Crôm tổng và dạng hóa trị sáu

DOC316.32.01035

1,5-Diphenylcarbohydrazide Method **Phương pháp 10218 (hóa trị sáu) và 10219 (tổng)**

0,03 đến 1,00 mg/L Cr **TNTplus™ 854**

Phạm vi và ứng dụng: Dùng trong phân tích nước thải và quy trình.

Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin thiết bị cụ thể

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình kiểm tra này. Bảng cũng cho biết yêu cầu về bộ chuyển đổi và tấm chắn sáng đối với các thiết bị dùng ống nghiệm TNTplus.

Để sử dụng bảng, hãy chọn thiết bị rồi đọc thông tin tương ứng cho bài kiểm tra này.

Bảng 1 Thông tin thiết bị dành cho ống nghiệm TNTplus

Thiết bị	Bộ chuyển đổi	Tấm chắn ánh 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: Hãy lắp tấm chắn ánh sáng vào khoang mẫu số 2 trước khi tiến hành kiểm tra này.
Vui lòng kiểm tra thông tin an toàn và hạn sử dụng trên bao bì sản phẩm.
Độ pH mẫu khuyến nghị nằm trong khoảng 3–9.
Nhiệt độ mẫu cần đảm bảo trong khoảng 15–35 °C (59–95 °F) để kết quả chính xác.
Nhiệt độ bảo quản hóa chất được khuyến nghị là từ 2–8 °C (35–46 °F).
Sử dụng lò phản ứng DRB với các giếng 13 mm để tiến hành quá trình phân hủy. Nếu lò phản ứng có giếng 16 mm, hãy lắp thêm ống chuyển đổi vào các giếng.
Nồng độ crom ba được xác định bằng cách lấy chênh lệch giữa tổng crom và crom VI (crom hóa trị sáu).
DR 1900: Vào mục Tất cả chương trình > LCK hoặc Phương pháp TNTplus > Tùy chọn để chọn số TNTplus cho bài kiểm tra. Các thiết bị khác sẽ tự động nhận phương pháp từ mã vạch trên lọ thuốc thử.
Xem lại Phiếu An toàn hóa chất (MSDS/SDS) của các hóa chất sử dụng. Sử dụng trang bị bảo hộ cá nhân theo khuyến cáo.
Xử lý các dung dịch đã phản ứng theo quy định của địa phương, tiểu bang và liên bang. Tham khảo Phiếu An toàn hóa chất để biết cách xử lý hóa chất chưa sử dụng. Liên hệ với nhân viên môi trường, sức khỏe và an toàn của cơ sở hoặc các cơ quan quản lý địa phương để biết thêm thông tin về việc xử lý.

Những vật dụng cần chuẩn bị

Mô tả	Số lượng
Bộ thuốc thử TNTplus cho Crom hóa trị sáu và tổng	1
Lò phản ứng DRB200 với giếng 13 mm	1
Bơm pipet điều chỉnh được, dung tích 1.0–5.0 mL	1

Các vật dụng cần chuẩn bị (tiếp theo)

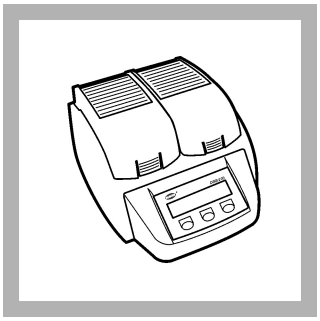
Mô tả	Số lượng
Đầu pipet cho pipet dung tích 1,0–5,0 mL	1 cái
Giá đỡ ống nghiệm	1 cái

Tham khảo Vật tư tiêu hao và linh kiện thay thế trang 5 để biết thông tin đặt hàng.

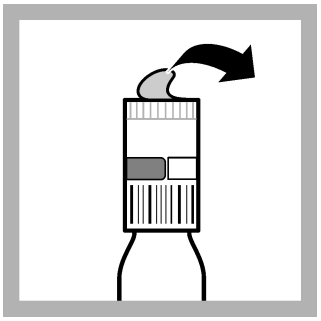
Lấy mẫu và bảo quản mẫu

- Thu mẫu vào chai thủy tinh hoặc nhựa sạch.
- Để bảo quản mẫu cho phân tích crôm tổng, điều chỉnh pH mẫu xuống dưới 2 bằng axit nitric đậm đặc (khoảng 2 mL cho mỗi lít). Giữ mẫu đã bảo quản ở nhiệt độ không quá 6 °C (43 °F) trong tối đa 6 tháng. Trước khi phân tích, điều chỉnh pH lên 4 bằng dung dịch natri hydroxit 5 N.
- Đối với phân tích crôm hóa trị sáu, điều chỉnh pH mẫu về 8 bằng dung dịch kali hydroxit 8 N. Giữ mẫu đã bảo quản ở nhiệt độ không quá 6 °C (43 °F) và sử dụng trong vòng 24 giờ. Không cần điều chỉnh pH thêm.
- Để mẫu trở về nhiệt độ phòng trước khi phân tích.
- Hiệu chỉnh kết quả kiểm tra theo độ pha loãng do thêm dung dịch vào.

