Niken

DOC316.32.01064

Phương pháp Heptoxime của USEPA[1,2] **Phương pháp 8037**

0,02 đến 1,80 mg/L Ni **Gói bột hóa chất**

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

1 Được USEPA chấp thuận để báo cáo kết quả phân tích nước thải (cần thực hiện phân hủy mẫu). Quy trình này tương đương với Phương pháp Chuẩn 3500-Ni D dành cho nước thải.
2 Chuyển thể từ *Chemie Analytique*, 36 43 (1954).

Chuẩn bị kiểm tra

Thông tin cụ thể cho từng thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình thực hiện kiểm tra này. Bảng còn cho biết yêu cầu về ống nghiệm mẫu và cách đặt ống khi sử dụng các loại thuốc thử, như gói bột hoặc hóa chất rời.

Để sử dụng bảng, hãy chọn thiết bị phù hợp rồi đọc theo hàng để biết thông tin áp dụng cho kiểm tra này.

Bảng 1 Thông tin chi tiết về thiết bị

Thiết bị	Hướng đặt ống mẫu	Ống mẫu
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Vạch đầy nằm bên phải.	2612602 
DR 5000 DR 3900	Vạch mực hướng về phía người sử dụng.	

Trước khi bắt đầu

Để đạt kết quả tối ưu, hãy đo giá trị trắng của thuốc thử cho mỗi lô mới. Thay mẫu bằng nước khử ion trong quá trình kiểm tra để xác định giá trị trắng. Sử dụng chức năng điều chỉnh giá trị trắng thuốc thử để tự động trừ giá trị này khỏi kết quả mẫu.
Định hình nút bông có kích cỡ bằng hạt đậu. Nếu nút quá lớn sẽ làm giảm dòng chảy, còn nếu quá nhỏ có thể bị tuột khỏi ống dẫn của phễu chắt.
Không đổ dung dịch cloroform xuống cống. Hãy thu gom nước bão hòa cloroform, dung dịch cloroform và nút bông đã sử dụng trong ống dẫn phễu chắt để xử lý đúng cách. Tham khảo bảng dữ liệu an toàn hóa chất (MSDS/SDS) hiện hành để được hướng dẫn an toàn và xử lý phù hợp.
Khi đo trong điều kiện ánh sáng mạnh (ví dụ: ánh nắng trực tiếp), hãy đóng khoang chứa ô mẫu bằng nắp bảo vệ nếu có thể.
Hãy xem lại Bảng Dữ Liệu An Toàn Hóa Chất (MSDS/SDS) của các hóa chất sử dụng. Luôn trang bị đầy đủ thiết bị bảo hộ cá nhân được khuyến nghị.
Xử lý các dung dịch đã phản ứng theo đúng quy định của địa phương, tiểu bang và liên bang. Tham khảo Bảng Dữ Liệu An Toàn Hóa Chất để biết cách xử lý thuốc thử chưa sử dụng. Liên hệ bộ phận môi trường, an toàn và sức khỏe tại cơ sở của bạn hoặc cơ quan quản lý địa phương để được hướng dẫn thêm về việc xử lý.

Những vật dụng cần chuẩn bị

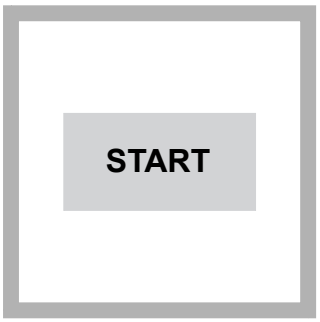
Mô tả	Số lượng
Chloroform, ACS	30 mL
Gói bột thuốc thử Nickel 1	1
Gói bột thuốc thử Nickel 2	1
Kìm mở gói bột thuốc thử	1
Bông gòn	tùy ý
Xy lanh chia vạch, 10 mL	1
Xy lanh chia vạch, 500 mL	1
Phễu chiết, kèm chân đế và nút đậy	1
Ô mẫu (Để biết thêm thông tin về ô mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, vui lòng xem Thông tin thiết bị cụ thể trang 1.)	2
Nước khử ion	tùy ý

Tham khảo Vật tư tiêu hao và phụ kiện thay thế trang 6 để biết thông tin đặt hàng.

