Đồng

DOC316.32.01039

USEPA[1,2] Bicinchoninate Method[3] **Phương pháp 8506 (CuVer 1) và phương pháp 8026 (CuVer 2)**

0,04 đến 5,00 mg/L Cu **Gói bột hoặc Ống AccuVac® Ampuls**

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho nước, nước thải và nước biển[4]; Phương pháp 8506 được USEPA phê duyệt để báo cáo phân tích nước thải (cần xử lý mẫu)[5]

1 Đã được phê duyệt, USEPA và Phương pháp tiêu chuẩn 3500 Cu C hoặc E.
2 Phương pháp Hach 8026 đã được USEPA công nhận để xác định hàm lượng đồng trong nước uống, theo Federal Register Tập 81, Số 138 (Thứ Ba, ngày 19 tháng 7, 2016).
3 Chuyển thể từ Nakano, S., Yakugaku Zasshi, 82 486-491 (1962) [Chemical Abstracts, 58 3390e (1963)].
4 Cần xử lý mẫu trước khi dùng phương pháp gói bột - xem phần ảnh hưởng.
5 Federal Register, 45 (105) 36166 (29 tháng 5, 1980).

Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin thiết bị cụ thể

Bảng 1 trình bày các yêu cầu về ống nghiệm mẫu và cách đặt ống đối với các phép thử bổ sung thuốc thử, chẳng hạn như gói bột hoặc thuốc thử số lượng lớn. Bảng 2 nêu rõ các yêu cầu cho ống nghiệm mẫu và bộ chuyển đổi khi sử dụng ống AccuVac. Các bảng này cũng liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình cho phép thử này.

Để sử dụng bảng, hãy chọn thiết bị rồi đọc theo hàng để tìm thông tin phù hợp cho phép thử này.

Bảng 1 Thông tin thiết bị cụ thể cho việc bổ sung thuốc thử

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

Bảng 2 Thông tin thiết bị dành riêng cho ống AccuVac Ampuls

Thiết bị	Bộ chuyển đổi	Ô lấy mẫu
DR 6000 DR 5000 DR 900	—	2427606 
DR 3900	LZV846 (A)	
DR 1900	9609900 hoặc 9609800 (C)	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)	2122800 

Trước khi bắt đầu

Vui lòng gắn nắp dụng cụ vào giá đỡ ống DR 900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ.
Để đảm bảo đo được tất cả các dạng kim loại, hãy xử lý mẫu bằng nhiệt và axit. Có thể chọn phương pháp làm sạch nhẹ hoặc mạnh. Xem *Hướng dẫn Phân tích Nước* để biết thêm chi tiết.
Để kết quả chính xác nhất, hãy đo giá trị mẫu trắng cho từng lô thuốc thử mới. Thay mẫu bằng nước khử ion trong quy trình kiểm tra để xác định giá trị mẫu trắng. Sử dụng chức năng điều chỉnh mẫu trắng để tự động trừ giá trị này khỏi kết quả mẫu.
Xem lại Phiếu An toàn hóa chất (MSDS/SDS) cho các hóa chất sử dụng. Hãy trang bị đầy đủ dụng cụ bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.
Xử lý các dung dịch đã phản ứng theo đúng quy định của địa phương, tiểu bang và quốc gia. Xem Phiếu An toàn hóa chất để biết cách xử lý thuốc thử chưa dùng. Liên hệ bộ phận môi trường, sức khỏe và an toàn của cơ sở hoặc cơ quan chức năng địa phương để được hướng dẫn thêm về việc xử lý.

Các vật dụng cần chuẩn bị

Gói bột thử

Mô tả	Số lượng
CuVer® 1 Gói bột phản ứng đồng CuVer®, 10 mL	1
Ống nghiệm mẫu. (Để biết thêm thông tin về ống nghiệm mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, vui lòng xem Thông tin thiết bị cụ thể tại trang 1.)	2

Tham khảo Thông tin về vật tư tiêu hao và thiết bị thay thế ở trang 7 để biết cách đặt hàng.

