Niken

DOC316.32.01065

Dimethylglyoxime Method

Phương pháp 10220
TNTplus™ 856

0,1 đến 6,0 mg/L Ni

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho nước và nước thải.

Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin thiết bị cụ thể

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình cho phép thực hiện thử nghiệm này. Bảng cũng cho biết yêu cầu về bộ chuyển đổi và chắn sáng đối với các thiết bị phù hợp để sử dụng ống TNTplus.

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

Bảng 1 Thông tin thiết bị cụ thể cho ống TNTplus

Thiết bị	Bộ chuyển đổi	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 ánh sáng vào Ngăn tế bào số 2 trước khi tiến hành kiểm tra này.
Xem lại thông tin an toàn và hạn sử dụng trên bao bì.
Độ pH mẫu khuyến nghị là từ 3 đến 10.
Nhiệt độ thích hợp cho mẫu và hóa chất là 15–25 °C (59–77 °F).
Nhiệt độ bảo quản hóa chất nên là 15–25 °C (59–77 °F).
Nếu hàm lượng niken quá cao, có thể xuất hiện kết tủa trong ống nghiệm. Nếu có kết tủa, hãy pha loãng mẫu mới. Dùng mẫu đã pha loãng để thực hiện quy trình kiểm tra và nhân kết quả với hệ số pha loãng.
Để đảm bảo đo được tất cả các dạng của kim loại, hãy xử lý mẫu bằng nhiệt và axit. Sử dụng bộ chuẩn bị kim loại TNTplus 890 để xử lý mẫu.
DR 1900: Vào mục All Programs>LCK hoặc TNTplus Methods>Options để chọn số TNTplus cho bài kiểm tra. Các thiết bị khác sẽ tự động nhận phương pháp từ mã vạch trên ống nghiệm.
Xem lại Bảng Dữ liệu An toàn (MSDS/SDS) cho các hóa chất sử dụng. Hãy sử dụng trang 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 để biết thông tin xử lý hóa chất chưa dùng. Liên hệ với bộ phận môi trường, sức khỏe và an toàn của cơ sở hoặc cơ quan quản lý địa phương để biết thêm hướng dẫn xử lý.

Vật dụng cần chuẩn bị

Mô tả	Số lượng
Bộ thuốc thử Nickel TNTplus	1
Dụng cụ hút mẫu, dung tích điều chỉnh 1,0–5,0 mL	1

Các vật dụng cần chuẩn bị (tiếp theo)

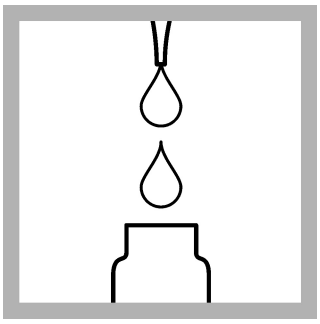
Mô tả	Số lượng
Dụng cụ hút mẫu, thể tích thay đổi, 0,2–1,0 mL	1
Đầu hút pipet	1

Xem thêm Vật tư tiêu hao và linh kiện thay thế ở trang 4 để biết thông tin đặt hàng.

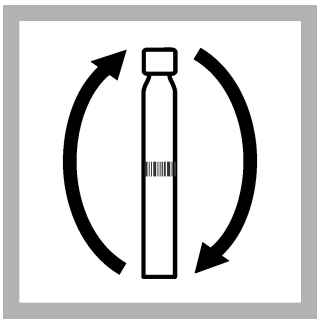
Thu thập và bảo quản mẫu

- Thu thập 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 bảo quản mẫu cho phân tích sau này, điều chỉnh pH mẫu xuống dưới 2 bằng axit nitric đậm đặc (khoảng 2 mL mỗi lít). Nếu phân tích ngay thì không cần 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 3–10 bằng dung dịch natri hydroxit 5 N.
- Kết quả thử nghiệm cần được hiệu chỉnh do việc pha loãng khi thêm dung dịch.

