



Thiết bị chưng cất

Tài liệu hướng dẫn sử dụng

Tháng 9 năm 2010, xuất bản lần thứ 4

MỤC LỤC

MÔ TẢ CHUNG.....	3
Giới thiệu	4
Bếp nung	4
Điều khiển vận hành và các chỉ báo	4
Lắp ráp.....	5
Bếp nung và thiết bị hỗ trợ.....	5
Thiết bị dành cho các mục đích chung.....	6
Thiết bị chưng cất Asen	7
Thiết bị chưng cất Cyanua.....	8
Sử dụng thiết bị chưng cất.....	9
Quy trình chưng cất Asen	9
Chuẩn bị dung dịch hấp thụ Asen	11
Kiểm tra độ chuẩn xác	11
Thuốc thử cần thiết.....	11
Thiết bị cần thiết	11
Thiết bị và thuốc thử tự chọn	12
Quy trình chưng cất Cyanua	13
Kiểm tra độ chính xác	16
Thuốc thử cần thiết.....	16
Thiết bị cần thiết	16
Các chất phản ứng và thiết bị tùy chọn.....	17
Quy trình phân tích Florua.....	18
Chuẩn bị dung dịch chưng cất Acid	19
Thuốc thử cần thiết.....	19
Thiết bị cần thiết	19
Thiết bị và thuốc thử tùy chọn.....	20
Chưng cất NITROGEN-AMMONIA cho phân tích so màu	21
Chuẩn bị kiểm Kali permanganate.	24

Chuẩn bị dung dịch Acid Sulfuric 0.04 N	24
Thuốc thử cần thiết.....	25
Thiết bị cần thiết	25
Hóa chất và thiết bị tùy chọn.....	26
Chưng cất NITROGEN-AMMONIA cho phương pháp điện cực chọn lọc ion (ISE)	27
Quy trình chưng cất Nitrogen-Ammonia	27
Chuẩn bị chất khử clo.....	30
Thuốc thử cần thiết.....	30
Thiết bị cần thiết	30
Thiết bị và hóa chất tùy chọn	30
Phương pháp chưng cất PHENOLS	31
Kiểm tra độ chuẩn xác	33
Thuốc thử yêu cầu.....	34
Thiết bị cần thiết	34
Dụng cụ và hóa chất tùy chọn	34
Quy trình chưng cất SELENIUM	35
Kiểm tra độ chuẩn xác	37
Thuốc thử yêu cầu.....	38
Thiết bị cần thiết	38
Thiết bị và hóa chất tùy chọn	39
Chưng cất ACID bay hơi	39
Thuốc thử cần thiết.....	41
Thiết bị cần thiết	41
Thiết bị và hóa chất tùy chọn	42
BỘ PHẬN THAY THẾ THIẾT BỊ CHƯNG CẤT	42

MÔ TẢ CHUNG

Giới thiệu

Thiết bị chưng cất Hach thích hợp cho nhiều nhu cầu chưng cất khác nhau. Thiết bị này thích hợp cho kiểm tra nước biển, nước và nước thải có yêu cầu chưng cất xử lý sơ bộ. Thiết bị dành cho các mục đích chung (General Purpose Apparatus), chưng cất để phục vụ cho các phân tích: nitơ anbumin, nitơ amoni, flo, phenol, selen và axit bay hơi.

Bên cạnh General Purpose Apparatus, để phân tích Asen đòi hỏi có thêm bộ thiết bị chưng cất Asen (Arsenic Distillation Apparatus) và Cyanua đòi hỏi có bộ thiết bị chưng cất Cyanua (Cyanide Distillation Apparatus Set). Tất cả các dụng cụ thủy tinh được sản xuất có bộ phận nối khóa ren để sử dụng dễ dàng và an toàn. Thiết bị hỗ trợ (Support Apparatus) và bếp nung dùng cho mục đích chung (General Purpose Heater) cung cấp dụng cụ thủy tinh giữ nhiệt và gia nhiệt hiệu quả.

Bếp nung

Bếp nung là một bộ phận riêng lẻ, vỏ ngoài 200 watt có thể điều chỉnh được nhiệt và tốc độ khác nhau, động cơ khuấy bằng nam châm từ tính hai chiều. Khối gia nhiệt có kích thước phù hợp với bình chưng cất 500 mL. Bộ phận điều khiển bao gồm một điều khiển nhiệt độ, một điều khiển tốc độ khuấy và công tắc điện. Đèn chỉ thị cho thấy khi nào các mạch gia nhiệt và mạch điện có điện. Các yêu cầu về dòng điện là 115 hoặc 230 Vac, 50-60 Hz, 200W.

Điều khiển vận hành và các chỉ báo

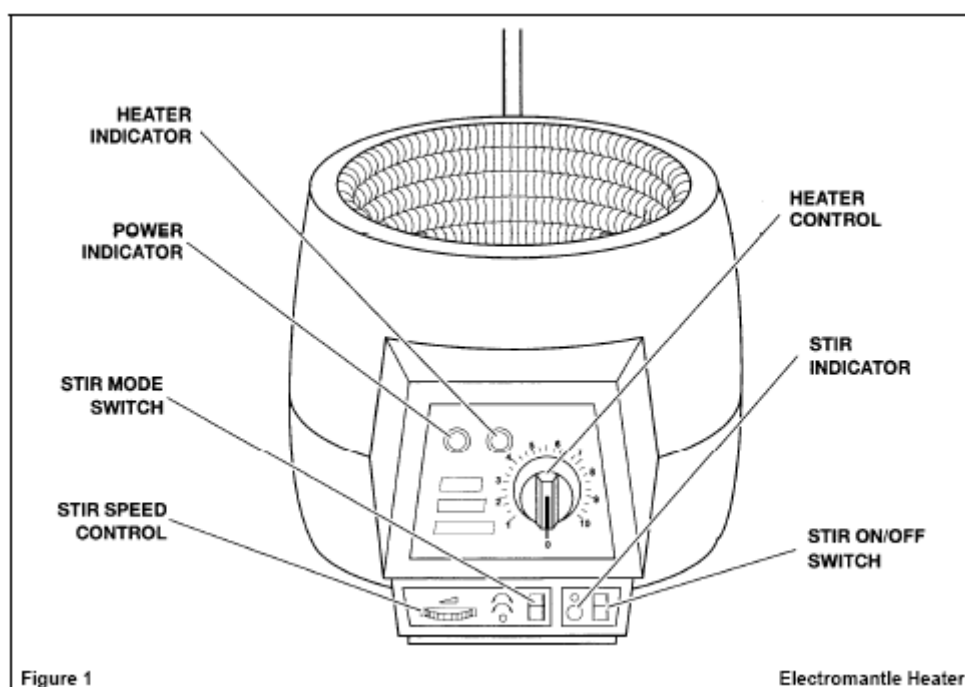
Hình 1 minh họa bộ phận gia nhiệt và bộ chỉ báo điều khiển. Mô tả chức năng của các phần điều khiển được nêu trong bảng 1.

Bảng 1. Các điều khiển và bộ chỉ báo

Tên	Chức năng
Bộ chỉ báo điện	Chỉ thị khi bếp nung được cắm điện
Bộ chỉ báo nhiệt	Chỉ thị khi mạch gia nhiệt được vận hành
Điều khiển tốc độ khuấy	Điều khiển tốc độ quay của thanh khuấy. Sự quay ngược chiều kim đồng hồ của núm điều khiển tăng theo tốc độ quay. Bộ chỉ báo điện phải mở để vận hành động cơ khuấy
Công tắc chế độ khuấy	Lựa chọn cho 3 chức năng: (Vị trí cao nhất) Hai chiều với thời gian lưu khoảng 20 giây (Vị trí ở giữa) một chiều lên tới khoảng 150 rpm (vòng/phút) (Vị trí thấp nhất) giữ bằng tay. Nếu hoạt động khuấy bị mất đi do sự quay quá mức, hãy giảm tốc độ quay và ấn công tắc chế độ khuấy đến vị trí này để giữ lại thanh khuấy trong trường từ
Bộ chỉ báo khuấy	Chỉ thị khi động cơ khuấy từ hoạt động

Công tắc mở/tắt khuấy	Bật hoặc tắt động cơ khuấy. Đèn khuấy sẽ sáng khi công tắc được bật
Điều chỉnh gia nhiệt	Điều khiển dòng điện cho bộ phận gia nhiệt. Vị trí tắt được đánh ở 0 và nhiệt độ tăng khi vặn nút điều chỉnh theo chiều ngược chiều kim đồng hồ tới 10. Bộ chỉ báo gia nhiệt sẽ sáng khi bộ phận gia nhiệt được bật và sẽ tắt khi đạt tới nhiệt độ lựa chọn.