Ống ampul AccuVac

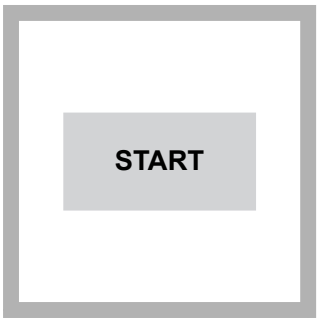
Mô tả	Số lượng
CuVer® 2 Ampul AccuVac® chứa hóa chất phản ứng	1
Cốc đong, 50 mL	1
Ống nghiệm mẫu (Để biết thêm thông tin về ống nghiệm mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, vui lòng xem Thông tin thiết bị cụ thể tại trang 1.)	1
Nút đậy cho ống 18 mm và ống ampul AccuVac	1

Tham khảo Thông tin về vật tư tiêu hao và thiết bị thay thế ở trang 7 để biết cách đặt hàng.

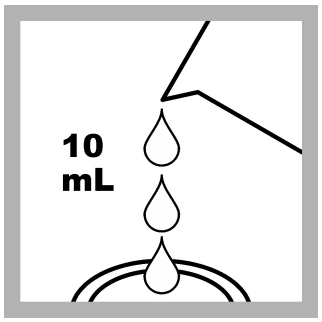
Thu thập và bảo quản mẫu

- Thu mẫu vào chai thủy tinh hoặc nhựa sạch, đã được rửa bằng axit clohydric 6 N (1:1) và tráng lại bằng nước khử ion.
- Để giữ mẫu cho các phân tích sau này, điều chỉnh pH mẫu xuống dưới 2 bằng axit nitric đậm đặc (khoảng 2 mL cho mỗi lít). Nếu kiểm tra ngay, không cần thêm axit.
- Nếu chỉ xác định đồng hòa tan, hãy lọc mẫu trước khi thêm axit.
- Bảo quản mẫu đã xử lý ở nhiệt độ phòng tối đa 6 tháng.
- Trước khi phân tích, điều chỉnh pH về khoảng 4–6 bằng dung dịch kali hydroxit chuẩn 8.0 N (không vượt quá pH 6 để tránh kết tủa đồng).
- Hiệu chỉnh kết quả thử nghiệm do sự pha loãng bởi lượng dung dịch đã thêm vào.

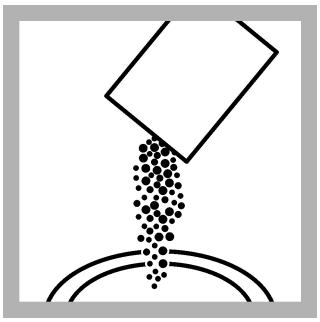
Quy trình dạng gối bột (Phương pháp 8506)



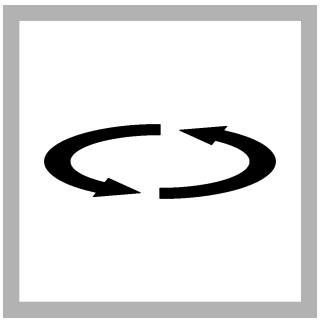
1. Khởi động chương trình **135 Đồng, Bicin**. Để biết thêm về các ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy tham khảo Thông tin dành riêng cho thiết bị trang 1.



2. Chuẩn bị mẫu: Đổ 10 mL mẫu vào ống nghiệm.



3. Thêm toàn bộ gói bột thuốc thử CuVer 1 Đồng vào mẫu.



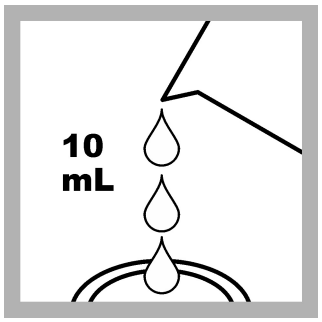
4. Lắc đều để hòa tan.



