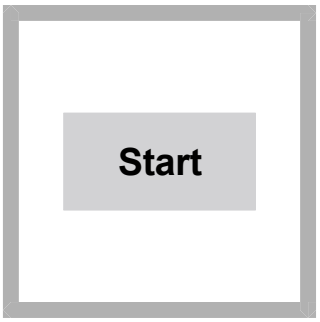
Mô tả	Số lượng
Thuốc thử xyanua kiềm	12 giọt
Nước khử ion	10 mL
Gói bột axit ascorbic	2
Dung dịch chỉ thị PAN 0,1%	12 giọt
Nút chặn cho ống 18 mm và ống ampul AccuVac	2
Cuvet/ống đo mẫu (Sample cells) *(xem "Thông tin theo từng thiết bị" ở trang 1 để chọn đúng loại)*	

Tham khảo mục Vật tư tiêu hao và vật tư thay thế ở trang 5 để biết thông tin đặt hàng

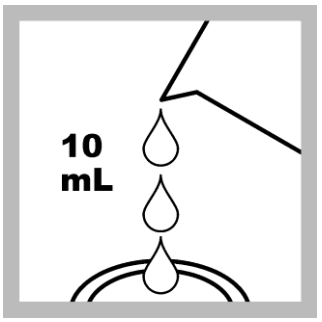
Thu thập & bảo quản mẫu

- Lấy mẫu vào chai thủy tinh hoặc nhựa sạch, đã rửa bằng HCl 6 N (1:1) và tráng lại bằng nước khử ion.
- Nếu cần bảo quản để phân tích sau: chỉnh pH < 2 bằng axit nitric đậm đặc (xấp xỉ 2 mL/L). Nếu đo ngay thì không cần thêm axit.
- Mẫu đã bảo quản có thể để nhiệt độ phòng tối đa 6 tháng. Trước khi đo: chỉnh pH 4–5 bằng NaOH 5 N.
- Hiệu chỉnh kết quả nếu có pha loãng do các thể tích thêm vào trong quá trình thao tác.

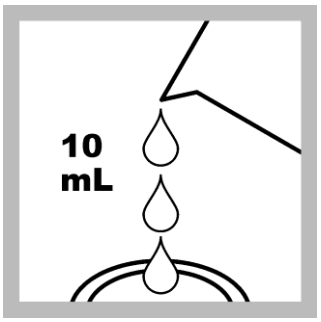
Quy trình đo – Dùng gói thuốc thử



1. Khởi chạy chương trình 290 Mangan (Mn), LR PAN.
Thông tin về cuvet/ống đo mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng: xem mục Thông tin theo từng thiết bị ở trang 1.



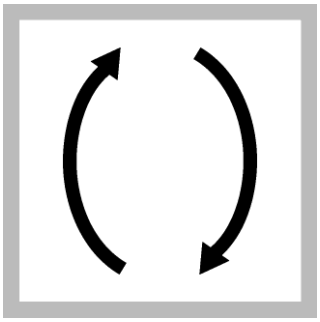
2. Chuẩn bị mẫu trắng: Đổ đầy cuvet/ống đo mẫu bằng 10 mL nước khử ion.
Lưu ý: Nếu xác định mangan tổng thì cần tiêu hủy mẫu.



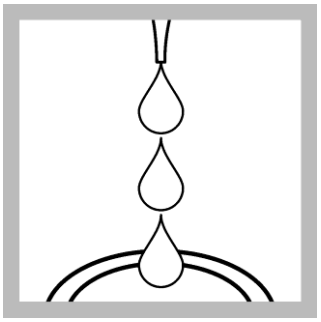
3. Chuẩn bị mẫu: Đổ đầy cuvet/ống đo mẫu thứ hai bằng 10 mL mẫu.



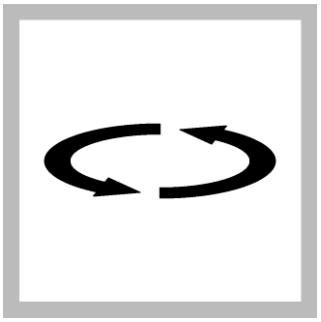
4. Thêm 1 gói bột axit ascorbic vào mỗi cuvet/ống đo mẫu.



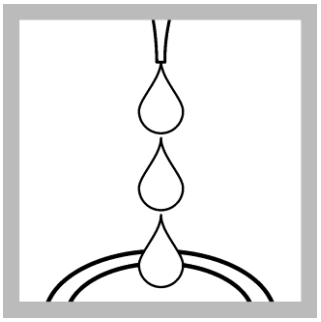
5. Đậy nút chặn cho cả hai cuvet/ống đo mẫu. Lật đảo để hòa tan bột.Lật



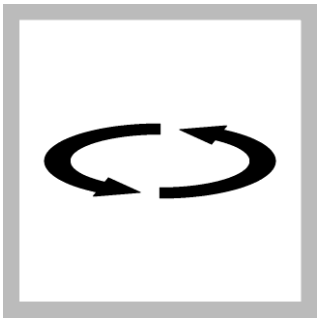
6. Thêm 12 giọt dung dịch thuốc thử xyanua kiềm vào mỗi cuvet/ống đo mẫu.