Hình 1- Bếp nung



Chú thích:

Nút chỉ báo gia nhiệt: heater indicator

Nút chỉ báo điện: power indicator

Công tắc khuấy: stir mode switch

Điều khiển tốc độ khuấy: stir speed control

Điều khiển nhiệt độ: heat control

Nút chỉ báo khuấy: stir indicator

Công tắc khuấy bật/tắt: stir on/off switch

Lắp ráp

Bếp nung và thiết bị hỗ trợ

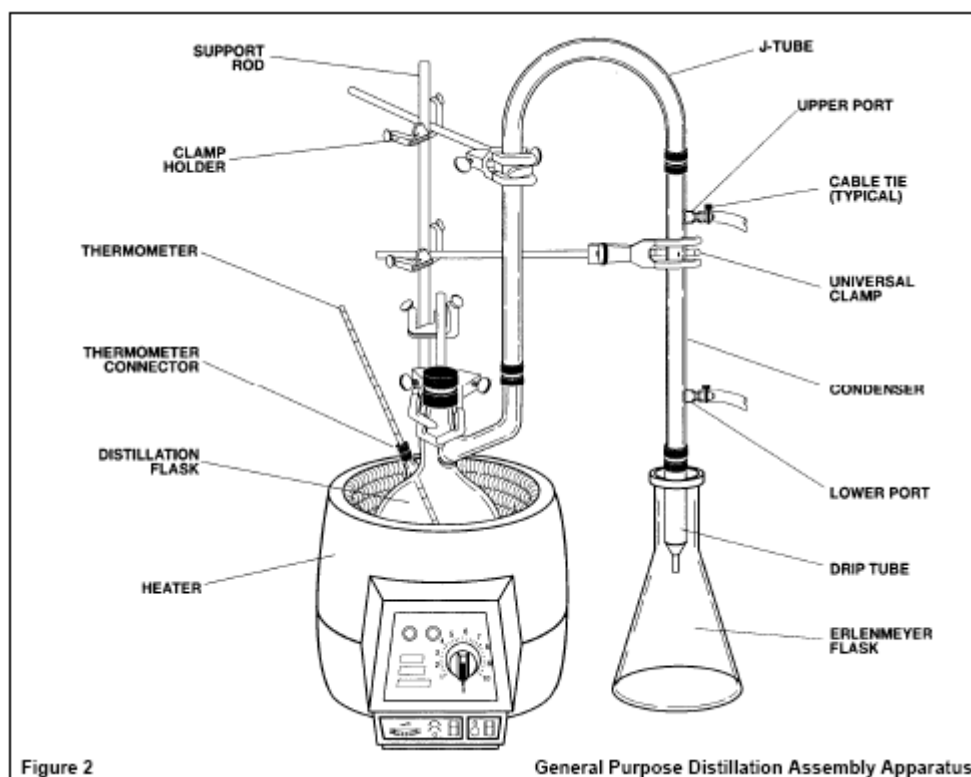
Bếp nung đi kèm với thanh chống, ba kẹp đa năng và ba giá đỡ kẹp. Thanh chống được gắn vào giá đỡ phía sau để bếp nung và được cố định bằng đinh vít vặn bằng tay. Giá đỡ kẹp và kẹp được đặt trên thanh đỡ để cố định dụng cụ chưng cất bằng thủy tinh.

Thiết bị dành cho các mục đích chung

Dụng cụ thủy tinh dùng cho mục đích chung được sử dụng để mọi chưng cất ngoại trừ asen và cyanua (cần có thêm dụng cụ thủy tinh phụ cho những test này).

1. Bếp nung đi kèm với thanh chống, ba kẹp đa năng và ba giá đỡ kẹp. Gắn thanh chống vào giá đỡ phía sau để bếp nung và cố định nó bằng đinh ốc vặn bằng tay.
2. Đặt giá đỡ kẹp lên thanh chống để cố định dụng cụ thủy tinh
3. Cách lắp ráp các bộ phận của dụng cụ thủy tinh dùng cho mục đích chung được minh họa trong hình 2
4. Lắp ráp bình ngưng để nước lạnh đi vào qua từ lỗ phía dưới và ra từ lỗ phía trên

Hình 2- Lắp ráp thiết bị chưng cất cho mục đích chung



Chú thích:

Thanh đỡ (support rod)

Giá đỡ đèn (clamp holder)

Nhiệt kế (thermometer)

Bộ nối nhiệt kế (thermometer connector)

Bình chưng cất (distillation flask)

Bếp nung (heater)

Ống hình J (J-tube)

Lỗ trên (upper port)

Dây siết (cable tie (typical))

Kẹp đa năng (universal clamp)

Bình ngưng (condenser)

Lỗ dưới (lower port)

Ống nhỏ giọt (drip tube)

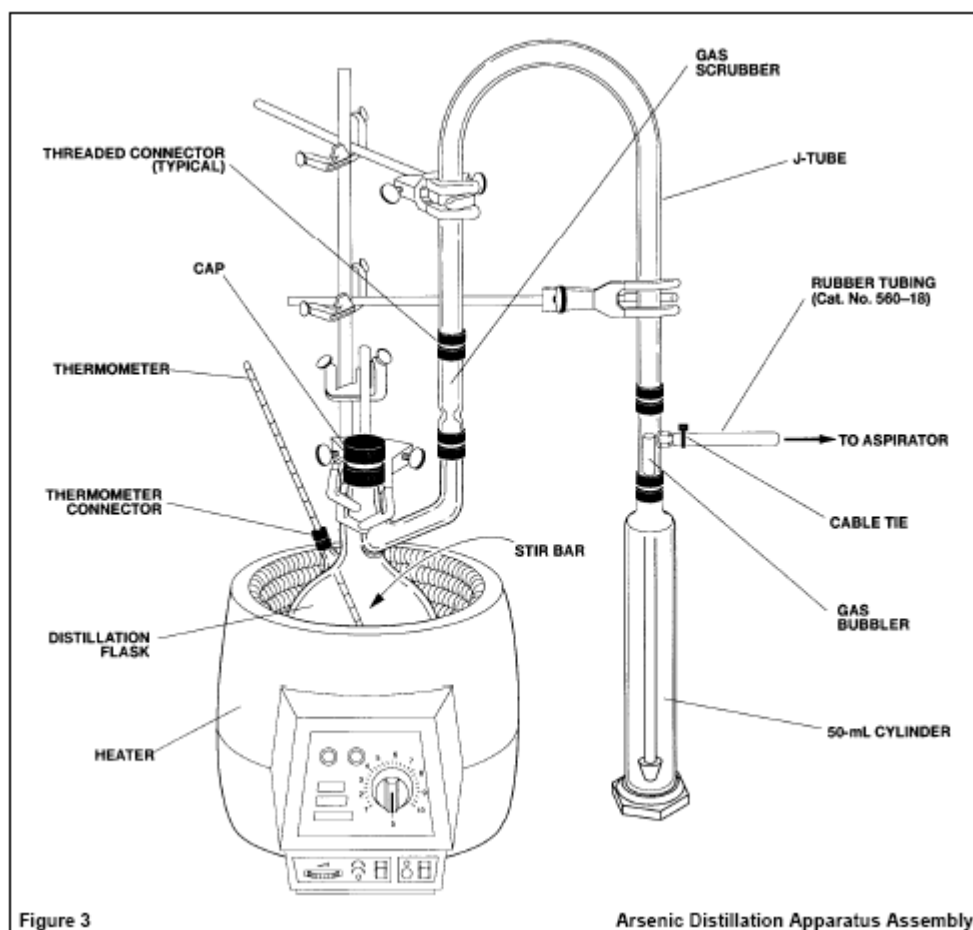
Bình erlen (erlenmeyer flask)

Thiết bị chưng cất Asen

Hình 3 minh họa thiết bị chưng cất lắp đặt cho Asen. Cách lắp ráp như minh họa, thực hiện theo các chỉ dẫn sau:

1. Hoàn thành bước 1 và bước 2 của quy trình lắp ráp thiết bị chưng cất cho mục đích chung.
2. Sử dụng bình chưng cất và ống chữ J từ thiết bị dùng cho mục đích chung, cùng với máy lọc khí, máy sục khí và xi-lanh từ thiết bị chưng cất Asen để lắp ráp dụng cụ thủy tinh như được minh họa trong hình 3.