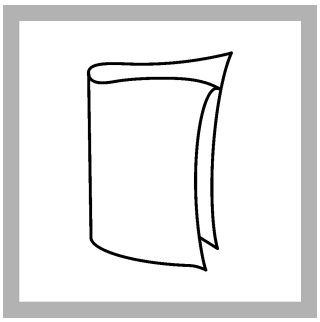
5. Bắt đầu hẹn giờ trên thiết bị. Thời gian phản ứng 2 phút sẽ bắt đầu.

Mẫu sẽ chuyển sang màu tím khi đồng trong mẫu phản ứng với bột thuốc thử.

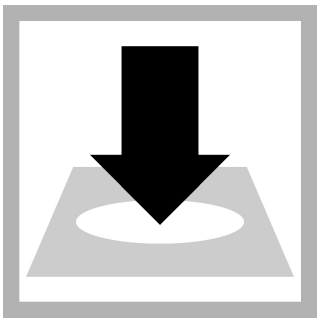
Bột chưa tan không làm ảnh hưởng đến độ chính xác của kết quả.



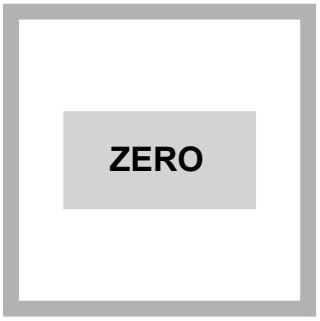
6. Chuẩn bị mẫu trắng: Đổ 10 mL mẫu vào một ống nghiệm thứ hai.



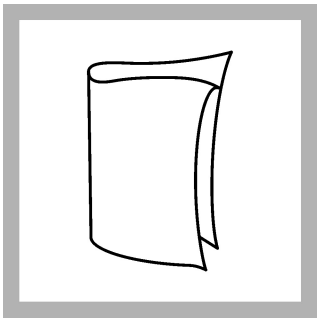
7. Vệ sinh sạch ống nghiệm chứa mẫu trắng.



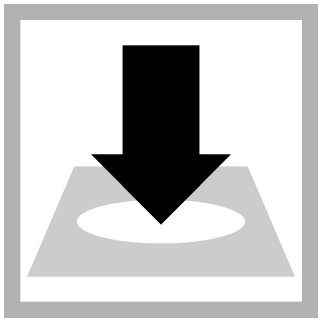
8. Đặt mẫu trắng vào giá đỡ ống nghiệm.



9. Nhấn **ZERO**. Màn hình sẽ hiện 0,00 mg/L Cu.



10. Vệ sinh ống nghiệm mẫu đã chuẩn bị.

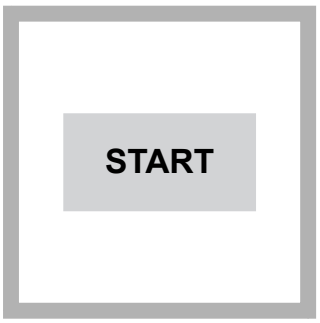


11. Trong vòng 30 phút sau khi hết thời gian chờ, đặt mẫu đã chuẩn bị vào giá đỡ.

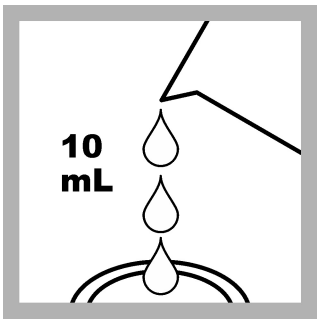


12. Nhấn **READ**. Kết quả sẽ hiển thị bằng mg/L Cu.

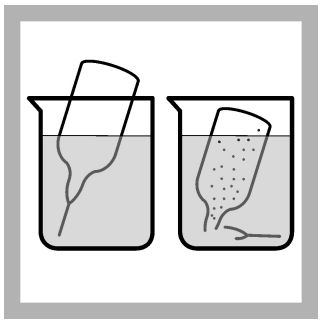
Quy trình sử dụng ống Ampul AccuVac (Phương pháp 8026)



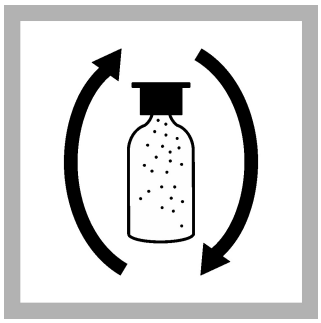
1. Bắt đầu chương trình **140 Đồng, Bicin. AV**. Để biết thêm thông tin về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy xem Thông tin cụ thể về thiết bị ở trang 1.



