Bạc

DOC316.32.01134

Phương pháp đo màu **Phương pháp 8120**

0,02 đến 0,70 mg/L Ag **Gói bột thử**

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

Chuẩn bị kiểm tra

Thông tin thiết bị cụ thể

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình kiểm tra này. Bảng cũng thể hiện yêu cầu về ống nghiệm và cách đặt cho từng loại thiết bị cụ thể.

Để sử dụng bảng, chọn thiết bị rồi đọc ngang để tìm thông tin phù hợp với thử nghiệm này.

Bảng 1 Thông tin thiết bị cụ thể

Thiết bị	Hướng đặt ống nghiệm	Ô mẫu
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Vạch định mức nằm bên phải.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Vạch định mức hướng về phía người sử dụng.	

Trước khi bắt đầu

Đảm bảo ống trộn hoàn toàn khô trước khi tiến hành kiểm tra. Nếu gói bột thuốc thử Bạc 1 bị ẩm, bột sẽ không tan hết và màu sắc sẽ không phát triển đầy đủ.
Để kết quả chính xác, pH mẫu phải nằm trong khoảng 9–10. Không dùng máy đo pH để điều chỉnh vì đầu dò pH có thể làm nhiễm mẫu. Hướng dẫn điều chỉnh pH xem tại Xử lý mẫu ở trang 5.
Nếu mẫu thử có chứa chất gây nhiễu, hãy tiến hành phân hủy mẫu bằng nhiệt và axit. Tham khảo Các yếu tố gây nhiễu ở trang 4 và Phân hủy mẫu thử ở trang 5. Thiết lập thiết bị phân hủy trong tủ hút khí độc để hạn chế tiếp xúc với khí nguy hại.
Để có kết quả tối ưu, hãy đo giá trị trắng của thuốc thử đối với mỗi lô thuốc thử mới. Trong quy trình kiểm tra, thay mẫu thử bằng nước khử ion để xác định giá trị trắng. Sử dụng chức năng điều chỉnh giá trị trắng của thuốc thử để tự động trừ giá trị này khỏi kết quả mẫu.
Không sử dụng Ô Đổ Trực Tiếp hoặc module hút mẫu (với các thiết bị tương ứng) cho thử nghiệm này.
Hãy xem lại Bảng Dữ Liệu An Toàn Hóa Chất (MSDS/SDS) cho các hóa chất sử dụng. Sử dụng đầy đủ trang thiết bị bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.
Xử lý dung dịch đã phản ứng theo quy định của địa phương, tiểu bang và quốc gia. Tham khảo Bảng Dữ Liệu An Toàn Hóa Chất để biết cách xử lý thuốc thử chưa sử dụng. Đối với thông tin xử lý chi tiết, hãy liên hệ với bộ phận môi trường, sức khỏe, an toàn tại cơ sở của bạn hoặc cơ quan quản lý địa phương.

Vật dụng cần chuẩn bị

Mô tả	Số lượng
Gói bột thuốc thử Bạc 1	1
Gói dung dịch thuốc thử Bạc 2	1
Gói bột Natri Thiosunfat	1

Các vật dụng cần chuẩn bị (tiếp theo)

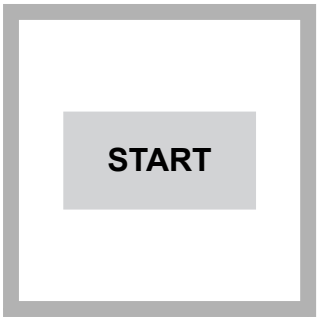
Mô tả	Số lượng
Ống trộn chia vạch, 50 mL, kèm nút đậy	1
Ống chia vạch, 50 mL	1
Kéo cắt gói nhựa	1
Ô chứa mẫu (Để biết thông tin về ô chứa mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, xem Thông tin thiết bị cụ thể trang 1.)	2

Xem thông tin về Vật tư tiêu hao và các mặt hàng thay thế ở trang 7 để biết cách đặt hàng.