Hình 3- Lắp ráp thiết bị chưng cất Asen



Chú thích:

Bộ phận nối có ren (threaded connector (typical))

Nắp (cap)

Nhiệt kế (thermometer)

Bộ nối nhiệt kế (thermometer connector)

Bình chưng cất (distillation flask)

Bếp nung (heater)

Máy lọc khí (gas scrubber)

Ống hình J (J-tube)

Ống cao su (rubber tubing (# 560 -18))

Để hút (to aspirator)

Dây siết (cable tie)

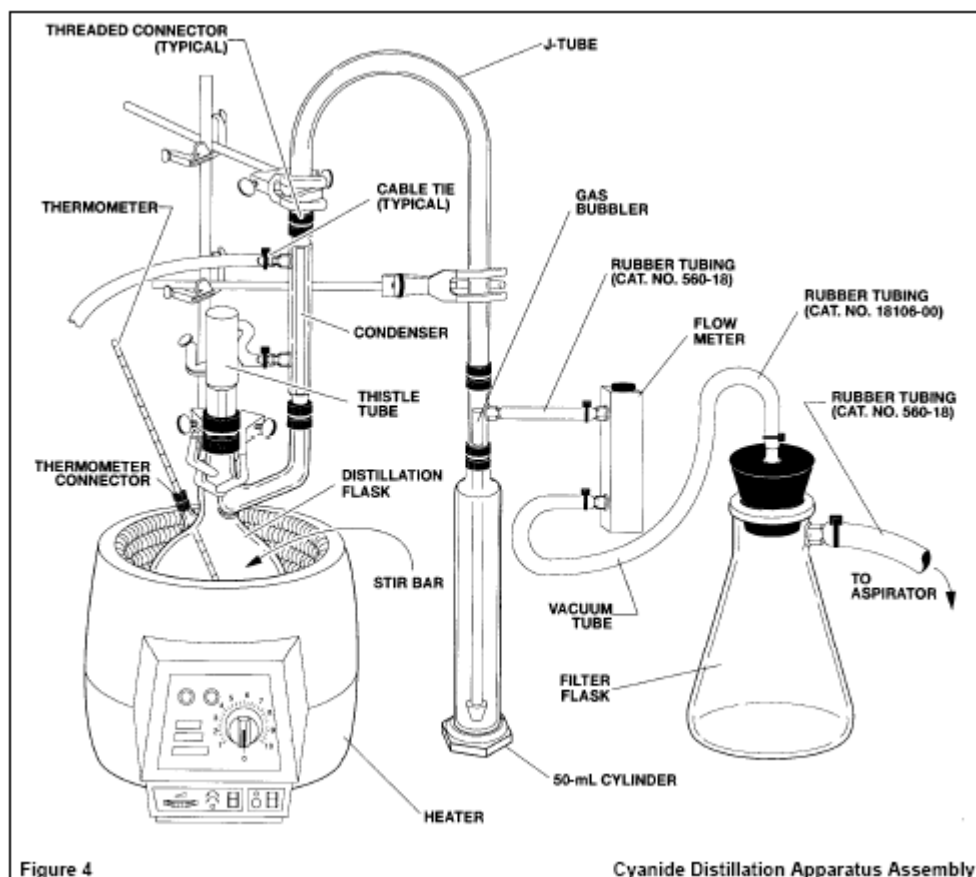
Máy sục khí (gas bubbler)

Thiết bị chưng cất Cyanua

Dụng cụ chưng cất lắp ráp cho Cyanua được thể hiện trong hình 4. Lắp ráp như minh họa, sử dụng các chỉ dẫn sau:

1. Hoàn thành bước 1 và 2 của quy trình lắp ráp các dụng cụ thủy tinh cho mục đích chung.
2. Sử dụng bình chưng cất, ống ngưng và ống tuýp chữ J từ dụng cụ dùng cho mục đích chung cùng với ống gạn bột, xy-lanh, lưu lượng kế, bình lọc và máy hút từ thiết bị chưng cất Cyanua để lắp ráp dụng cụ thủy tinh dùng cho Cyanua như minh họa trong hình.
3. Lắp ráp ống ngưng để nước lạnh vào thông qua lỗ phía dưới và ra ngoài qua ống phía trên. Cố định cả hai lỗ với dây buộc.
4. Máy hút yêu cầu một đai ốc kích thước bên trong 2/3 inch NPT. Adapter cho những bộ nối dạng ren có thể mua ở ngoài thị trường.
5. Cố định tất cả những chỗ nối bằng dây buộc trừ ở lỗ máy sục khí.

Hình 4- Lắp ráp thiết bị chưng cất Cyanua



Sử dụng thiết bị chưng cất

Đốt

Khi được sử dụng lần đầu, bề mặt của bếp nung sẽ bốc khói một chút bởi vì lớp vải phủ ngoài bị đốt cháy. Vật liệu sẽ trở nên phai màu và sau đó dần dần trở lại màu trắng. Nên đốt cháy vỏ ngoài trước khi gắn bất cứ dụng cụ thủy tinh nào để tránh làm gỉ các bình chứa.

Những lưu ý trong vận hành

Lau kỹ bình chưng cất để đảm bảo bình sạch và khô trước khi đặt vào ống. Đảm bảo đáy bình tiếp xúc tốt với bộ phận gia nhiệt. Quay nhẹ khi lắp đặt và tháo rời bình ra khỏi ống.

Nếu bị tràn, tắt bếp nung ngay lập tức và để nguội. Ống phải sạch và khô ráo trước khi sử dụng lại.

Quy trình chưng cất Asen¹



1. Chuẩn bị thiết bị chưng cất Asen như trong phần lắp ráp. Đặt một thanh khuấy vào bình chưng cất. Đặt nó vào trong tủ hút để thông các khói độc.



2. Thấm ướt một viên bi bằng bông bằng dung dịch chì acetat 10%. Đặt nó vào máy lọc khí, đảm bảo bông bịt kín dụng cụ thủy tinh.

Chú ý: dung dịch kẽm acetat 2N có thể được dùng để thay thế dung dịch chì acetat nếu kết quả không được sử



3. Đổ vào xi-lanh có chia độ 25 mL đến vạch 25mL với dung dịch hấp thu asen đã được chuẩn bị sẵn. Đổ dung dịch vào xi-lanh/ thiết bị sục khí của thiết bị chưng cất. Gắn bộ phận lắp ráp vào thiết bị chưng cất.

Chú ý: quan sát việc chuẩn bị dung dịch hấp



4. Đong 250 mL mẫu nước vào ống chia độ 250mL. Chuyển nó vào bình chưng cất đầy tròn.

Chú ý: để kiểm tra tính chính xác sử dụng chuẩn asen 0.12 mg (xem Kiểm tra tính chuẩn xác) thay cho mẫu.

¹ Được chấp nhận theo *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*

dụng với mục đích báo
cáo cho USEPA.

thụ arsen kèm theo các
bước này.



5. Bật công tắc điện
máy khuấy và đặt điều
khiển khuấy tới mức 5



6. Đong 25 mL axit
clohydric, ACS, trong
xy lanh chia độ 25 mL
và thêm nó vào bình
chưng cất



7. Dùng pipet lọc và
pipet huyết thanh 5 mL
thêm 1mL dung dịch
thiếc chloride vào bình
chưng cất



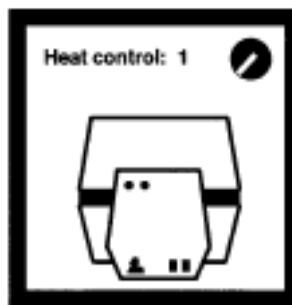
8. Thêm 3mL dung
dịch kali I-ốt vào bình.
Vặn chặt nút bình và
cho trộn đều trong
vòng 15 phút.



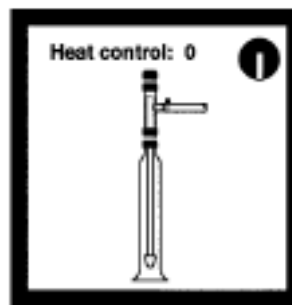
9. Sau 15 phút, cân
6.0 g bột kẽm 20 và
cho vào bình. Đóng
nắp bình ngay lập tức.



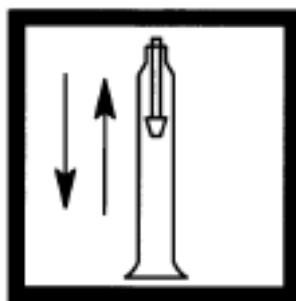
10. Bật điều khiển nhiệt
độ ở mức 3 và gia
nhiệt trong 15 phút.