2. Chuẩn bị mẫu trắng: Đổ 10 mL mẫu vào ống mẫu.



3. Chuẩn bị mẫu: Lấy ít nhất 40 mL mẫu vào cốc 50 mL. Đổ mẫu vào ống AccuVac Ampul, giữ đầu ống ngập trong mẫu cho đến khi đầy.



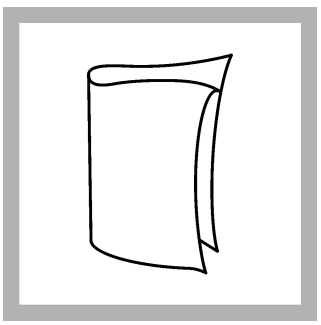
4. Lắc nhanh ống AccuVac Ampul vài lần để trộn đều.



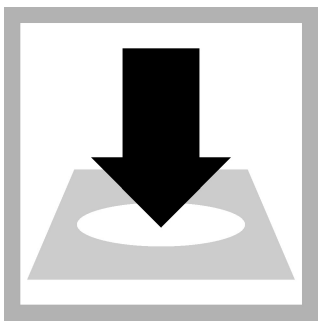
5. Khởi động đồng hồ bấm giờ trên thiết bị. Quá trình phản ứng sẽ diễn ra trong 2 phút.

Mẫu sẽ chuyển sang màu tím khi đồng trong mẫu phản ứng với bột thuốc thử.

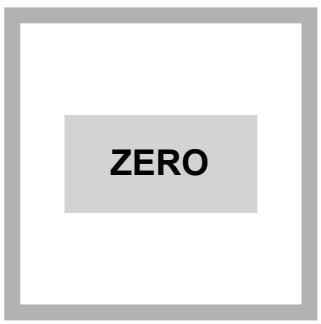
Bột chưa tan không ảnh hưởng đến độ chính xác.



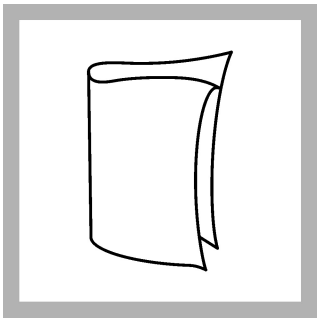
6. Khi hết thời gian, hãy làm sạch ống mẫu trắng.



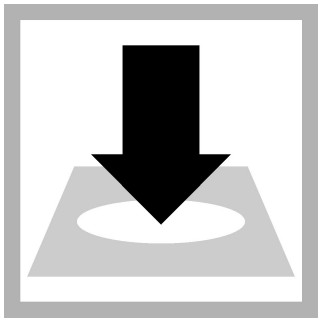
7. Đặt ống mẫu trắng vào giá đỡ.



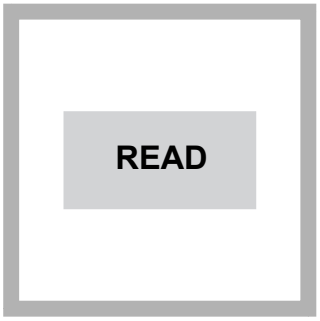
8. Nhấn **ZERO**. Màn hình sẽ hiện 0,00 mg/L Cu.



9. Làm sạch ống nghiệm AccuVac.



10. Trong vòng 30 phút sau khi thêm hóa chất, hãy đặt ống mẫu AccuVac đã chuẩn bị vào giá đỡ.



11. Nhấn **READ**. Kết quả hiển thị đơn vị mg/L Cu.

Các yếu tố gây nhiễu

Bảng 3 hướng dẫn xử lý cho túi bột thử. Bảng 4 hướng dẫn xử lý cho ống nghiệm AccuVac.