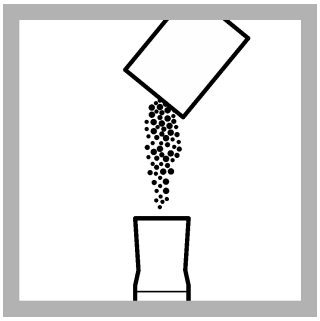
Thu thập và bảo quản mẫu

- 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 khoáng.
- Để bảo quản mẫu phân tích sau này, điều chỉnh pH mẫu xuống dưới 2 bằng axit nitric đậm đặc (khoảng 2 mL trên mỗi lít). Nếu mẫu có hạt lơ lửng, hoặc cần phân tích kim loại hòa tan, lọc mẫu qua màng lọc 0,45 µm trong quá trình lấy mẫu. Sau khi lọc, thêm axit. Nếu kiểm tra mẫu ngay lập tức 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 9–10 bằng dung dịch natri hidroxit 5 N. Không dùng máy đo pH để điều chỉnh vì đầu đo pH có thể làm nhiễm mẫu. Xem chi tiết tại Tiến trình xử lý mẫu ở trang 5.
- Hiệu chỉnh kết quả thử nghiệm theo lượng dung dịch đã thêm vào.

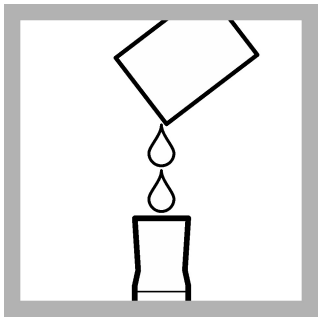
Quy trình kiểm tra



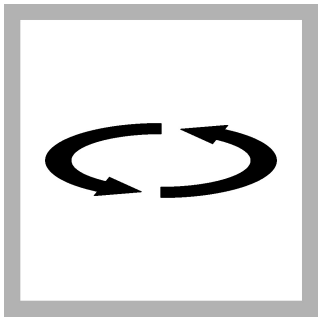
1. Khởi động chương trình **660 Bạc**. Để biết thông tin về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy tham khảo Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.



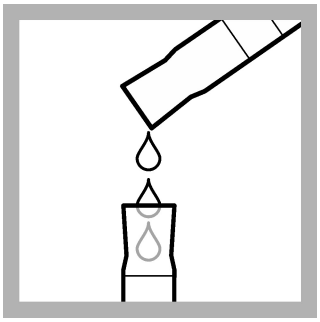
2. Thêm toàn bộ bột trong một gói Silver 1 vào ống trộn 50 mL khô. Nếu bột bị ướt, sẽ không tan hết và màu sắc sẽ không phát triển hoàn toàn.



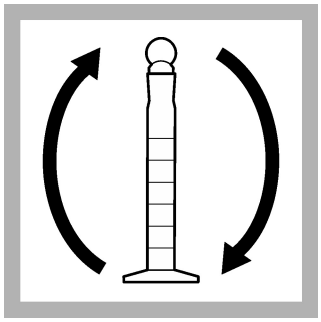
3. Thêm toàn bộ dung dịch Silver 2 từ gói vào ống trộn.



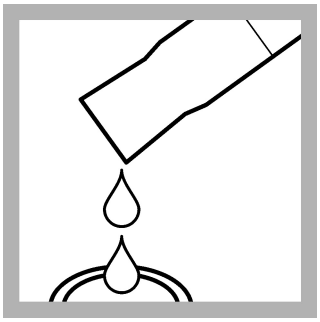
4. Đảo đều để hoà tan. Nếu còn bột khô vón cục khi đổ mẫu vào, bột sẽ không tan hết và màu sẽ không phát triển đầy đủ.



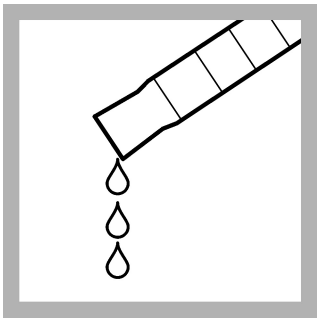
5. Nếu mẫu đã được bảo quản bằng axit, hãy đảm bảo độ pH của mẫu nằm trong khoảng 9–10. Dùng ống đong để lấy 50 mL mẫu cho vào bình trộn.



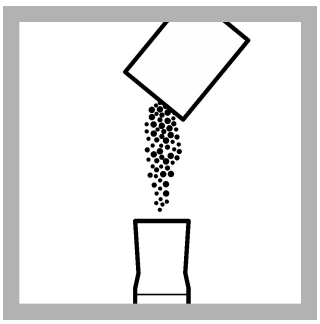
6. Đậy nút bình trộn và lắc đảo liên tục trong 1 phút.