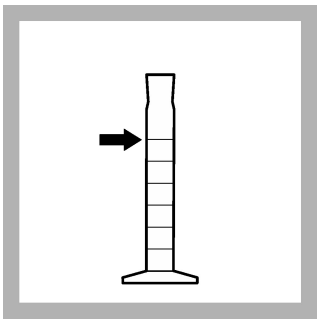
Thu thập và bảo quản mẫu

- Thu mẫu vào chai thủy tinh hoặc nhựa sạch đã rửa bằng axit clohydric 6 N (1:1) và tráng lại với nước khử ion.
- Để bảo quản mẫu cho phân tích sau này, điều chỉnh pH mẫu xuống dưới 2 bằng axit nitric đặc (khoảng 2 mL trên mỗi lít). Nếu phân tích ngay, 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 3–8 bằng dung dịch natri hydroxit 5 N. Không để pH vượt quá 8 để tránh làm kết tủa nickel.
- Hiệu chỉnh kết quả thử dựa trên thể tích đã thêm vào mẫu.

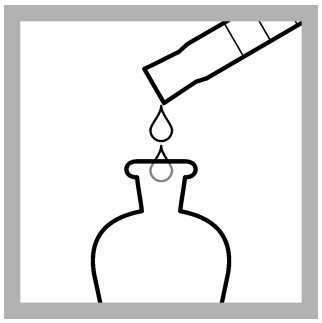
Quy trình thử nghiệm



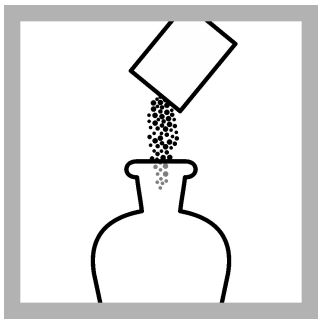
1. Khởi động chương trình **335 Nickel Heptoxime**. Để biết thêm về các ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, vui lòng xem Thông tin riêng về thiết bị ở trang 1.
Lưu ý: *Mặc dù tên chương trình có thể khác nhau tùy thiết bị, số chương trình sẽ không thay đổi.*



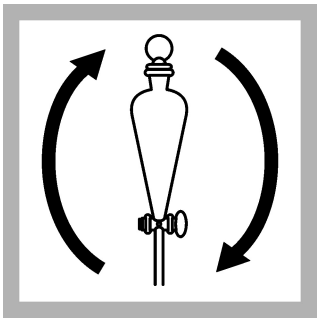
2. Đong 300 mL mẫu vào trong bình chia độ 500 mL.



3. Chuyển mẫu vào phễu chiết 500 mL.



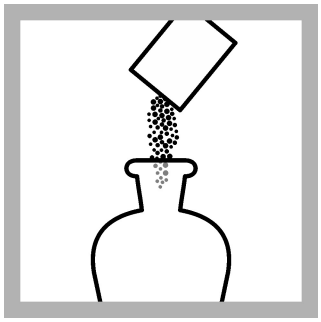
4. Thêm toàn bộ một gối bột thuốc thử Nickel 1 vào phễu.



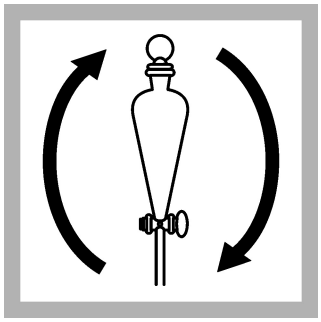
5. Đậy nút phễu lại. Lật ngược để trộn đều.



6. Bắt đầu bấm giờ trên thiết bị. Phản ứng bắt đầu tính thời gian.



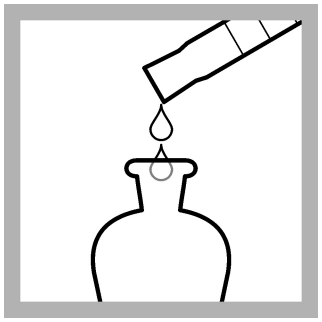
7. Khi hết thời gian, cho toàn bộ một gói bột thuốc thử Nickel 2 vào phễu.



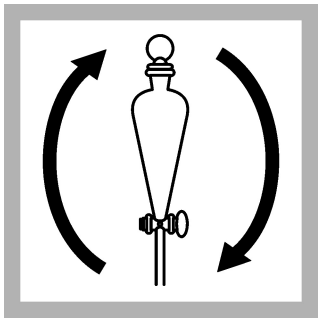
8. Đậy nút phễu lại. Lật phễu để trộn đều.