Để phân biệt đồng tự do với đồng bị phức hóa bởi EDTA hoặc các chất tạo phức khác, hãy thực hiện quy trình sử dụng gói bột theo hướng dẫn dưới đây:

- Sử dụng mẫu dung dịch 25 mL và ống nghiệm 25 mL.
- Thêm một gói bột thuốc thử Đồng Tự Do dành cho mẫu 25 mL ở bước 3. Không thêm thuốc thử CuVer 1. Kết quả kiểm tra là nồng độ đồng tự do trong mẫu (mg/L).
- Sau khi đọc kết quả, thêm một gói bột thuốc thử Hydrosulfite vào cùng mẫu, đợi 2 phút rồi đọc kết quả. Kết quả sau khi thêm cả hai thuốc thử là tổng lượng đồng hòa tan.
- Để xác định nồng độ đồng đã phức hóa, lấy tổng lượng đồng hòa tan trừ đi lượng đồng tự do (mg/L).

Khác với thuốc thử CuVer 1, gói bột thuốc thử CuVer 2 và ống AccuVac phản ứng trực tiếp với đồng bị phức hóa bởi các chất tạo phức như EDTA.

Bảng 3 Các chất gây nhiễu và biện pháp xử lý đề xuất cho gói bột thuốc thử

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Độ axit	Nếu mẫu có độ axit cao (pH 2 hoặc thấp hơn), có thể xuất hiện kết tủa. Nhỏ từng giọt dung dịch tiêu chuẩn Kali Hydroxide 8 N vào mẫu cho đến khi pH trên 4, sau đó tiến hành kiểm tra.
Nhôm, Al^{3+}	Thực hiện theo quy trình sử dụng gói thuốc thử dạng bột, nhưng sử dụng Gói Thuốc Thử Đồng CuVer 2 thay vì CuVer 1. Kết quả sẽ bao gồm tổng lượng đồng hòa tan (bao gồm cả đồng tự do và đồng phức). Dùng thể tích mẫu 25 mL.
Xyanua, CN^-	Làm cản trở sự phát triển màu hoàn chỉnh. Trước khi thêm Gói Thuốc Thử CuVer 1, hãy cho 0,2 mL fomandehit vào mẫu 10 mL. Chờ 4 phút rồi thực hiện đo. Nhân kết quả kiểm tra với 1,02 để hiệu chỉnh cho sự pha loãng mẫu do thêm fomandehit.
Độ cứng	Thực hiện theo quy trình sử dụng gói thuốc thử dạng bột, nhưng sử dụng Gói Thuốc Thử Đồng CuVer 2 thay vì CuVer 1. Kết quả sẽ bao gồm tổng lượng đồng hòa tan (bao gồm cả đồng tự do và đồng phức). Dùng thể tích mẫu 25 mL.
Sắt, Fe^{3+}	Thực hiện theo quy trình sử dụng gói thuốc thử dạng bột, nhưng sử dụng Gói Thuốc Thử Đồng CuVer 2 thay vì CuVer 1. Kết quả sẽ bao gồm tổng lượng đồng hòa tan (bao gồm cả đồng tự do và đồng phức). Dùng thể tích mẫu 25 mL.
Bạc, Ag^+	Nếu mẫu vẫn còn độ đục và chuyển sang màu đen, có khả năng bị nhiễu do bạc. Thêm 20 giọt dung dịch Kali Clorua bão hòa 50% vào 75 mL mẫu, sau đó lọc qua giấy lọc mịn hoặc lọc giữ lại tốt. Sử dụng mẫu đã lọc cho quy trình kiểm tra.