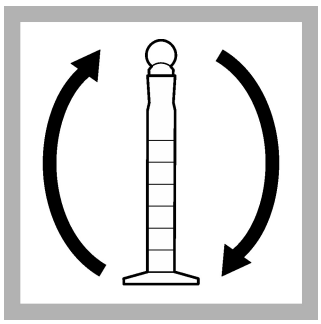
7. Chuẩn bị mẫu thử: Rót 10 mL dung dịch từ ống trộn vào một ống nghiệm mẫu.



8. Chuẩn bị mẫu trắng: Giữ lại 25 mL dung dịch trong ống trộn, loại bỏ phần còn lại.



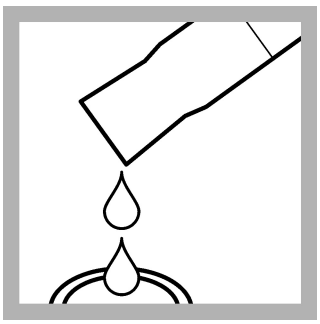
9. Thêm toàn bộ một gói bột thuốc thử Natri Thiosulfate vào phần dung dịch còn lại trong ống trộn. Đảm bảo chuẩn bị mẫu trắng cho từng mẫu thử.



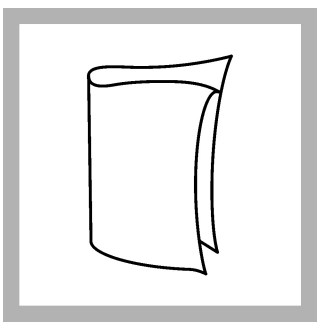
10. Đậy nắp bình trộn lại. Lắc đều bình vài lần để hòa tan dung dịch.



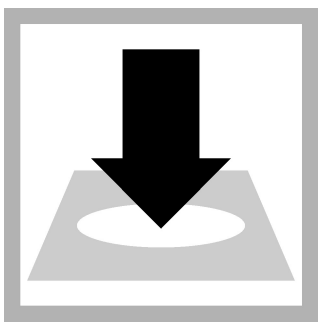
11. Khởi động đồng hồ bấm giờ của thiết bị. Thời gian phản ứng kéo dài 2 phút.



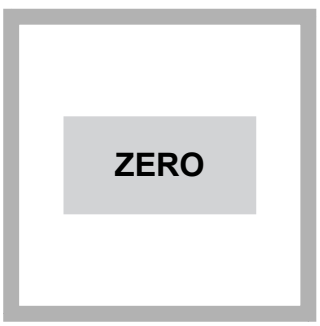
12. Rót 10 mL dung dịch từ bình trộn vào ống nghiệm thứ hai.



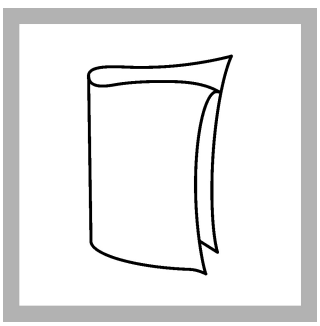
13. Khi hết thời gian, hãy vệ sinh ống mẫu trắng.



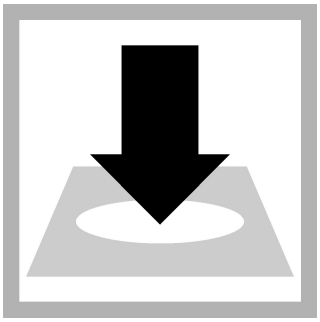
14. Đặt mẫu trắng vào giá giữ ống.



15. Nhấn **ZERO**. Màn hình sẽ hiển thị 0,00 mg/L Ag.



16. Lau sạch ống nghiệm mẫu đã chuẩn bị.



17. Đặt mẫu đã chuẩn bị vào giá đỡ cuvet.



18. Nhấn **READ**. Kết quả hiển thị theo mg/L Ag. Rửa sạch các cuvet ngay sau khi đo.

Các yếu tố gây nhiễu

Đã chuẩn bị các dung dịch chuẩn chứa khoảng 0,4 mg/L Ag với nồng độ khác nhau của các ion có khả năng gây nhiễu. Sau đó đo nồng độ bạc. Bảng 2 liệt kê các ion làm thay đổi nồng độ bạc trên mười phần trăm (±10%).