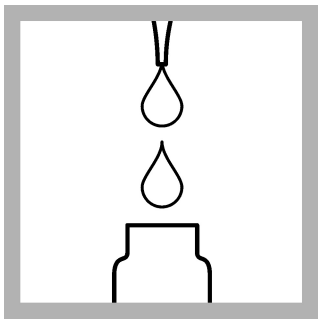
Quy trình thử nghiệm



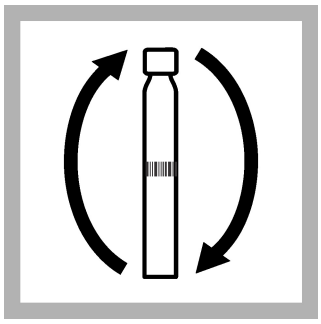
1. Dùng pipet lấy 2,0 mL mẫu cho vào lọ thử nghiệm.



2. Đóng nắp lọ và lắc đảo lọ 2–3 lần cho đến khi phần đông khô trong lọ tan hoàn toàn.



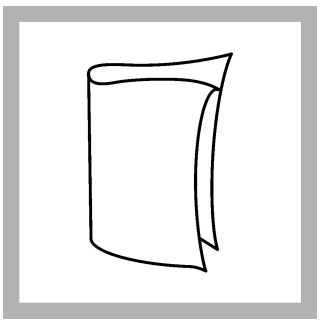
3. Dùng pipet lấy 0,2 mL dung dịch A cho vào lọ thử nghiệm.



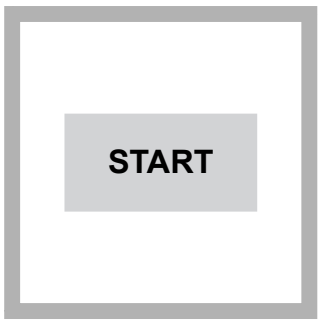
4. Đóng nắp lọ và lắc đảo lọ 2–3 lần.



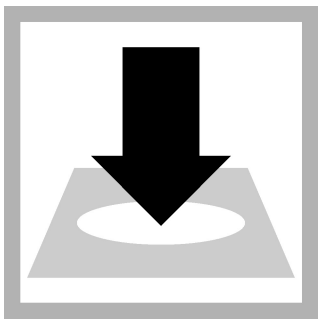
5. Bắt đầu thời gian phản ứng trong 3 phút.



6. Khi hết thời gian, hãy làm sạch ống nghiệm.



7. Chỉ dành cho DR 1900: Chọn chương trình 856. Xem Trước khi bắt đầu ở trang 1.



8 Đặt ống nghiệm vào giá đỡ. Chỉ dành cho DR 1900: Nhấn **READ**.
Kết quả hiển thị dưới dạng mg/L Ni.

Hiệu chỉnh mẫu trắng thuốc thử

Để đạt kết quả tối ưu, hãy xác định giá trị mẫu trắng của 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 tùy chọn điều chỉnh mẫu trắng để tự động trừ giá trị này khỏi kết quả mẫu thử. Mỗi khi dùng lô thuốc thử mới, cần đo lại giá trị mẫu trắng thuốc thử.

1. Sử dụng nước khử ion làm mẫu thử trong quy trình kiểm tra để đo giá trị mẫu trắng thuốc thử.
2. Kích hoạt chức năng mẫu trắng. Giá trị mẫu trắng đo được sẽ hiển thị.
3. Chấp nhận giá trị mẫu trắng này. Giá trị này sẽ được trừ tự động khỏi tất cả các kết quả cho đến khi bạn tắt chức năng hoặc chọn phương pháp khác. ***Lưu ý:*** *Ngoài ra, bạn 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 sử dụng bàn phím để nhập giá trị.*

Mẫu trắng cho màu hoặc độ đục

Màu sắc hoặc độ đục trong mẫu thử có thể làm kết quả cao hơn thực tế. Hãy sử dụng mẫu trắng để hiệu chỉnh kết quả khi có ảnh hưởng từ màu hoặc độ đục. Nếu mẫu thử không có màu hoặc độ đục, không cần thực hiện mẫu trắng.

Nếu mẫu thử bị đục nhưng không có màu, hãy lọc mẫu qua màng lọc 0,45 micron để loại bỏ độ đục, sau đó phân tích mẫu đã lọc. Báo cáo kết quả là niken hòa tan.

Đối với các mẫu có màu, tiến hành đo mẫu trắng theo hướng dẫn sau.