11. Sau 15 phút, điều
chỉnh nhiệt độ về mức
1 và gia nhiệt hơn 15
phút.



12. Sau tổng cộng 30
phút gia nhiệt, tắt bếp
nung. Chuyển xy lanh/
thiết bị sục khí giống
như bộ phận của ống
nối hình chữ J



13. Rửa sạch thiết bị
sục khí bằng cách di



14. Đổ dung dịch hấp
thụ Asen đã phản ứng



15. Đổ đầy lọ đựng
mẫu sạch với dung

chuyển lên xuống bằng dung dịch hấp thụ Asen.

vào lọ đựng mẫu (mẫu chuẩn bị). Đóng nắp lại.

dịch hấp thụ Asen chưa phản ứng để sử dụng như là mẫu trắng. Bắt đầu đo màu với các chỉ dẫn từ máy đo màu hoặc máy đo quang phổ.

Chuẩn bị dung dịch hấp thụ Asen

1. Cân 1.00 g bạc dietyldithiocarbamate bằng cân phân tích.
2. Chuyển bạc dietyldithiocarbamate vào bình định mức 200 mL và pha loãng bằng pyridine. (chỉ sử dụng trong tủ hút thông gió tốt).
3. Trộn đều để hòa tan và bảo quản dung dịch hấp thụ Asen đã chuẩn bị trong bình hồ phách màu tối. Thuốc thử bền trong vòng một tháng nếu được bảo quản theo cách này.

Kiểm tra độ chuẩn xác

- a) Chuẩn bị 10.0 g/L dung dịch Asen chuẩn làm việc bằng cách pipet 1 ml dung dịch Asen chuẩn, 1000 mg/L- As, cho vào bình định mức 100 mL. Pha loãng với nước khử khoáng. Lắc đều.
- b) Chuẩn bị 0.12 mg/L Asen chuẩn bằng cách pipet 3.0 mL chuẩn làm việc vào bình định mức 250 mL. Pha loãng với nước khử khoáng, lắc đều.

Thuốc thử cần thiết

Mô tả	Mã hàng
Axit clohydric, ACS, 500mL	134-49
Dung dịch chì axetat, 10%, 100 m	14580-42
Dung dịch Kali I-ốt, 20%, 100 mL	14568-42
Pyridine, 500 mL	14469-49
Bạc dietyldithiocarbamate, 25 g	14476-24
Dung dịch thiếc cloric, 100 mL	14569-42
Chì, 20 mesh, ACS, 454 g	795-01

Thiết bị cần thiết

Cân, phân tích, công suất 80 g , SCien Tech, 0,1 mg	29367-01
---	----------

Bì, cotton, 100/pkg	2572-01
Lọ, màu hổ phách, 237 mL, 6/pkg	7144-41
Nắp đậy, polypropylene, 6/pkg	21667-06
Xy lanh, chia độ, 25 mL	508-40
Xy lanh, chia độ, 250 mL	508-46
Thiết bị chưng cất, phụ kiện Arsen	22654-00
Bình, đo thể tích, 200 mL	14574-45
Giấy, dùng để cân, 100 x 100 mm, 500/pkg	14738-85
Lọc pipet, ống an toàn	14561-00
Pipet, huyết thanh, 5 mL	523-37
Nắp bít, lõm, poly, trọng lượng 0.6/pkg	14480-00

Lựa chọn dựa trên điện áp có sẵn

Gia nhiệt thiết bị chưng cất, 115 V, 60 Hz	22744-00
Gia nhiệt thiết bị chưng cất, 230 V, 60 Hz	22744-02

Thiết bị và thuốc thử tự chọn

Dung dịch Arsen chuẩn, 1000 mg/L As	14571-42
Bình, đo thể tích, 100 mL	14574-42
Bình, đo thể tích, 200 mL	14574-45
Bình, đo thể tích, 250 mL	14574-46
Axit clohydric, ACS, 2.8 kg	134-06
Axit nitric, ACS, 500 mL	152-49
Dung dịch axit nitric, 1:1, 500 mL	2540-49
Dụng cụ đo pH, HQ40d	HQ40d53000000
Giấy pH, 1-11 đơn vị pH, 5 cuộn/pkg	391-33
Đầu dò pH, IntelliCAL, tiêu chuẩn, 1m dây	PHC10101
Pipet, đo thể tích, 1.00 mL, loại A	14515-35
Pipet, chia vạch, 3.00 mL, loại	14515-03
Phương pháp chuẩn trong kiểm tra nước và nước thải, phiên bản hiện hành	22708-00

Nước, khử khoáng, 4 L	272-53
Dung dịch kẽm axetat, 2 N, 100 mL	14703-32

Quy trình chưng cất Cyanua²



1. Lắp đặt thiết bị chưng cất Cyanua; chưa gắn ống thistle vào. Xem phần lắp ráp trước phần này để lắp ráp hợp lý. Lắp thanh khuấy vào bình chưng cất.



2. Mở nước và đảm bảo dòng chảy ổn định được duy trì trong bình ngưng.



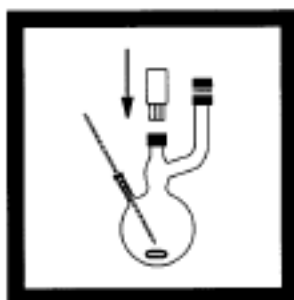
3. Tháo và đổ vào xy lạnh của thiết bị chưng cất 50 mL dung dịch chuẩn sodium hydroxide (NaOH) Lắp lại xy lạnh chưng cất vào thiết bị.



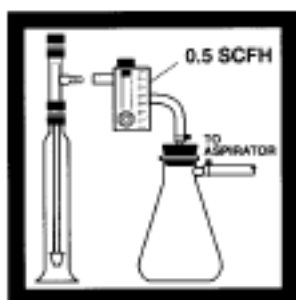
4. Đổ vào xy lạnh chia độ 250 mL sạch tới vạch 250 mL với mẫu và đổ vào trong bình chưng cất.

Chú ý: Để kiểm tra độ chính xác sử dụng dung dịch cyanua chuẩn 0.01 mg/L thay cho mẫu (xem phần Kiểm tra tính chuẩn xác)

² Được chấp nhận theo *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*



5. Gắn ống thistle vào bình



6. Sắp xếp hệ thống chân không như trong hình lắp ráp, nhưng không gắn ống chân không vào thiết bị sục khí. Mở nước vào máy hút để làm đầy dòng chảy và điều chỉnh lưu lượng kể đến 0.5 SCFH (feet³/h)



7. Nối hệ thống chân không với thiết bị sục khí, đảm bảo rằng dòng không khí được duy trì (kiểm tra lưu lượng kế) và không khí thổi từ ống thistle và thiết bị sục khí.



8. Bật công tắc điện và cài đặt điều khiển khuấy đến mức 5.

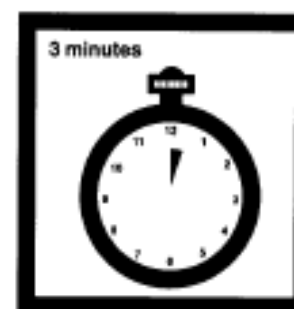
Chú ý: Ống kết nối lưu lượng kế phải cố định chặt bằng dây buộc.



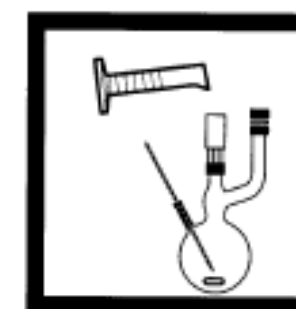
9. Sử dụng xy lanh chia vạch 50 mL, rót 50 mL dung dịch axit sunfuric chuẩn vào trong bình chưng cất thông qua ống thistle.



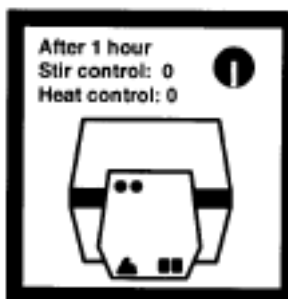
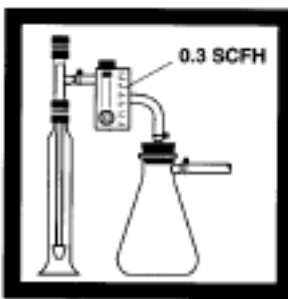
10. Dùng một bình nước rửa ống thistle bằng một lượng nhỏ nước khử khoáng.