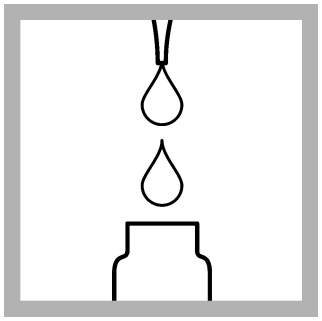
Quy trình thử nghiệm—crôm tổng



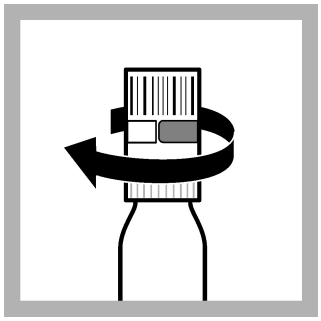
1. Bật nguồn lò phản ứng DRB200. Điều chỉnh nhiệt độ lên 100 °C.



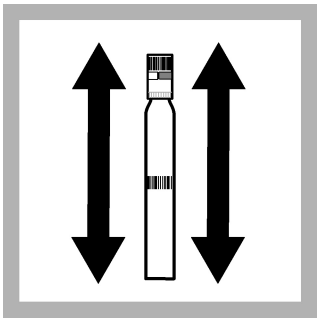
2. Cẩn thận tháo nắp DosiCap™ Zip. Gỡ nắp khỏi ống nghiệm.



3. Dùng pipet lấy 2,0 mL mẫu cho vào ống nghiệm.

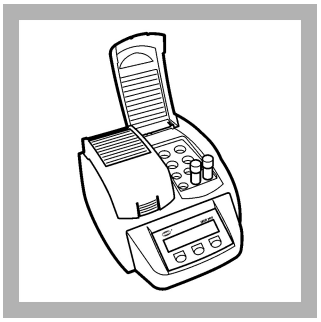


4. Úp DosiCap Zip lên ống nghiệm sao cho mặt chứa hóa chất hướng vào bên trong. Vặn chặt nắp lại.



5. Lắc ống nghiệm 2–3 lần để hóa chất trong nắp hòa tan hết.

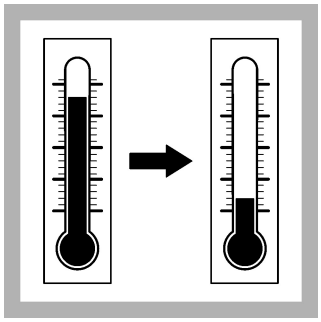
Nhìn qua đầu mở của DosiCap để đảm bảo hóa chất đã tan hoàn toàn.



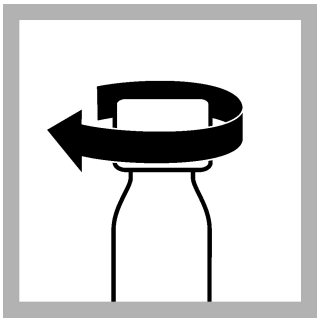
6. Đặt ống nghiệm vào máy phản ứng DRB200 đã làm nóng trước. Đóng nắp lại.



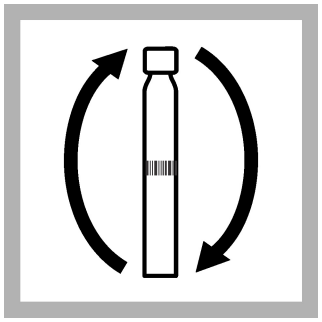
7. Giữ ống nghiệm trong máy phản ứng trong vòng 1 giờ.



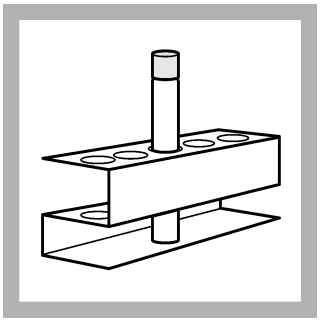
8. Khi hết thời gian, nhẹ nhàng lấy ống nghiệm ra khỏi máy phản ứng. Đặt ống lên giá. Đợi cho ống nghiệm nguội về nhiệt độ phòng.