7. Lắc xoay để trộn. Dung dịch có thể bắt đầu bị đục. Hiện tượng này sẽ biến mất ở bước tiếp theo.



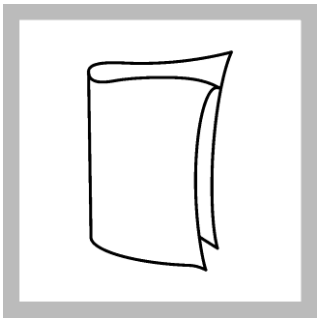
8. Thêm 12 giọt dung dịch chỉ thị PAN 0,1% vào mỗi cuvet/ống đo mẫu.



9. Lắc xoay để trộn. Nếu có mangan, mẫu sẽ xuất hiện màu cam..



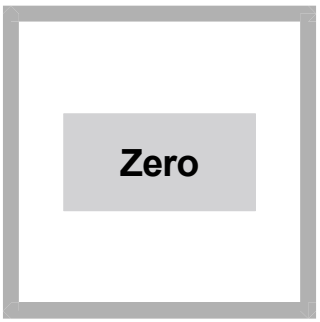
10. Bấm hẹn giờ của máy. Bắt đầu thời gian phản ứng 2 phút.



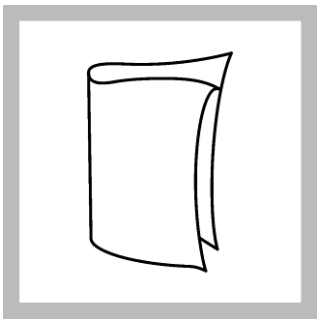
11. Khi hết giờ, lau sạch cuvet/ống đo mẫu trắng.



12. Đặt mẫu trắng vào giá giữ cuvet.



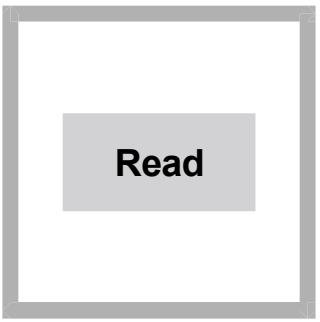
13. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị 0,000 mg/L Mn.



14. Lau sạch cuvet/ống đo mẫu đã chuẩn bị.



15. Đặt mẫu đã chuẩn bị vào giá giữ cuvet.



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

Nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức nhiễu tối đa
Nhôm	20 mg/L
Cadimi	10 mg/L
Canxi	1000 mg/L tính theo $CaCO_3$
Coban	20 mg/L
Đồng	50 mg/L
Độ cứng	Nếu > 300 mg/L (tính theo $CaCO_3$) → nhỏ 4 giọt dung dịch muối Rochelle vào mẫu và mẫu trắng sau khi thêm gói Axit ascorbic.
Sắt	25 mg/L (Nếu mẫu có > 5 mg/L Fe → tăng thời gian phản ứng lên 10 phút.)

Chất gây nhiễu	Mức nhiễu tối đa
Chì	0.5 mg/L
Magiê	300 mg/L tính theo $CaCO_3$
Niken	40 mg/L
Kẽm	15 mg/L

Kiểm tra độ đúng

Phương pháp thêm chuẩn

Dùng để kiểm chứng quy trình, thuốc thử, máy đo và phát hiện nhiễu trong mẫu (trên các máy hỗ trợ).

Dụng cụ/hóa chất cần có:

- Dung dịch chuẩn mangan 10 mg/L Mn (ống ampul PourRite)
- Dụng cụ bẻ ống ampul (ampule breaker)
- Pipet TenSette 0,1–1,0 mL và đầu tip

1. Đo nồng độ mẫu theo quy trình, sau đó giữ mẫu chưa thêm chuẩn trong máy.
2. Vào mục Standard Additions trong menu máy.
3. Chọn các giá trị: nồng độ chuẩn, thể tích mẫu, thể tích thêm chuẩn (spike).
4. Mở dung dịch chuẩn.
5. Chuẩn bị 3 mẫu thêm chuẩn: dùng pipet TenSette thêm lần lượt 0,1 mL; 0,2 mL; 0,3 mL dung dịch chuẩn vào ba phần mẫu tươi 10 mL. Trộn đều.
6. Đo từng mẫu thêm chuẩn; bắt đầu từ mức thêm nhỏ nhất.
7. Chọn Graph (Đồ thị) để so sánh kết quả kỳ vọng và kết quả thực đo.