11. Cho dung dịch trộn đều trong vòng 3 phút



12. Thêm 20 mL thuốc thử magie cloric vào bình thông qua ống thistle. Rửa ống thistle một lần nữa.



13. Trộn dung dịch nhiều hơn 3 phút.

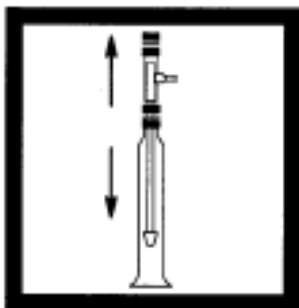
14. Kiểm tra dòng nước liên tục qua bình ngưng, sau đó bật điều khiển nhiệt độ đến 10.

15. Kiểm tra sự chưng cất ở điểm này là rất quan trọng. Ngay khi mẫu sôi, hạ thấp dần dòng không khí đến 0.3 SCFH. Nếu dung dịch chứa trong bình chưng cất chảy ngược qua ống thistle, tăng dòng khí bằng cách điều chỉnh lưu lượng kế cho đến khi dung dịch bên trong bình không chảy ngược nữa. Cho mẫu sôi trong vòng một giờ.

16. Sau một giờ, tắt máy gia nhiệt nhưng vẫn duy trì dòng không khí và dòng nước trong 15 phút. Duy trì dòng nước qua bình ngưng.



17. Sau 15 phút, tháo nút chặn cao su trên bình chân không 500 ml để tắt máy chân không. Ngắt dòng nước vào máy hút. Ngưng dòng nước trong bình ngưng.



18. Tháo bộ phận sục khí/ xy lanh ra khỏi thiết bị chưng cất. Tách bộ phận sục khí khỏi xy lanh.



19. Đổ dung dịch trong xy lanh vào bình erlen 250 mL.



20. Rửa bộ phận sục khí, xy lanh và ống nối hình chữ J bằng nước khử khoáng và rửa cả bình erlen.

Đổ vào bình tới vạch 200 mL nước đã khử khoáng và lắc nhẹ đều.



21. Thêm 3 giọt dung dịch chỉ thị phenolphthalein. Điều chỉnh pH của mẫu với dung dịch axit hydrochloric.



22. Dùng ống nhỏ giọt bằng nhựa, thêm từng giọt dung dịch axit clohidric cho đến khi dung dịch chuyển từ màu hồng sang không



23. Chuyển dung dịch trong bình vào bình định mức 250 mL. Pha loãng với nước khử khoáng. Nút chặn để hòa trộn. Mẫu bây giờ

màu

đã sẵn sàng để phân tích bằng phương pháp đo màu pyridine pyrazalone.

Chú ý: không dùng axit sunfuric để trung hòa mẫu.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp dung dịch chuẩn

Lời khuyên: Cyanua và dung dịch của nó, và hydro cyanide giải phóng bởi acid thì rất độc. Cả khí và dung dịch có thể hấp thụ qua da.

Đảm bảo tính chuẩn xác của phép kiểm tra, chuẩn bị những dung dịch chuẩn sau đây:

- Chuẩn bị dung dịch cyanua 100 mg/L dùng hàng tuần bằng cách hòa tan 0.2503 gram kali cyanide trong nước khử khoáng và pha loãng đến 1000 mL.
- Ngay trước khi sử dụng, chuẩn bị dung dịch cyanide làm việc 0.10 mg/L bằng cách pha loãng 1.00 mL dung dịch dự trữ đến 1000 mL bằng nước đã khử khoáng.

Thuốc thử cần thiết

Mô tả

Mã hàng

Dung dịch axit clohydric chuẩn.....	1418-32
Dung dịch magie cloric, 1000 mL	14762-53
Dung dịch natri hydroxic chuẩn, 0.25 N, 1 L	14763-53
Dung dịch axit sunfuric chuẩn, 19.2 N, 500 mL	2038-49
Nước, khử khoáng, 4 L	272-56
Dung dịch chỉ thị phenolptalein, 15 mL SCDB	1897-36

Thiết bị cần thiết

Lọ, rửa, 500 mL	620-11
Xy lanh, chia độ, 25 mL	508-40
Xy lanh, chia độ, 50 mL	508-41
Xy lanh, chia độ, 250 mL	508-46
Thiết bị chưng cất, kèm theo cyanide.....	22658-00

Gia nhiệt thiết bị chưng cất và thiết bị hỗ trợ, 115 V, 60 Hz.....	22744-00
Gia nhiệt thiết bị chưng cất và thiết bị hỗ trợ, 115 V, 60 Hz	22744-02
Bình, đo thể tích, loại A, 250 mL	14574-46
Bình, đáy rộng, 250 mL	505-46

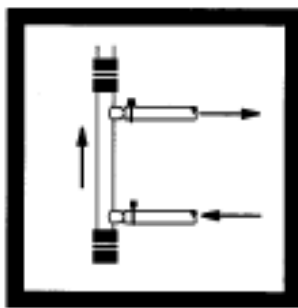
Các chất phản ứng và thiết bị tùy chọn

Cân, phân tích, công suất 80 g, Scean Tech, 0.1 mg	29367-01
Bình, đo thể tích, 1000 mL (cần 2 cái)	547-53
Pipet, chia độ, 1.00 mL	14515-35
Lọc pipet, bóng đèn an toàn.....	14651-00
Kali cyanide, ACS, 125g	767-14
Dung dịch natri hydroxide chuẩn, 5.0 N, 1 L.....	2450-53
Phương pháp chuẩn trong phân tích nước và nước thải, phiên bản hiện hành	22708-00
Vòng đỡ, 4”	580-01
Giá đỡ	563-00
Thiết bị bấm giờ, 3 kênh	23480-00

Quy trình phân tích Florua³



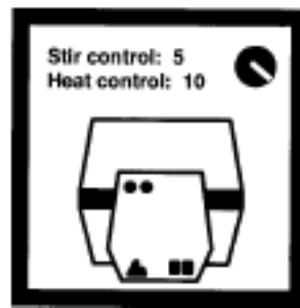
1. Lắp đặt thiết bị chưng cất cho mục đích chưng cất chung. Xem phần lắp ráp trước phần này để lắp ráp thích hợp. Sử dụng bình erlen 300ml để chứa sản phẩm chưng cất. Đặt một thanh khuấy vào bình chưng cất.



2. Mở nước và đảm bảo một dòng chảy ổn định được duy trì qua bình ngưng.



3. Đo 100 ml mẫu vào bình chưng cất bằng một xi lanh chia độ 100 ml. Thêm một thanh khuấy từ và 5 hạt thủy tinh.

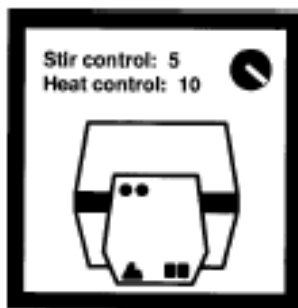


4. Bật công tắc bếp khuấy. Vận điều khiển khuấy đến mức 5.

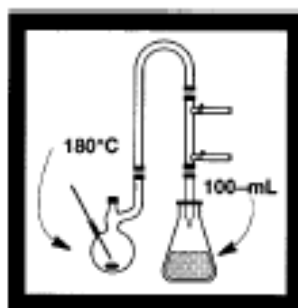
Chú ý: Kiểm tra độ chính xác bằng cách sử dụng dung dịch chuẩn Fluoride 1.0 mg/L (được liệt kê trong thuốc thử tùy chọn) thay cho mẫu.



5. Dùng xilanh chia độ 250 ml thêm cẩn thận 150 ml dung dịch chưng cất acid đã chuẩn bị vào bình. Đậy nắp bình.



6. Với nhiệt kế có sẵn, chỉnh điều khiển nhiệt đến 10. Đèn chỉ thị màu vàng cho biết bộ phận gia nhiệt đang hoạt động.



7. Khi nhiệt độ lên đến 180°C hoặc khi thu được 100 mL sản phẩm chưng cất, tắt thiết bị chưng cất (khoảng 1 giờ).



8. Pha loãng sản phẩm chưng cất tới 100 ml nếu cần thiết. Hiện nay, sản phẩm chưng cất có thể được phân tích bằng SPADNS hoặc bằng phương pháp điện cực chọn lọc ion fluoride.