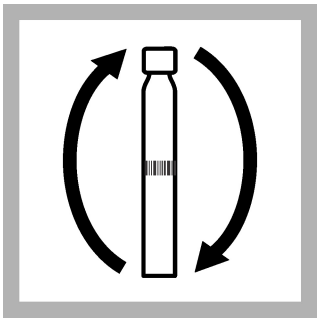
9. Đặt nắp DosiCap B màu cam lên lọ nghiệm.



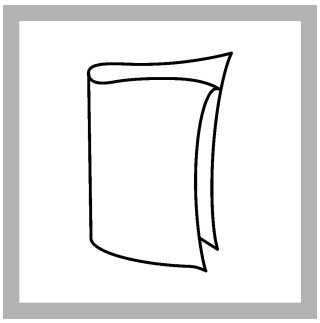
10. Vặn chặt nắp lọ nghiệm rồi lắc đảo lọ 2–3 lần.



11. Đặt lọ nghiệm lên giá để ống nghiệm trong 2–3 phút.



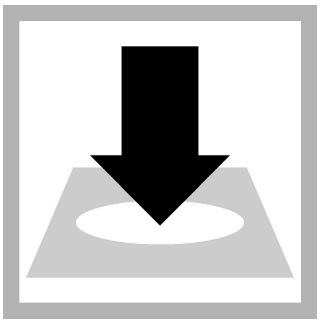
12. Khi hết thời gian chờ, đảo lọ 2–3 lần.



13. Làm sạch lọ nghiệm.

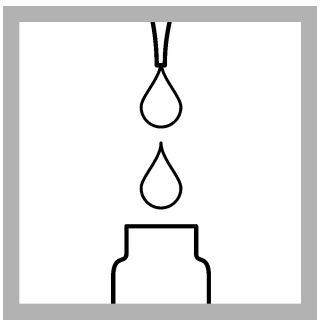


14. Chỉ dành cho DR 1900: Chọn chương trình 854. Xem mục Trước khi bắt đầu ở trang 1.

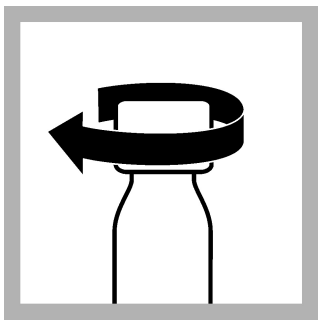


15. Đặt lọ vào giá giữ mẫu. Chỉ áp dụng cho DR 1900: Nhấn **READ**. Kết quả sẽ hiển thị theo mg/L Cr.

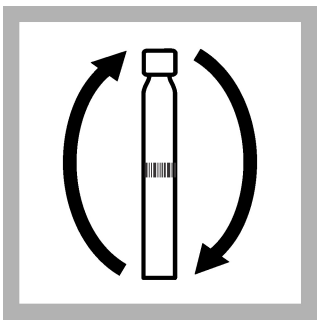
Quy trình thử nghiệm—Crom hóa trị sáu



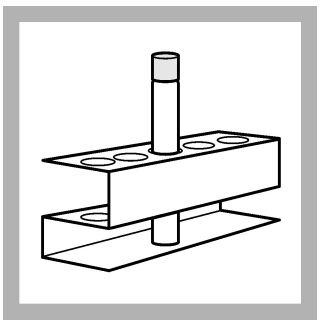
1. Dùng pipet lấy 2,0 mL mẫu cho vào ống thử.



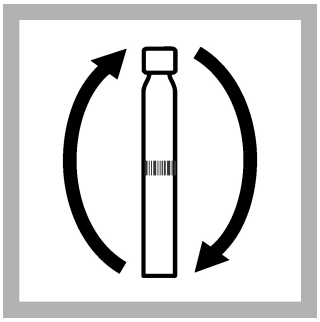
2. Đặt nắp DosiCap B màu cam lên lọ nghiệm.



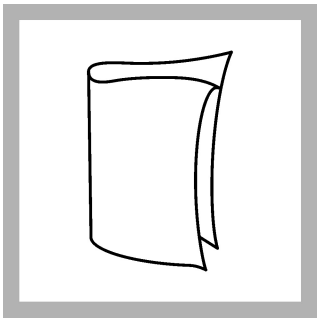
3. Vặn chặt nắp lọ nghiệm rồi lắc đảo lọ 2–3 lần.