1. Thực hiện quy trình kiểm tra để đo nồng độ mẫu thử, nhưng ở bước 3, thêm 0,2 mL nước khử ion. Không thêm Dung dịch A vào ống kiểm tra.
2. Đậy nút đỏ lên ống và tiếp tục quy trình. Kết quả là giá trị mẫu trắng.
3. Lấy kết quả mẫu trắng này trừ vào kết quả của một phép thử riêng biệt có bao gồm Dung dịch A. Phần chênh lệch chính là kết quả kiểm tra đã được hiệu chỉnh.

Nhiễu

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

Bảng 2 Các chất gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
K^+, Na+, Cl-, SO_4^{2-}	1000 mg/L
NH_4^+, NO_3^-, Ca^{2+}, PO_4^{3-}, CO_3^{2-}	500 mg/L
Cr^{6+}, Zn^{2+}, F^-, NO_2^-	50 mg/L
Al^{3+}, Cr^{3+}, Cd^{2+}, Co^{2+}, Sn^{2+}, Pb^{2+}	10 mg/L
Fe^{2+}, Fe^{3+}, Mn^{2+}, Cu^{2+}, Mg^{2+}, Hg^{2+}	5 mg/L
Ag^+	1 mg/L

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp dung dịch chuẩn

Sử dụng phương pháp dung dịch chuẩn để xác thực quy trình kiểm tra, hóa chất và thiết bị.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn Niken 1000 mg/L
- Bình định mức 250 mL, loại A
- Ống hút định mức 1,0 mL, loại A và bóng hút an toàn
- Nước khử ion

1. Chuẩn bị dung dịch chuẩn niken 4,0 mg/L theo hướng dẫn sau:
   a. Dùng pipet lấy 1,0 mL dung dịch chuẩn niken 1000 mg/L cho vào bình định mức.
   b. Pha loãng đến vạch bằng nước khử ion. Lắc đều. Chuẩn bị dung dịch này mỗi ngày.

2. Sử dụng quy trình kiểm tra để đo nồng độ dung dịch chuẩn đã chuẩn bị.

3. So sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế.
Lưu ý: *Có thể điều chỉnh hiệu chuẩn tại nhà máy một chút bằng tính năng điều chỉnh chuẩn để thiết bị hiển thị giá trị mong muốn của dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn đã chỉnh sửa này sẽ áp dụng cho tất cả kết quả kiểm tra. Việc điều chỉnh này giúp tăng độ chính xác khi có sự thay đổi nhỏ ở hóa chất hoặc thiết bị.*

Tóm tắt phương pháp

Nếu có chất oxy hóa, ion niken sẽ phản ứng với dimethylglyoxime trong môi trường kiềm tạo thành phức chất màu cam-nâu. Bước sóng đo là 463 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
Bộ thuốc thử TNTplus Niken	1	25 cái/gói	TNT856

Thiết bị cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Pipet điều chỉnh thể tích, 0,2–1,0 mL	1	cái	BBP078
Đầu pipet dành cho pipet 0,2–1,0 mL	1	100 cái/gói	BBP079
Pipet điều chỉnh thể tích, 1,0–5,0 mL	1	cái	BBP065
Đầu pipet dành cho pipet 1,0–5,0 mL	1	75 cái/gói	BBP068
Lá chắn ánh sáng, DR 3800, DR 2800, DR 2700	1	cái	LZV646
Lá chắn ánh sáng, DR 3900	1	cái	LZV849

Tiêu chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch chuẩn niken, 1000 mg/L Ni (NIST)	100 mL	1417642

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Màng lọc, 0,45 micron, 25 mm	100 cái/gói	2514101
Bình định mức, loại A, 250 mL	cái	1457446
Bộ chuẩn bị mẫu kim loại TNTplus	50 cái/bộ	TNT890
Axit Nitric, đậm đặc	500 mL	15249
Chai lấy mẫu có nắp, chất liệu polyethylene mật độ thấp, 500 mL	12 cái/bộ	2087079
Dung dịch chuẩn Natri Hydroxit, 5.0 N	100 mL MDB	245032
Giá ống nghiệm polyethylene, dùng cho ống 13 mm OD, 90 lỗ	cái	2497900
Nước cất 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, 2007–2017. All rights reserved.

05/2017, Edition 10