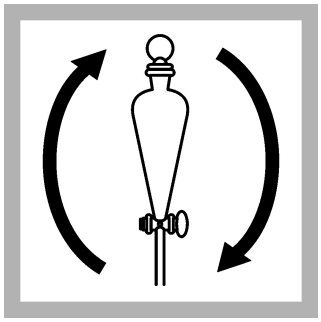
9. Bắt đầu bấm giờ trên thiết bị. Phản ứng bắt đầu tính thời gian.



10. Khi hết thời gian, cho 10 mL chloroform vào phễu.



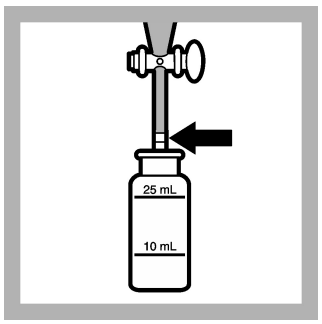
11. Đậy nút phễu, đảo nhẹ để trộn đều. Đảm bảo đầu phễu hướng lên trên và tránh xa mọi người. Mở van để giải phóng áp suất.



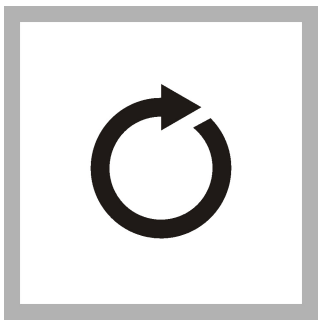
12. Đóng van phễu. Lật phễu trong 30 giây.



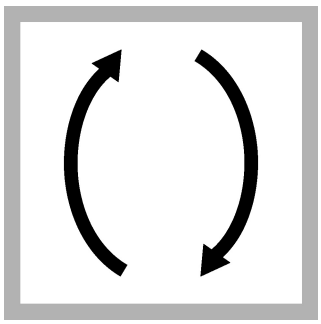
13. Khởi động bộ đếm thời gian của thiết bị. Thời gian phản ứng bắt đầu. Lắc phễu khoảng 5 lần trong suốt 5 phút phản ứng.



14. Mẫu đã chuẩn bị: Khi hết thời gian, chờ các lớp tách ra. Đặt một nút bông cỡ hạt đậu vào ống dẫn của phễu. Tháo nút phễu ra và dẫn lớp cloroform (lớp dưới cùng) vào ô mẫu.



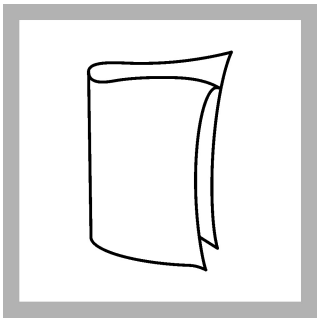
15. Thực hiện lại các bước 10 đến 14 hai lần nữa với mỗi lần dùng 10 mL chloroform. Không cần chờ 5 phút cho phản ứng.



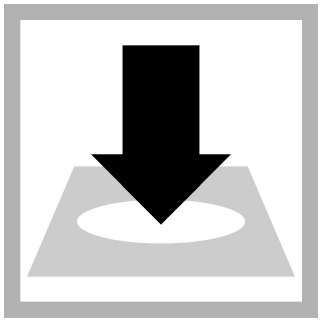
16. Đậy nắp lọ mẫu, đảo đều để trộn các dung dịch. Thể tích cuối cùng khoảng 25 mL do chloroform hòa tan nhẹ trong nước.



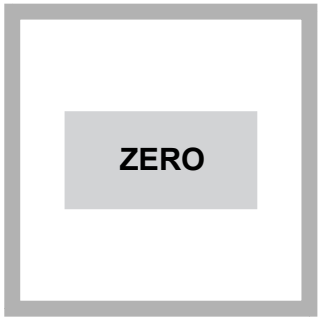
17. Chuẩn bị mẫu trắng: Đổ 10 mL chloroform vào một ô mẫu thứ hai. Đậy nắp lại cho ô mẫu trắng.