*Chú ý: Xem phần chuẩn bị dung dịch chưng cất acid.
Chú ý: Khi mẫu chưng*

³ Được chấp nhận theo *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*

*cất có hàm lượng
Chloride cao, thêm 5
mg (0.005g) Bạc
Sulfate vào mẫu cho
mỗi 1 mg/L Chloride
trong mẫu.*

Chuẩn bị dung dịch chưng cất Acid

- 1) Sử dụng kính bảo hộ, gang tay và một xi lanh chia độ 250 mL, thêm 170 mL nước khử khoáng vào bình erlen 1000 mL.
- 2) Thêm một thanh khuấy vào bình và đặt lên một đĩa khuấy.
- 3) Dùng một xilanh chia độ 500 mL, thêm cẩn thận 330 mL của. Acid Sulfuric đậm đặc vào bình trong khi đang khuấy.

Lưu ý: Hỗn hợp sẽ trở nên nóng. Làm nguội hỗn hợp đến nhiệt độ phòng trước khi dùng nó trong bước 5 của quy trình chưng cất.

Thuốc thử cần thiết

Mô tả	Mã hàng
Sulfuric Acid, ACS, 2.5 L	979-09

Thiết bị cần thiết

Xi lanh, chia độ, 100 mL	508-42
Xi lanh, chia độ, 250 mL	508-46
Lò gia nhiệt chưng cất và thiết bị hỗ trợ, 115V, 50/60	Hz22744-00
Lò gia nhiệt chưng cất và thiết bị hỗ trợ, 230 V, 50/60 Hz	22744-02
Phụ kiện thiết bị chưng cất với mục đích chung	22653-00
Bình, erlen, 300 mL	14574-42
Bình, erlen r, 1000 mL	505-53
Hạt thủy tinh	2596-00
Gang tay, bền hóa học, cỡ 10	24101-05
Kính bảo hộ, an toàn, tiêu chuẩn	29279-02
Thanh khuấy, 8 cạnh	20953-51
Thìa khuấy, từ tính, 4.25 x 4.25", 120 volts	28812-00

Nhiệt kế, -20 đến 260°C (bao gồm bộ thiết bị hỗ trợ)	20959-26
Nước, khử khoáng, 4L	272-56

Thiết bị và thuốc thử tùy chọn

Cân, công suất phân tích 80g, ScienTech, 0.1 mg	29367-01
Gói phân tích Fluoride ISE	51928-10
Dung dịch chuẩn Fluoride, 1.0 mg/L F ⁻ , 500 mL	91-49
Dung dịch chuẩn Fluoride, 10 mg/L F ⁻ , 500 mL.....	359-49
Dụng cụ đo pH/ISE, session 1	51725-00
Pipet nhỏ giọt, bóng đèn an toàn.....	14651-00
Bạc sulfate, ACS, 113 g	334-14
Phương pháp chuẩn để kiểm tra nước và nước thải, phiên bản hiện hành	22708-00.

Chưng cất NITROGEN-AMMONIA cho phân tích so màu⁴

Sử dụng với phương pháp Nessler và phương pháp Salicylate



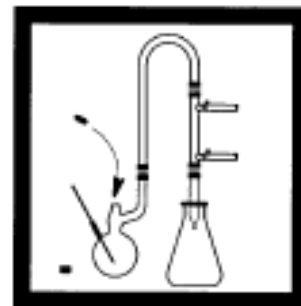
1. Đong 250 mL mẫu nước vào một xilanh chia độ 250 mL đã được làm sạch. Rót vào một cốc bêse 400 mL.



2. Đong 25 mL dung dịch đệm Morate vào một xilanh chia độ 25 mL, sau đó cho vào cốc bêse và lắc đều.



3. Đo pH của dung dịch với dụng cụ pH kế. Sử dụng một ống nhỏ giọt thêm từng giọt dung dịch chuẩn Sodium Hydroxide 1 N cho đến khi pH đạt giá trị 9.5.



4. Lắp đặt thiết bị chưng cất bằng cách lắp ráp các phụ kiện dùng cho mục đích chưng cất như trong hình 2 của phần lắp ráp. Đặt một thanh khuấy vào trong bình chưng cất.

Chú ý: để kiểm tra độ chính xác, sử dụng dung dịch chuẩn Ammonia Nitrogen 1.0 mg/L (được liệt kê trong thuốc thử tùy chọn) thay cho mẫu.

Chú ý: Nếu cần thiết, loại bỏ Chlorine còn dư bằng cách thêm 2 giọt dung dịch Sodium Asenite hoặc 1.0 mL dung dịch Sodium Thiosulfate cho mỗi mg/L của Cl₂.

Chú ý: Để chuẩn bị dung dịch Sodium Thiosulfate, hòa tan 3.5 g Sodium thiosulfate pentahydrate trong một lít nước cất. Chuẩn bị mới hàng tuần.

⁴ Được chấp nhận theo *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*



5. Rót dung dịch vào bình chưng cất sau đó đậy nắp bình lại.



6. Phương pháp Nessler: Sử dụng xilanh chia độ 25 mL, rót 25 mL nước cất vào bình đáy rộng 300 mL đã làm sạch. Tiếp tục bước 7.

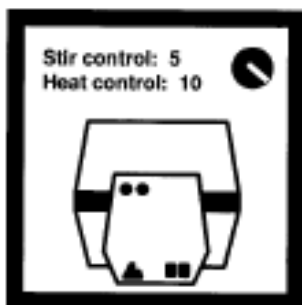
Phương pháp Salicylate: Thêm 25 mL dung dịch Sulfuric Acid vào một bình đáy rộng 300 mL. Tiếp tục bước 8. Xem chuẩn bị dung dịch Sulfuric Acid 0.04N.



7. Thêm một lượng chất đệm bột Boric Acid vào bình erlen. Lắc đều hỗn hợp.



8. Đặt bình dưới một ống nhỏ giọt. Nâng bình đến cuối ống nhỏ giọt kéo dài dưới mức dung dịch trong bình. Điều này đòi hỏi phải sử dụng thêm một giá đỡ trong phòng thí nghiệm.



9. Bật công tắc máy khuấy, chỉnh điều khiển khuấy đến mức 5. Cài đặt điều khiển lò nung đến mức 10. Mở nước và điều chỉnh nó thành một dòng chảy ổn định được duy trì qua bình ngưng.



10. Thu 150 mL sản phẩm chưng cất, sau đó tắt hệ thống gia nhiệt. Lập tức lấy bình erlen ra khỏi hệ thống. Sử dụng một xilanh chia độ 250 mL, đong sản phẩm chưng cất để đảm bảo 150 mL được lấy (tổng thể tích là 175 mL).

Chú ý: Bình được lấy ra ngay lập tức để sản phẩm chưng cất không bị kéo trở lại bình chưng cất bởi hút chân không, hoặc tháo nút



11. Đổ lại sản phẩm chưng cất vào bình erlen. Điều chỉnh pH của sản phẩm chưng cất đến 7 bằng cách thêm nhỏ giọt dung dịch chuẩn Sodium Hydroxide 1N. Đo độ pH với pH kế.



12. Đổ sản phẩm chưng cất vào định mức 250 mL. Rửa sạch bình erlen bằng nước cất và rửa thêm bình định mức. Pha loãng đến vạch định mức. Đóng lại và hòa tan bằng cách lắc đều. Sản phẩm chưng cất đã sẵn sàng để phân tích. Nếu albuminoid nitrogen không được xác định, phần còn lại của dung dịch trong bình chưng cất có thể bị loại bỏ. Nếu albuminoid nitrogen

thủy tinh nhỏ trong
nhiệt kế để loại bỏ
chân không.

được xác định, tiếp tục
thực hiện bước 13.

Albuminoid Nitrogen (Chỉ dành cho phương pháp Nessler)



13. Chuẩn bị thuốc thử kiềm Kali permanganat bằng cách làm theo hướng dẫn chuẩn bị Kali permanganat kèm theo các bước này.



14. Làm mát bình chưng cất, sau đó thêm 125 mL nước khử khoáng.



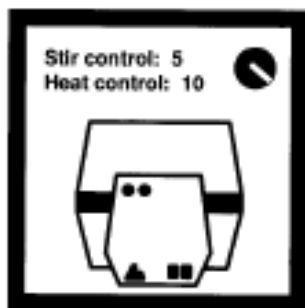
15. Sử dụng xilanh chia độ, thêm 25 mL kiềm Kali permanganat vào bình. Đậy nắp.



16. Sử dụng một xilanh chia độ, thêm 25 mL nước cất vào một bình Erlen 300 mL đã được làm sạch. Thêm một lượng dung dịch đệm Acid Boric. Sau đó trộn đều bằng cách lắc.