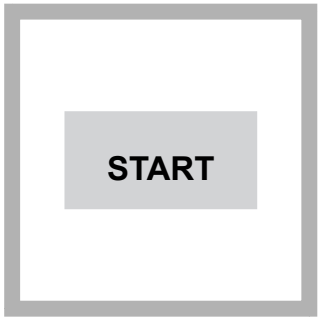
4. Đặt ống thử vào giá trong 2–3 phút.



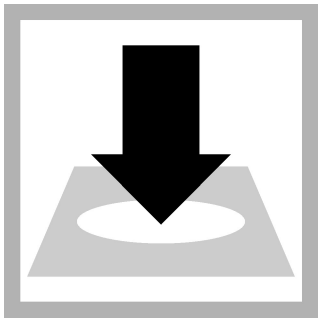
5. Khi hết thời gian, lắc đều lọ thử 2–3 lần.



6. Vệ sinh lọ thử.



7. Chỉ dành cho DR 1900: Chọn chương trình 854. Xem Trước khi bắt đầu ở trang 1.



8. Đặt lọ thử vào giá đỡ. Chỉ dành cho DR 1900: Nhấn **READ**.

Kết quả hiển thị theo đơn vị mg/L Cr.

Hiệu chỉnh mẫu trắng thuốc thử

Để đạt kết quả tốt nhất, hãy đo giá trị mẫu trắng thuốc thử cho mỗi lô thuốc thử mới. Thay mẫu thử bằng nước khử ion trong quy trình kiểm tra để xác định giá trị mẫu trắng. Sử dụng chế độ điều chỉnh mẫu trắng để tự động trừ giá trị mẫu trắng khỏi kết quả mẫu. Hãy đo lại mẫu trắng thuốc thử khi sử dụng lô thuốc thử mới.

1. Sử dụng nước khử ion làm mẫu thử trong quy trình kiểm tra để đo giá trị mẫu trắng thuốc thử.
2. Bật chức năng mẫu trắng thuốc thử. Giá trị mẫu trắng đo được sẽ hiển thị.
3. Xác nhận giá trị mẫu trắng này. Giá trị này sẽ được tự động trừ khỏi tất cả kết quả cho đến khi tắt chức năng mẫu trắng hoặc chuyển sang phương pháp khác.***Lưu ý:*** *Bạn cũng có thể ghi lại hoặc nhập giá trị mẫu trắng thuốc thử vào thời điểm khác. Nhấn vào ô mẫu trắng được làm nổi bật và dùng bàn phím để nhập giá trị.*

Mẫu trắng cho mẫu thử

Các mẫu có màu hoặc độ đục có thể cho kết quả cao. Những mẫu không màu và không đục thì không cần thực hiện mẫu trắng. Quá trình phân hủy trong phép thử tổng crom thường loại bỏ hoàn toàn màu và độ đục, do đó mẫu trắng không cần thiết. Nếu cần hiệu chỉnh màu hoặc độ đục, hãy thực hiện theo quy trình thử crom hóa trị sáu. Làm theo các bước bên dưới để xác định mẫu trắng cho mẫu thử.

1. Tiến hành quy trình kiểm tra, nhưng không thêm thuốc thử.

2. Lấy giá trị mẫu ban đầu trừ đi kết quả ở bước cuối để tính nồng độ mẫu đã hiệu chỉnh. Kết quả sẽ được thể hiện dưới dạng crom hóa trị sáu hòa tan.***Lưu ý:*** *Ngoài ra, có thể lọc các mẫu chỉ bị đục qua màng lọc rồi phân tích.*

Nhiễu

Bảng 2 cho thấy các ion liệt kê đã được kiểm tra riêng lẻ ở các nồng độ nhất định và không gây nhiễu. Không phát hiện ảnh hưởng cộng dồn hoặc tác động từ các ion khác.

Hàm lượng lớn sắt, đồng và các chất khử hoặc oxi hóa sẽ làm kết quả có xu hướng thấp. Ngược lại, chì, thủy ngân và thiếc làm kết quả có xu hướng cao.

Crôm chưa hòa tan không xuất hiện khi xác định crôm(VI). Nếu nồng độ chất phân tích vượt quá (20 mg/L) so với phạm vi đã nêu, quá trình tạo màu sẽ bị ảnh hưởng, dẫn đến kết quả sai lệch trong phạm vi phương pháp.