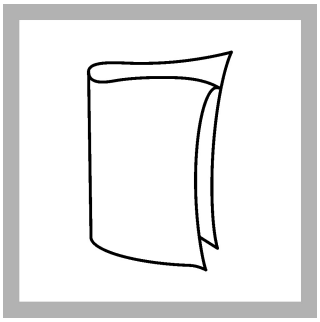
18. Làm sạch ô mẫu trắng.



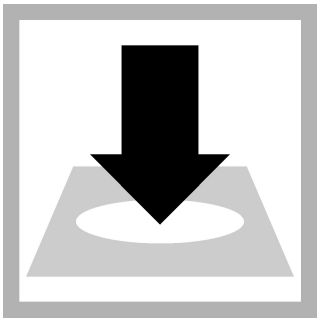
19. Đặt ô mẫu trắng vào giá đỡ.



20. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị 0.00 mg/L Ni.



21. Vệ sinh ô mẫu đã chuẩn bị.



22. Đặt ô mẫu đã chuẩn bị vào giá đỡ.



23. Nhấn **READ**. Kết quả hiển thị bằng mg/L Ni.

Nhiễu

Cần thực hiện quá trình phân hủy axit sơ bộ để xác định lượng niken lơ lửng hoặc kết tủa và loại bỏ nhiễu do chất hữu cơ. Nếu muốn xác định tổng lượng niken thu hồi hoặc loại bỏ nhiễu từ chất hữu cơ, hãy áp dụng phương pháp phân hủy axit được USEPA phê duyệt.

Để loại bỏ nhiễu từ cobalt, đồng và sắt, hãy bổ sung thêm gói bột thuốc thử Nickel 1 ở bước 4 của quy trình kiểm tra. Giới hạn dung sai theo số lượng gói bột được trình bày tại Bảng 2.

Bảng 2 Giới hạn dung sai so với lượng thuốc thử

Gói thuốc thử Nickel 1	Giới hạn chịu đựng (mg/L)		
	Coban	Đồng	Sắt
1	1	10	20
2	7	16	65
3	13	22	110
4	18	28	155
5	25	35	200

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm chuẩn (tăng mẫu)

Sử dụng phương pháp thêm chuẩn (áp dụng cho các thiết bị phù hợp) để xác minh quy trình thử nghiệm, hóa chất và thiết bị, cũng như phát hiện sự ảnh hưởng trong mẫu. Chuẩn bị các vật dụng sau:

- Dung dịch chuẩn Niken, 1000 mg/L Ni Niken, phương pháp Heptoxime (1,8 mg/L)

- Bình định mức, 50 mL
- Bơm định lượng 15 mL, loại A và bóng bơm
- Nước khử ion
- Bơm định lượng TenSette®, 0.1–1.0 mL và đầu bơm

1. Chuẩn bị dung dịch chuẩn nickel 300 mg/L như sau:
   a. Dùng bơm định lượng lấy 15 mL dung dịch chuẩn nickel 1000 mg/L cho vào bình định mức 50 mL.
   b. Thêm nước khử ion đến vạch định mức, lắc đều. Chuẩn bị dung dịch này hàng ngày.
2. Sử dụng quy trình kiểm tra để xác định nồng độ mẫu, sau đó giữ mẫu (chưa thêm chuẩn) trong thiết bị.
3. Chọn chức năng Thêm Chuẩn trong menu thiết bị.
4. Thiết lập giá trị nồng độ chuẩn, thể tích mẫu và thể tích thêm chuẩn.
5. Chuẩn bị ba mẫu có thêm chuẩn: dùng bơm TenSette thêm lần lượt 0.2 mL, 0.4 mL và 0.6 mL dung dịch chuẩn vào ba phần mẫu tươi, mỗi phần 300 mL. Lắc đều.
6. Tiến hành kiểm tra nồng độ cho từng mẫu đã thêm chuẩn. Bắt đầu với mẫu có lượng thêm chuẩn 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 kết quả mong đợi, hãy kiểm tra lại việc đo thể tích mẫu và thể tích chuẩn bổ sung đã chính xác hay chưa. Các giá trị này cần phải đúng với các lựa chọn trong phần bổ sung chuẩn của thiết bị. Nếu kết quả không nằm trong giới hạn cho phép, mẫu thử có thể đã bị ảnh hưởng bởi yếu tố gây nhiễu.*

Phương pháp dung dịch chuẩn

Sử dụng phương pháp dung dịch chuẩn để kiểm tra độ chính xác của quy trình thử nghiệm, hóa chất và thiết bị.