17. Đặt bình dưới một ống nhỏ giọt. Nâng bình để phần cuối ống nhỏ giọt kéo dài thấp hơn mức dung dịch trong bình.



18. Bật công tắc bếp khuấy. Cài đặt điều khiển khuấy đến mức 5. Điều chỉnh nhiệt độ đến mức 10. Đảm bảo một dòng chảy liên tục được duy trì qua bình ngưng.



19. Thu 125 mL sản phẩm chưng cất, sau đó tắt thiết bị chưng cất. Ngay lập tức lấy bình erlen ra. Sử dụng một xilanh chia độ, đong sản phẩm chưng cất để đảm bảo lấy được 125 mL (tổng thể tích là 150 mL).



20. Đổ lại sản phẩm chưng cất vào bình Erlen. Điều chỉnh pH của sản phẩm chưng cất đến 7 bằng cách thêm nhỏ giọt dung dịch chuẩn Sodium Hydroxide 1N. Đo độ pH với pH kế.



21. Đổ sản phẩm chưng cất vào bình định mức 250 mL. Rửa sạch bình Erlen bằng nước khử khoáng và rửa thêm bình định mức. Pha loãng đến vạch định mức bằng nước khử khoáng. Sản phẩm chưng cất đã sẵn sàng để phân tích Albuminoid nitrogen bằng phương pháp Nessler.

Chuẩn bị kiểm Kali permanganate.

1. Cân 8 g Kali permanganate và đổ vào một cốc thủy tinh 2 lít. Thêm khoảng 500 mL nước tự do Ammonia. Trộn cho đến khi các tinh thể hòa tan.
2. Cân 144 g bột Sodium Hydroxide cho vào cốc thủy tinh. Thêm nước tự do Ammonia cho đến khi dung tích đạt 1250 ml và sau đó lắc đều.
3. Khi Sodium hydroxide được hòa tan, làm nóng dung dịch đến nhiệt độ sôi bằng một bếp nung và cô đặc nó đến khoảng 1 lít. Cất giữ thuốc thử trong một chai thủy tinh tối màu sau khi được làm nguội.
4. Lặp lại quy trình Albuminoid nitrogen với 250 mL nước cất mỗi lần thuốc thử được chuẩn bị. Phân tích sản phẩm chưng cất bằng phương pháp Nessler để xác định giá trị của mẫu trắng. Trừ giá trị này từ mỗi phép đo mẫu.

Chuẩn bị dung dịch Acid Sulfuric 0.04 N

1. Pha loãng 1.0 mL dung dịch acid sulfuric đậm đặc đến 1 lít trong bình định mức 1 lít.
2. Dừng lại và lắc đều.

Thuốc thử cần thiết

Mô tả	Mã hàng
Dung dịch đệm Borate, 1000 mL	14709-53
Đệm Acid Boric dạng bột, 100/pkg.	14817-99
Hoặc	
Acid Sulfuric đậm đặc, 36N, 500 mL	979-49
Kali Permanganate, ACS, 454 g	168-01
Dung dịch Sodium Hydroxide, 1N, 100 mL.	1045-32
Dung dịch Sodium Hydroxide, 5N, 100 mL.	2450-32
Viên Sodium Hydroxide, 500 g	187-34
Nước , khử khoáng, 4 lít.	272-56

Thiết bị cần thiết

Cốc bễ, 400 mL	500-48
Chai, thủy tinh, hồ phách, 1000 mL, 6/pkg	7144-63
Xilanh, chia độ, 25 mL	508-40
Xilanh, chia độ, 250 mL	508-46
Thiết bị chưng cất, phụ kiện mục đích chung..	22653-00
Lò chưng cất và thiết bị hỗ trợ, 115 V.	22744-00
Lò chưng cất và thiết bị hỗ trợ, 230 V.	22744-02
Ống nhỏ giọt, plastic, vạch 0.5 và 1 mL, 20/pkg	21247-20
Bình, định mức, loại A, 250 mL	14574-46
Bình, định mức, loại A, 1000 mL	14574-53
Bình, Erlen, 300 mL	505-46
Bếp nung, 120 V, 50/60 Hz	12067-01
pH kế, HQ40d.	HQ40d53000000
Đầu dò pH, Intellical, tiêu chuẩn, 1 mét dây cáp	PHC10101
Pipet nhỏ giọt, bóng đèn an toàn	14651-00
Pipet, đo thể tích, 1.0 mL.	14515-35
Phương pháp chuẩn để kiểm tra nước và nước thải, phiên bản hiện hành.	22708-00

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Giá đỡ, phòng thí nghiệm, nền.	22743-00
Dung dịch chuẩn Nitrogen Ammonia, 1.0 mg/L như N, 500 mL.....	891-49
Dung dịch Sodium Asenite, 5g/L, 100 mL MDB.....	1047-32
Sodium Thiosulfate, Pentahydrate, ACS, 454 g	460-01

Chưng cất NITROGEN-AMMONIA cho phương pháp điện cực chọn lọc ion (ISE)

Sử dụng điện cực chọn lọc ion Ammonia của Hach.

Chưng cất có thể được sử dụng thay cho phụ kiện khe khí trong những mẫu có chứa chất tẩy rửa hoặc acid béo. Quy trình này là sự điều chỉnh của quy trình chưng cất được trình bày trong lần xuất bản thứ 17 của Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. Dung tích thuốc thử giảm một nửa trong phương pháp thích nghi. Đối với chưng cất, một thiết bị borosilicate, chẳng hạn như thiết bị chưng cất của Hach (số Cat. 22653-00) phải được sử dụng.

Quy trình chưng cất Nitrogen-Ammonia⁵



1. Lắp đặt thiết bị chưng cất bằng cách lắp ráp các phụ kiện cho mục đích chưng cất như trong hình 2 của phần lắp ráp. Đặt một thanh cá từ vào trong bình chưng cất.



2. Thêm 250 mL dung dịch tự do Ammonia và 10 mL đệm Borate vào cốc bêse 400 mL.



3. Đo pH của dung dịch bằng pH kế. Sử dụng một ống nhỏ giọt, thêm từng giọt dung dịch Sodium Hydroxide (NaOH) cho đến khi pH đạt đến 9.5.



4. Đổ dung dịch vào bình chưng cất. Đậy nắp bình chưng cất.



⁵ Được chấp nhận theo Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.

5. Bật bếp nung và chỉnh điều khiển nhiệt đến 10. Gia nhiệt bình và chưng thiết bị cho đến khi sự chưng cất không còn dấu vết của Amonia. Kiểm tra với Amonia ISE để chắc chắn rằng Ammonia đã biến mất.

6. Tắt bếp nung khi thực hiện xong việc chưng cất.

7. Thu 250 mL mẫu vào một xilanh chia độ 500 mL trộn đều. Thêm 0.5 mL chất khử clo cho mỗi mg/L Cl_2 trong 250 mL mẫu nếu cần thiết. Nấp lại và đảo lắc đều.

Chú ý: Xem phần cuối phương pháp chuẩn bị chất khử clo.

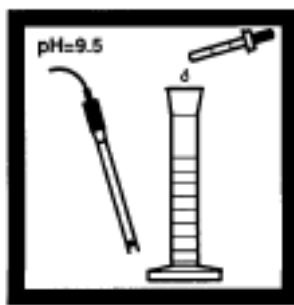
Chú ý: Kiểm chứng độ chính xác bằng cách sử dụng dung dịch chuẩn Ammonia Nitrogen 1.0 mg/L (được liệt kê trong thuốc thử tùy chọn) thay cho mẫu.

8. Đo pH của dung dịch bằng pH kế. Dùng một ống nhỏ giọt thêm một giọt dung dịch Sodium hydroxide 1N hoặc từng giọt acid sulfuric cho đến khi pH bằng 7.

Chú ý: Đậy nắp đều đặn và đảo ngược xilanh vài lần để đảm bảo trộn đều khi điều chỉnh pH.



9. Đo 12.5 mL dung dịch đệm Borate trong một xilanh chia độ. Thêm đều đặn dung dịch đệm vào dung dịch trong xilanh. Dừng lại và đảo ngược dung dịch để trộn đều.



10. Đo pH của dung dịch với pH kế. Sử dụng một ống nhỏ giọt, thêm nhỏ giọt dung dịch Sodium hydroxide cho đến khi pH đạt giá trị 9.5.