Bảng 2 Các chất gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Nhôm	Gây nhiễu âm khi vượt quá 30 mg/L
Amoniac	Gây nhiễu âm khi vượt quá 750 mg/L
Cadimi	Gây nhiễu âm khi vượt quá 15 mg/L
Canxi	Gây nhiễu dương khi vượt mức 600 mg/L
Clorua	Gây nhiễu âm khi vượt mức 19 mg/L
$Crôm^{6+}$	Gây nhiễu âm khi vượt mức 90 mg/L
Đồng	Gây nhiễu âm khi vượt mức 7 mg/L
Sắt	Gây nhiễu âm khi vượt quá 30 mg/L
Chì	Gây nhiễu âm khi vượt mức 13 mg/L
Mangan	Gây nhiễu âm khi vượt mức 19 mg/L
Magie	Gây nhiễu dương khi vượt mức 2000 mg/L
Thủy ngân	Gây nhiễu dương khi vượt mức 2 mg/L
Niken	Gây nhiễu âm khi vượt mức 19 mg/L
Kẽm	Gây nhiễu âm khi vượt quá 70 mg/L

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm chuẩn (tăng chuẩn mẫu)

Sử dụng phương pháp thêm chuẩn (với các thiết bị phù hợp) để xác nhận quy trình kiểm tra, hóa chất và thiết bị, cũng như phát hiện sự can nhiễu trong mẫu thử.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn bạc 1000 mg/L
- Bình định mức 100 mL, loại A
- Dụng cụ hút dung tích 5 mL, loại A và bóng hút
- Nước khử ion
- Dụng cụ hút TenSette, 0,1–1,0 mL và đầu hút Phương pháp so màu bạc (0,70 mg/L)

1. Chuẩn bị dung dịch chuẩn bạc 50,0 mg/L như sau:
   a. Dùng pipet lấy 5,00 mL dung dịch chuẩn bạc 1000 mg/L cho vào bình định mức 100 mL.
   b. Pha loãng đến vạch bằng nước khử ion rồi lắc đều. Chuẩn bị dung dịch này mỗi ngày.
2. Thực hiện quy trình kiểm tra để xác định nồng độ mẫu, sau đó giữ lại mẫu (chưa bổ sung) trong thiết bị.
3. Chọn mục Bổ sung chuẩn trong menu của thiết bị.
4. Chọn giá trị cho nồng độ chuẩn, thể tích mẫu và thể tích bổ sung chuẩn.
5. Chuẩn bị ba mẫu đã bổ sung chuẩn: dùng pipet TenSette để thêm lần lượt 0,1 mL, 0,2 mL và 0,3 mL dung dịch chuẩn đã pha vào ba phần mẫu tươi, mỗi phần 50 mL. Lắc đều.
6. Sử dụng quy trình kiểm tra để xác định nồng độ của từng mẫu đã được thêm chuẩn. Bắt đầu với mẫu có lượng chuẩn thêm nhỏ nhất. Đo từng mẫu đã thêm chuẩn bằng 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 dự kiến, hãy kiểm tra kỹ các thể tích mẫu và lượng chuẩn thêm để đảm bảo đo chính xác. Các thể tích và lượng chuẩn thêm cần phù hợp với lựa chọn trong menu thêm 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 chuẩn

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

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn bạc 1000 mg/L
- Bình định mức 1 L, loại A
- Pipet định mức 0,5 mL, loại A và bóng an toàn để hút pipet
- Nước khử ion

1. Chuẩn bị dung dịch chuẩn bạc 0,5 mg/L như sau:
   a. Dùng pipet lấy 0,5 mL dung dịch chuẩn bạc 1000 mg/L cho vào bình định mức.
   b. Thêm nước khử ion đến vạch, lắc đều. Dung dịch này cần được chuẩn bị mới mỗi ngày.
2. Áp dụng quy trình kiểm tra để xác định nồng độ dung dịch chuẩn vừa chuẩn bị.
3. So sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế.
   Lưu ý: *Có thể điều chỉnh hiệu chuẩn của máy bằng tùy chọn điều chỉnh chuẩn để thiết bị hiển thị đúng giá trị của dung dịch chuẩn. Việc hiệu chỉnh này sẽ áp dụng cho tất cả các kết quả kiểm tra. Điều chỉnh nhỏ này giúp tăng độ chính xác khi có sự biến động nhẹ của hóa chất hoặc thiết bị.*

Xử lý mẫu

⚠ CẢNH BÁO



Nguy cơ hít phải khí độc. Vận hành thiết bị trong tủ hút để tránh tiếp xúc với khí nguy hiểm.