   Ghi chú: *Nếu kết quả thực khác nhiều so với kỳ vọng, kiểm tra lại thao tác đo thể tích mẫu và thể tích thêm chuẩn. Nếu vẫn vượt giới hạn chấp nhận, mẫu có thể bị nhiễu.*

Phương pháp dung dịch chuẩn

Dùng phương pháp dung dịch chuẩn để xác nhận/kiểm chứng quy trình thử, thuốc thử và thiết bị.

Vật tư cần chuẩn bị

- Dung dịch chuẩn mangan, 25 mg/L Mn
- Bình định mức 100 mL, cấp A (Class A)
- Pipet định mức 2,0 mL, cấp A (Class A) và dụng cụ hút pipet
- Nước khử ion

1. Pha dung dịch chuẩn mangan 0,5 mg/L như sau:
   a. Dùng pipet lấy 2,0 mL dung dịch chuẩn mangan 25 mg/L cho vào bình định mức 100 mL.
   b. Thêm nước khử ion đến vạch, lắc đều. Pha mới dung dịch này hằng ngày.
2. Dùng quy trình thử để đo nồng độ của dung dịch chuẩn đã pha.
3. So sánh kết quả kỳ vọng với kết quả đo thực tế. Kết quả phải xấp xỉ 0,5 mg/L Mn..

   Ghi chú: *Hiệu chuẩn nhà máy có thể được chỉnh nhẹ bằng tùy chọn standard adjust để thiết bị hiển thị đúng giá trị kỳ vọng của dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn đã chỉnh sẽ được dùng cho tất cả kết quả thử. Việc chỉnh này có thể tăng độ đúng khi có sai khác nhỏ giữa thuốc thử hoặc giữa các thiết bị.*

Hiệu năng phương pháp

Dữ liệu hiệu năng phương pháp dưới đây được xây dựng từ các phép thử phòng thí nghiệm đo trên máy quang phổ trong điều kiện thử lý tưởng. Người dùng có thể thu được kết quả khác nhau trong các điều kiện thử khác.

Chương trình	Chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy – thay đổi nồng độ ứng với 0,010 Abs
290	0.500 mg/L Mn	0.491–0.509 mg/L Mn	0.006 mg/L Mn

Tóm tắt nguyên lý

Phương pháp PAN là quy trình nhạy và nhanh để đo nồng độ mangan thấp. Thuốc thử axit ascorbic khử mọi dạng mangan bị oxy hóa về Mn^{2+}. Thuốc thử xianua kiềm có tác dụng che (mask) các nhiễu tiềm năng. Chỉ thị PAN sau đó tạo phức màu cam với Mn^{2+}. Bước sóng đo là 560 nm.

Vật tư tiêu hao và vật tư thay thế

Thuốc thử bắt buộc

Mô tả	Số lượng/Phép thử	Đơn vị	Mã hàng
Bộ thuốc thử mangan 10 mL	—	50 phép thử	2651700
Thuốc thử xyanua kiềm	12 giọt	50 mL SCDB	2122326
Gói bột axit ascorbic	2	100 túi/thùng	1457799
Dung dịch chỉ thị PAN 0,1%	12 giọt	50 mL SCDB	2122426
Nước khử ion	thay đổi	4 L	27256

Chuẩn và dụng cụ khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã hàng
Dung dịch chuẩn mangan 10 mg/L Mn, ống ampul PourRite 2 mL	20 ống/hộp	2605820
Dung dịch chuẩn mangan 25 mg/L Mn, ống ampul PourRite 2 mL	20 ống/hộp	2112820
Dụng cụ bẻ ống ampul PourRite, 2 mL	cái	2484600
Chuẩn kim loại cho nước uống, HR cho Cu, Fe, Mn	500 mL	2833649

Thuốc thử và dụng cụ tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã hàng
Mixing cylinder, graduated, 25 mL	cái	2088640
Flask, volumetric, Class A, 100 mL, glass, Certified	cái	2636642
Nitric Acid, concentrated	500 mL	15249
Paper, pH, 0–14 pH range	100 cái/hộp	2601300
Pipet filler, safety bulb	cái	1465100
Pipet, TenSette®, 0.1–1.0 mL	cái	1970001
Pipet, TenSette®, 1.0–10.0 mL	cái	1970010
Pipet tips for TenSette® Pipet, 0.1–1.0 mL	50 cái/hộp	2185696
Pipet tips for TenSette® Pipet, 0.1–1.0 mL	1000 cái/hộp	2185628
Pipet tips for TenSette® Pipet, 1.0–10.0 mL	50 cái/hộp	2199796
Pipet tips for TenSette® Pipet, 1.0–10.0 mL	250 cái/hộp	2199725
Pipet, volumetric, Class A, 2 mL	cái	1451536

Thuốc thử và dụng cụ tùy chọn (tiếp)

Mô tả	Đơn vị	Mã hàng
Dung dịch muối Rochelle	29 mL	172533
Dung dịch chuẩn NaOH 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, 1989–2014, 2017, 2024. All rights reserved.

02/2024, Edition 11