Bảng 4 Các chất gây nhiễu và giải pháp xử lý đề xuất cho ống AccuVac Ampuls

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Độ axit	Nếu mẫu có độ axit rất cao (pH từ 2 trở xuống), có thể xuất hiện kết tủa. Nhỏ từng giọt dung dịch tiêu chuẩn Hydroxide Kali 8 N cho đến khi pH mẫu vượt 4, sau đó tiến hành kiểm tra.
Nhôm, Al^{3+}	Hoá chất có thể xử lý mức độ cao.
Xyanua, CN^-	Ngăn chặn quá trình phát triển màu hoàn chỉnh. Thêm 0,5 mL formaldehyde vào mỗi 25 mL mẫu, sau đó sử dụng ống AccuVac Ampul hoá chất CuVer 2. Chờ 4 phút rồi đọc kết quả. Nhân kết quả kiểm tra với 1,02 để điều chỉnh cho sự pha loãng mẫu do formaldehyde.
Độ cứng	Hoá chất có thể xử lý mức độ cao.
Sắt, Fe^{3+}	Hoá chất có thể xử lý mức độ cao.
Bạc, Ag^+	Nếu mẫu vẫn còn độ đục và chuyển sang màu đen, khả năng cao là bị nhiễu bởi bạc. Thêm 10 giọt dung dịch Kali Clorua bão hoà vào 75 mL mẫu, sau đó lọc qua bộ lọc tinh hoặc giữ lại nhiều cặn. Sử dụng mẫu đã lọc cho quy trình kiểm tra.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm chuẩn (bổ sung mẫu chuẩn)

Sử dụng phương pháp thêm chuẩn (cho các thiết bị phù hợp) để xác thực quy trình thử nghiệm, hóa chất và thiết bị, đồng thời phát hiện các chất gây nhiễu trong mẫu. Cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn Đồng 100 mg/L
- Pipet thể tích 5 mL, loại A và bóng hút pipet
- Xy lanh trộn, 50 mL
- Nước khử ion
- Pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL và đầu pipet

1. Chuẩn bị dung dịch chuẩn đồng 12,5 mg/L theo hướng dẫn sau:
   a. Dùng pipet lấy 5,00 mL dung dịch chuẩn đồng 100 mg/L vào xy lanh trộn 50 mL.
   b. Pha loãng đến vạch 40 mL bằng nước khử ion. Lắc đều. Chuẩn bị dung dịch này hàng ngày.
2. Tiến hành đo nồng độ mẫu theo quy trình thử nghiệm, sau đó giữ lại mẫu (chưa bổ sung chuẩn) trong thiết bị.
3. Truy cập vào mục Thêm tiêu chuẩn trong menu thiết bị.
4. Chọn các giá trị cho nồng độ tiêu chuẩn, thể tích mẫu và thể tích chất thêm.
5. Chuẩn bị ba mẫu có bổ sung tiêu chuẩn: dùng pipet TenSette để lần lượt thêm 0,1 mL, 0,2 mL và 0,3 mL dung dịch tiêu chuẩn đã pha vào ba phần mẫu tươi 10 mL. Khuấy đều.
   Lưu ý: *Đối với AccuVac® Ampuls, thêm lần lượt 0,2 mL, 0,4 mL và 0,6 mL dung dịch chuẩn Copper Voluette Ampule 75 mg/L vào ba phần mẫu tươi 50 mL.*
6. Dùng quy trình kiểm tra để đo nồng độ của từng mẫu đã bổ sung tiêu chuẩn. Bắt đầu với mẫu có mức bổ sung 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 dự kiến, hãy đảm bảo các thể tích mẫu và lượng chất thêm được đo chính xác. Thể tích mẫu và lượng chất thêm cần đúng với lựa chọn trên menu Thêm tiêu chuẩn. Nếu kết quả không nằm trong giới hạn cho phép, mẫu có thể bị ảnh hưởng bởi yếu tố gây nhiễu.*

Phương pháp dung dịch tiêu chuẩn

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

Những vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn đồng, 100 mg/L
- Bình định mức 100 mL, loại A
- Bơm hút định mức 4 mL, loại A và dụng cụ hút
- Nước khử ion

1. Chuẩn bị dung dịch chuẩn đồng 4,00 mg/L theo hướng dẫn:
   a. Dùng bơm hút lấy 4,00 mL dung dịch chuẩn đồng 100 mg/L cho vào bình định mức.
   b. Thêm nước khử ion đến vạch, lắc đều. Chuẩn bị dung dịch này hàng ngày.
2. Thực hiện quy trình kiểm tra để đo nồng độ dung dịch chuẩn vừa pha.
3. So sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế.