⚠ LƯU Ý



Nguy cơ tiếp xúc hóa chất. Tuân thủ các quy trình an toàn trong phòng thí nghiệm và sử dụng đầy đủ trang bị bảo hộ cá nhân phù hợp với loại hóa chất sử dụng. Tham khảo bảng dữ liệu an toàn (MSDS/SDS) hiện tại để biết quy trình an toàn.

Nếu mẫu thử có chứa chất hữu cơ, thiosulfat hoặc xyanua, hãy tiến hành phân hủy mẫu trước khi phân tích. Nguồn gốc các hợp chất này có thể đến từ nước thải, bể mạ điện bạc hoặc dung dịch mạ bạc ban đầu.

Sử dụng Thiết bị phân hủy Digesdahl1 để phân hủy mẫu2. Tham khảo tài liệu hướng dẫn sử dụng Thiết bị phân hủy Digesdahl để biết thông tin vận hành và an toàn. Tuân thủ đầy đủ các biện pháp an toàn đã được hướng dẫn.

1. Tham khảo tài liệu hướng dẫn sử dụng Thiết bị phân hủy Digesdahl để tiến hành phân hủy mẫu. Áp dụng quy trình phân hủy dành cho dung dịch nước.
   Lưu ý: *Không dùng quá 25 mL mẫu cho mỗi lần phân hủy. Có thể phân hủy nhiều phần mẫu 25 mL liên tiếp để làm giàu mẫu loãng.*
   Lưu ý: *Việc phân hủy hoàn tất khi dịch sau phân hủy không còn màu hoặc màu sắc không đổi sau khi thêm hydrogen peroxide. Mẫu đã phân hủy hoàn toàn sẽ không tạo bọt.*
2. Sau khi mẫu đã được làm nguội, điều chỉnh pH của dịch phân hủy theo hướng dẫn dưới đây.
   a. Cho từ từ khoảng 25 mL nước khử ion vào bình phân hủy. Lắc nhẹ để trộn đều.
   b. Nhỏ 2 giọt dung dịch chỉ thị phenolphthalein 1 g/L.
   c. Nhỏ 2 giọt dung dịch chỉ thị thymolphthalein 1 g/L.
   d. Thêm natri hydroxit để điều chỉnh pH của dung dịch về mức 9–10. Bắt đầu với natri hydroxit 50%, sau đó dùng natri hydroxit 1 N khi màu dung dịch bắt đầu chuyển. Dung dịch sẽ chuyển sang màu hồng trong khoảng pH 9–10.
      Lưu ý: *Nếu dung dịch chuyển sang màu tím, nghĩa là pH quá cao. Thêm 1 giọt axit sulfuric và 2 giọt mỗi loại chỉ thị. Sau đó, tiến hành điều chỉnh pH lại với natri hydroxit.*
3. Pha loãng đến vạch định mức bằng nước khử ion và khuấy đều. ***Lưu ý:*** *Nếu dung dịch sau phân hủy bị đục, hãy lọc lấy phần dịch trong. Chuyển chính xác phần dịch lọc vào bình định mức 100 mL sạch. Pha loãng đến vạch định mức bằng nước khử ion và khuấy đều. Hiệu chỉnh kết quả nếu có sự pha loãng do dùng thể tích mẫu khác 100 mL.*
4. Sử dụng dung dịch đã pha loãng trong quy trình thử nghiệm. Nếu thể tích mẫu ban đầu nhỏ hơn 100 mL, cần hiệu chỉnh kết quả thử cho phù hợp với mức pha loãng.

Hiệu suất phương pháp

Dữ liệu hiệu suất phương pháp dưới đây được thu thập từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm, đo bằng máy quang phổ dưới điều kiện lý tưởng. Kết quả có thể khác nhau khi thực hiện trong các điều kiện thử nghiệm khác nhau.