Những vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn Nickel, 1000 mg/L Ni
- Bình định mức 500 mL và 1000 mL, loại A
- Bơm định mức 10 mL và 50 mL, loại A, kèm bóng an toàn
- Nước đã khử ion

1. Chuẩn bị dung dịch gốc nickel 10,00 mg/L như sau:
   a. Dùng bơm lấy 10,00 mL dung dịch chuẩn nickel 1000 mg/L vào bình định mức 1 L.
   b. Thêm nước đã khử ion đến vạch, lắc đều. Chuẩn bị dung dịch gốc này mỗi ngày.
2. Chuẩn bị dung dịch chuẩn nickel 1,00 mg/L như sau:
   a. Dùng bơm lấy 50,00 mL dung dịch gốc nickel 10,00 mg/L vào bình định mức 500 mL.
   b. Thêm nước đã khử ion đến vạch, lắc đều. Chuẩn bị dung dịch chuẩn này mỗi ngày.
3. Thực hiện quy trình thử nghiệm để xác định nồng độ của dung dịch chuẩn đã chuẩn bị.
4. So sánh kết quả mong đợi với kết quả thực tế.

Lưu ý: *Có thể điều chỉnh hiệu chuẩn của nhà máy bằng chức năng căn chỉnh chuẩn để thiết bị hiển thị đúng giá trị của dung dịch chuẩn. Sau khi điều chỉnh, hiệu chuẩn này sẽ áp dụng cho tất cả các kết quả thử nghiệm. Việc điều chỉnh này giúp nâng cao độ chính xác của phép thử khi có sự thay đổi nhỏ về hóa chất hoặc thiết bị.*

Hiệu suất phương pháp

Dữ liệu hiệu suất phương pháp dưới đây được thu thập từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm sử dụng máy đo quang phổ trong điều kiện lý tưởng. Kết quả có thể thay đổi tùy thuộc vào điều kiện thử nghiệm thực tế của người sử dụng.

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
335	1,00 mg/L Ni	0,93–1,07 mg/L Ni	0,02 mg/L Ni

Tóm tắt phương pháp

Ion niken phản ứng với heptoxime tạo thành phức màu vàng, được chiết xuất vào cloroform giúp tăng cường màu sắc và phát hiện niken nhạy hơn. Mẫu sẽ được thêm chất tạo phức để loại bỏ ảnh hưởng từ coban, đồng và sắt. Bước sóng đo là 430 nm.

Vật tư tiêu hao và vật dụng thay thế

Thuốc thử cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bộ thuốc thử niken (50 lần thử), gồm:	—	—	2243500
Cloroform, ACS	30 mL	500 mL	1445849
Gối bột thuốc thử Nickel 1	1	25/gói	212368
Gối bột thuốc thử Nickel 2	1	25/gói	212468

Thiết bị cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Kềm cắt	1	cái	96800
Bông gòn thấm hút	1	100/gói	257201
Xy lanh chia vạch, 10 mL	1	cái	50838
Xy lanh chia vạch, 500 mL	1	cái	50849
Phễu chiết, 500 mL	1	cái	52049
Vòng đỡ, 4 inch	1	cái	58001
Ống nghiệm mẫu, 25 mL, ghép đôi, vuông 1 inch	2	2/bộ	2612602
Giá đỡ vòng, đế 5 x 8 inch	1	cái	56300

Tiêu chuẩn khuyến nghị

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

Thuốc thử và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Xy lanh trộn, có vạch chia, 25 mL	cái	189640
Ống hút định mức loại A, 15 mL	cái	1451539
Ống hút định mức loại A, 50 mL	cái	1451541
Bình định mức thủy tinh loại A, 500 mL	cái	1457449
Bình định mức thủy tinh loại A, 1000 mL	cái	1457453

Thuốc thử và dụng cụ tùy chọn (tiếp theo)

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bình định mức, 50 mL	cái	1457441
Bóng bơm pipet an toàn	cái	1465100
Dung dịch Axit Nitric, tỷ lệ 1:1	500 mL	254049
Dung dịch chuẩn Natri Hydroxide, 5.0 N	100 mL MDB	245032
Bình định lượng, loại A, 10 mL	cái	1451538
Nước tinh khiết, loại 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, 2010, 2012, 2014. All rights reserved.

03/2014, Edition 8