Hãy xác minh kết quả đo bằng cách pha loãng mẫu hoặc bổ sung chuẩn.

Bảng 2 Các chất gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
SO_4^{2-}, Na^+, K^+, NO_3^-	2000 mg/L
Cl–	1000 mg/L
Ca2+	125 mg/L
Mg2+, NH4 +	100 mg/L
Zn2+, Ni2+, Co2+, Cd2+	50 mg/L
Pb2+	25 mg/L
Cu2+, Fe3+	10 mg/L
Ag+	5 mg/L
Sn2+	1 mg/L

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp dung dịch chuẩn

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

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn Crom 50 mg/L (sử dụng crom hóa trị ba cho quy trình tổng crom)
- Bình định mức 100 mL, loại A
- Pipet 1.0 mL loại A và bóng hút pipet an toàn
- Nước đã khử ion

1. Chuẩn bị dung dịch chuẩn crom 0,50 mg/L như sau:
   a. Dùng pipet lấy 1,0 mL dung dịch chuẩn crom 50 mg/L cho vào bình định mức. Sử dụng dung dịch chuẩn crom hóa trị ba để kiểm tra quy trình tổng crom. Dùng dung dịch chuẩn crom hóa trị sáu để kiểm tra quy trình crom hóa trị sáu.
   b. Thêm nước đã khử ion đến vạch định mức. Lắc đều. Chuẩn bị dung dịch này mỗi ngày.
2. Dùng quy trình thử nghiệm để đo nồng độ dung dịch chuẩn vừa chuẩn bị.
3. So sánh kết quả mong đợi với kết quả thực tế.

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

Tóm tắt phương pháp

Trong quy trình xác định tổng crom, toàn bộ crom trong mẫu được oxy hóa thành crom hóa trị sáu (Cr^{6+}). Crom hóa trị sáu sau đó phản ứng với 1,5-diphenylcarbazide tạo ra 1,5-diphenylcarbazone. Sắc đỏ tạo thành tỉ lệ thuận với lượng crom có trong mẫu. Để xác định crom hóa trị ba, lấy kết quả của phép thử crom hóa trị sáu riêng biệt trừ đi kết quả của phép thử tổng crom. Bước sóng đo là 543 nm.

Vật tư tiêu hao và các sản phẩm thay thế

Hóa chất cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bộ hóa chất TNTplus xác định crom tổng và crom hóa trị sáu	1	25 cái/gói	TNT854

Thiết bị cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Khối phản ứng DRB 200, tùy chọn 115 VAC, 9 x 13 mm + 2 x 20 mm, 1 khối	1	cái	DRB20001
Khối phản ứng DRB 200, tùy chọn 230 VAC, 9 x 13 mm + 2 x 20 mm, 1 khối	1	cái	DRB20005
Ống hút mẫu, thể tích điều chỉnh, 1.0–5.0 mL	1	cái	BBP065
Đầu típ cho ống hút mẫu 1.0–5.0 mL	1	75 cái/gói	BBP068
Ống hút mẫu, thể tích điều chỉnh, 0.2–1.0 mL	1	cái	BBP078
Đầu típ cho ống hút mẫu 0.2–1.0 mL	2	100 chiếc/hộp	BBP079
Giá ống nghiệm	1	cái	1864100
Tấm chắn sáng, DR 3800, DR 2800, DR 2700	1	cái	LZV646
Tấm chắn sáng, DR 3900	1	cái	LZV849

Tiêu chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch chuẩn crôm hóa trị ba, 50 mg/L Cr^{3+}	100 mL	1415142
Dung dịch chuẩn crôm hóa trị sáu, 50,0 mg/L Cr^{6+}	100 mL	81042H

Thuốc thử và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Ống lót chuyển đổi lò phản ứng, đường kính 16 mm sang 13 mm, dùng cho lọ TNTplus	5 chiếc/hộp	2895805
Màng lọc, kích thước lỗ 0,45 micron, đường kính 25 mm	100 chiếc/hộp	2514101
Bình định mức, loại A, thủy tinh 100 mL	cái	1457442
Axit Nitric, đậm đặc	500 mL	15249
Chai lấy mẫu có nắp, nhựa polyethylene mật độ thấp, 500 mL	12 chai/gói	2087079
Dung dịch chuẩn Natri Hydroxide, 1.0 N	100 mL MDB	104532
Dung dịch chuẩn Natri Hydroxide, 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, 2007, 2010, 2012, 2014. All rights reserved.

02/2014, Edition 8