Lưu ý: *Có thể điều chỉnh hiệu chuẩn của nhà máy một chút bằng tùy chọn chỉnh sửa chuẩn để thiết bị hiển thị giá trị mong muốn của dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn đã chỉnh sẽ áp dụng cho tất cả kết quả kiểm tra. Việc này giúp tăng độ chính xác khi có sự thay đổi nhỏ ở thuốc thử hoặc thiết bị.*

Hiệu quả phương pháp

Dữ liệu hiệu quả phương pháp dưới đây được lấy từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm bằng máy quang phổ trong điều kiện lý tưởng. Kết quả có thể khác nhau tùy vào điều kiện kiểm tra thực tế.

Chương trình	Tiêu chuẩn	Độ chính xác (Khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Thay đổi nồng độ khi Abs thay đổi 0,010
135	1,00 mg/L Cu	0,97–1,03 mg/L Cu	0,04 mg/L Cu
140	1,00 mg/L Cu	0,97–1,03 mg/L Cu	0,03 mg/L Cu

Tóm tắt phương pháp

Đồng trong mẫu sẽ phản ứng với muối axit bicinchoninic có trong hóa chất CuVer 1 hoặc CuVer 2, tạo ra hợp chất màu tím với cường độ màu tỷ lệ thuận với nồng độ đồng. Quá trình đo được thực hiện ở bước sóng 560 nm.

Vật tư tiêu hao và thiết bị thay thế

Hóa chất cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
CuVer® 1 Gói bột hóa chất đồng, 10 mL	1	100 cái/gói	2105869
HOẶC			
CuVer® 2 Thuốc thử đồng AccuVac® Ống Ampul	1	25 ống/hộp	2504025

Thiết bị cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dụng cụ bẻ ống AccuVac	1	cái	2405200
Cốc thủy tinh, 50 mL	1	cái	50041H
Nút đậy cho ống 18 mm và ống AccuVac	2	6 cái/gói	173106

Chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch chuẩn đồng, 100 mg/L dưới dạng Cu	100 mL	12842
Ống chuẩn Voluette® , 75 mg/L Cu, 10 mL	16 ống/hộp	1424710
Chuẩn nước uống kim loại, LR cho Cu, Fe, Mn	500 mL	2833749
Chuẩn nước uống kim loại, HR cho Cu, Fe, Mn	500 mL	2833649

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Cốc thủy tinh, 50 mL	cái	50041H
Gói bột thuốc thử đồng CuVer 2	100 gói/hộp	2188299
Xy lanh chia vạch, 50 mL	cái	189641
Formaldehyde, chuẩn ACS	100 mL MDB	205932
Axit nitric, đậm đặc	500 mL	15249
Dung dịch kali clorua, bão hòa 50%	25 mL	1429323
Dung dịch kali hydroxit, 8 N	100 mL MDB	28232H
Ô mẫu, 25 mL, đối xứng, vuông 1"	2 ô/hộp	2612602
Khui ống mẫu AccuVac®	cái	2405200
Dụng cụ bẻ ống Voluette® 10 mL	cái	2196800
Ô lấy mẫu, tròn 25 mm	6 ô/cái	2401906
Bộ thuốc thử đồng (Cu) tự do và tổng, bao gồm:	cái	2439200
Gói bột thuốc thử hydrosulfit	100 gói/hộp	2118869
Gói bột thuốc thử đồng tự do, 25 mL	100 gói/hộp	2118669

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, 1989–2017. All rights reserved.

06/2017, Edition 11