Chương trình	Tiêu chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Sự thay đổi nồng độ khi giá trị Abs thay đổi 0,010
660	0,50 mg/L Ag	0,49–0,51 mg/L Ag	0,005 mg/L Ag

Tóm tắt phương pháp

Ion bạc trong môi trường kiềm phản ứng với cadion 2B tạo thành phức hợp chuyển từ xanh sang nâu đến đỏ tím. Natri thiosulfate được dùng làm chất làm mất màu cho mẫu trắng. Hóa chất Silver 1 và Silver 2 chứa chất đệm, chỉ thị và chất che. Không cần chiết hữu cơ và phương pháp này ít bị ảnh hưởng hơn phương pháp dithizone truyền thống. Bước sóng đo là 560 nm.

1 Việc bán Thiết bị phân hủy Digesdahl đã dừng lại do quy định về điện.
2 Nếu không có Thiết bị phân hủy Digesdahl, hãy dùng quy trình phân hủy của EPA cho kim loại tổng trong Mục 5 “Xử lý mẫu trước khi phân hủy” của Sổ tay Phân tích Nước (http://hach.com/wah). Ngoài ra, có thể tham khảo quy trình phân hủy của EPA cho kim loại tổng trong bài viết “Mẫu dùng cho máy phân tích kim loại tổng nên được phân hủy như thế nào?” trên Hach Support (http://support.hach.com).

Vật tư tiêu hao và sản phẩm thay thế

Hóa chất bắt buộc

Mô tả	Số lượng/Phép thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bộ hóa chất bạc (50 lần thử), bao gồm:	—	—	2296600
Gói bột hóa chất Bạc 1	1	50/gói	2293566
Gói dung dịch Bạc 2	1	50/gói	2293666
Gói bột natri thiosulfate	1	50/gói	2293766

Thiết bị cần thiết

Mô tả	Số lượng/Phép thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Kềm cắt cho gói nhựa	1	cái	96800
Xilanh trộn, có vạch chia, 50 mL, kèm nút thủy tinh	1	cái	189641
Xilanh chia độ, 50 mL, polycarbonate	1	cái	2117941

Tiêu chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch chuẩn bạc, 1000 mg/L Ag	100 mL	1461342

Thuốc thử và thiết bị tiêu hóa cần thiết

Mô tả	Số lượng/Phép thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Hydro Peroxide, 50%	20 mL	490 mL	2119649
Dung dịch chỉ thị Phenolphthalein, 1 g/L		15 mL SCDB	189736
Dung dịch Natri Hydroxit, 50%		500 mL	218049
Dung dịch Natri Hydroxit, 1.00 N		100 mL MDB	104532
Axit Sunfuric đậm đặc, tiêu chuẩn ACS	75 mL	2,5 L	97909
Dung dịch chỉ thị Thymolphthalein, 1 g/L		15 mL SCDB	2185336
Nước khử ion	khác nhau	4 L	27256
Đá sôi, cacbua silic	2–3 viên	500 g	2055734
Thiết bị phân hủy Digesdahl® , điện áp 115 VAC	1	cái	2313020
Thiết bị phân hủy Digesdahl® , điện áp 220 VAC	1	cái	2313021
Tấm chắn an toàn	1	cái	5003000

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Giá lọc, 25 mm, cho ống tiêm Luer	cái	246800
Màng lọc, 0,45 micron, 25 mm	100/bao	2514101
Bình định mức, loại A, 100 mL, thủy tinh	cái	1457442
Bình định mức, loại A, 1000 mL, thủy tinh	cái	1457453
Axit nitric, đậm đặc	500 mL	15249
Pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL	cái	1970001

Hóa chất và thiết bị tùy chọn (tiếp tục)

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bình định lượng, loại A, 0,5 mL	cái	1451534
Bình định lượng 5,00 mL	cái	1451537
Bóng an toàn dùng cho pipet	cái	1465100
Đầu pipet cho TenSette® , 0.1–1.0 mL	50 cái/gói	2185696
Dung dịch chuẩn Natri Hydroxit, 5.0 N	100 mL MDB	245032
Bơm tiêm, 10 cc, đầu Luer-Lock	cái	2202400
Nước đã 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, 2018. All rights reserved.

07/2018, Edition 9