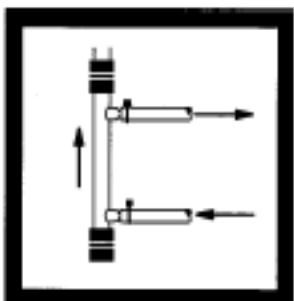
Chú ý: Đậy nắp và đảo ngược xilanh vài lần để lắc đều khi điều chỉnh pH.



11. Chuyển mẫu đến một cái bình chưng cất bằng cách sử dụng một cái phễu.



12. Đo 25 mL dung dịch acid sulfuric 0.04N bằng một xilanh chia độ. Đổ dung dịch này vào một bình Erlen tiếp nhận (đi kèm với thiết bị chưng cất).



13. Đặt đầu của ống phân phối dưới bề mặt của dung dịch acid sulfuric 0.04N trong bình tiếp nhận.

Chú ý: Sử dụng một giá đỡ phòng thí nghiệm hoặc là các dụng cụ tương tự để nâng bình lên.

14. Mở nước vào cột chưng cất và điều chỉnh nó sao cho dòng chảy liên tục thông qua bình ngưng được duy trì.

15. Mở bếp nung và chỉnh điều khiển nhiệt đến mức 10. Đảm bảo rằng điều khiển khuấy vẫn ở mức 5.

16. Chưng cất mẫu với tốc độ 6 – 10 mL/phút. Cần đảm bảo rằng đầu của ống phân phối nằm dưới bề mặt của dung dịch acid sulfuric 0.04N trong bình Erlen.



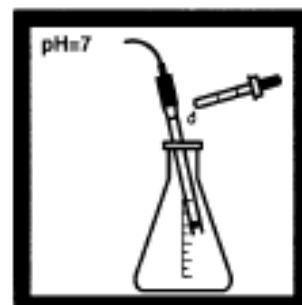
17. Chưng cất cho đến khi có ít nhất 100 mL của sản phẩm chưng cất được thu hoặc cho đến khi có ít nhất 125 mL tổng thể tích trong bình tiếp nhận.



18. Hạ thấp bình định mức ra khỏi ống phân phối. Ngay lập tức phủ bình bằng parafilm hoặc bằng một cái nắp để ngăn chặn sự nhiễm bẩn từ không khí.



19. Đặt một cốc bệse 100 mL dưới ống phân phối. Tiếp tục chưng cất trong 1-2 phút để làm sạch ống định lượng và ống phân phối. Sau đó tắt bếp nung.



20. Đo pH của dung dịch với pH kế. Dùng ống nhỏ giọt thêm nhỏ giọt dung dịch Sodium hydroxide 1N cho đến khi pH đạt đến giá trị 7.



21. Chuyển mẫu chưng cất vào một cái bình sạch có thể tích 250 mL. Rửa sạch bình Erlen tiếp nhận với dung dịch nước Ammonia tự do và tráng lại toàn bộ thể tích bình. Pha loãng



22. Tiến hành với phương pháp phân tích Ammonia ISE thích hợp.

đến vạch định mức
với dung dịch nước
ammonia tự do.

Chuẩn bị chất khử clo

Hòa tan 3.5 grams sodium thiosulfate (pentahydrate) trong 1 lít dung dịch nước ammonia tự do.
Chuẩn bị mới hàng tuần.

Thuốc thử cần thiết

Mô tả	Mã hàng
Dung dịch đệm Borate, 1000 mL	14709-53
Sodium hydroxide, 6N, 1L..	23324-53
Sodium hydroxide, 6N, 100mL MDB.	1045-32
Sodium thiosulfate, pentahydrate, ACS, 454g	460-01
Acis sulfite, 1N, 1000 mL	1270-53
Acis sulfite, 0.04N, 500 mL..	23393-49
Nước, khử khoáng, 4L	272-56

Thiết bị cần thiết

Cốc bễ, 100 mL	500-42
Cốc bễ, 400 mL	500-48
Xilanh, chia độ, 25 mL.....	508-40
Xilanh, chia độ, trộn, 500 mL.....	26363-49
Thiết bị chưng cất, mục đích chung	22653-00
Bình, đo thể tích, 250 mL, Nalge..	14060-46
Phễu, 65 mm.....	1083-67

Thiết bị và hóa chất tùy chọn

Gói phân tích ammonia ISE.	23487-00
---------------------------------	----------

Giá đỡ, phòng thí nghiệm, bộ giá đỡ	22743-00
Đồng hồ đo pH/ISE độ nhạy 2	5172511
Phương pháp chuẩn để kiểm tra nước và nước thải, phiên bản hiện hành	22708-00
Dung dịch chuẩn Nitrogen Ammonia, 1.0 mg/L như N, 500 mL	1891-49

Phương pháp chưng cất PHENOLS⁶

⁶ Được chấp nhận theo *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*.



1. Cài đặt thiết bị chưng cất mục đích chưng được minh họa trong phần lắp ráp. Dùng bình Erlen 500 mL để thu sản phẩm chưng cất. Có thể cần thiết nâng bình Erlen bằng một giá đỡ phòng thí nghiệm.



2. Đặt một thanh khuấy vào bình chưng cất

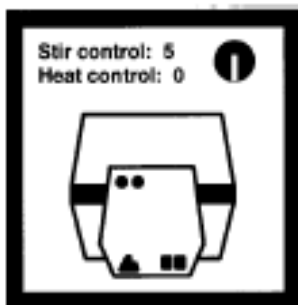


3. Đong 300 mL mẫu nước bằng một xilanh chia độ 500 mL sạch. Sau đó rót nó vào bình chưng cất.



4. Dùng một pipet huyết thanh để thêm 1 mL dung dịch chỉ thị Methyl cam vào bình chưng cất.

Chú ý: Để kiểm chứng độ chính xác, sử dụng dung dịch chuẩn Phenol 0.10 mg/L (Xem kiểm tra độ chính xác) thay cho mẫu.



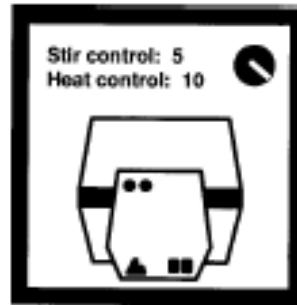
5. Bật công tắc bếp khuấy. Cài đặt máy khuấy ở mức 5.



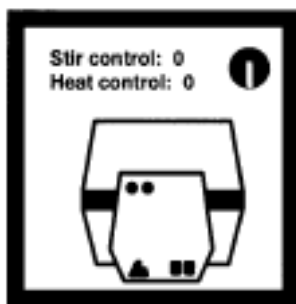
6. Thêm từng giọt dung dịch Acid Phosphoric 10% cho đến khi chất chỉ thị đổi từ màu vàng sang màu cam.



7. Thêm một lượng chất đệm bột Đồng sulfate và để cho hòa tan (bỏ qua bước này nếu như đồng sulfate được sử dụng để bảo quản mẫu. Đậy nắp bình định mức.



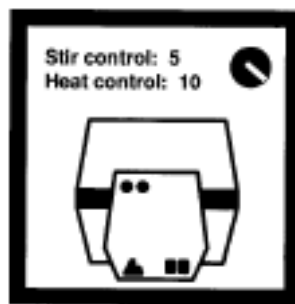
8. Mở nước và điều chỉnh để duy trì dòng chảy ổn định qua bình ngưng. Cài đặt điều khiển nhiệt đến mức 10.



9. Thu 275 mL sản phẩm chưng cất vào bình Erlen, sau đó tắt thiết bị chưng cất.



10. Đổ vào xilanh chia độ 25 mL đến vạch 25 mL với nước khử khoáng. Thêm nước vào bình chưng cất.



11. Bật thiết bị hoạt động trở lại. Gia nhiệt cho đến khi có 25 mL sản phẩm chưng cất thu được.



12. Sử dụng một xilanh sạch chia độ, đo lại sản phẩm chưng cất để đảm bảo có 300 mL được thu. Sản phẩm chưng cất bây giờ đã sẵn sàng để phân tích bằng phương pháp 4-Amino-antipyrine.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp dung dịch chuẩn

Kiểm tra độ chính xác của việc chưng cất bằng việc thực hiện chưng cất sử dụng một dung dịch chuẩn phenol thay cho mẫu.

Chuẩn bị 0.10 mg/L dung dịch phenol theo các bước sau:

- Cân 1.00g phenol, ACS. Chuyển vào bình định mức 1 lít. Pha loãng đến mức nước khử khoáng đã đun sôi và làm nguội. Đây là một dung dịch dự trữ 1 g/L
- Chuyển 1 mL của dung dịch dự trữ 1 g/l vào bình định mức 100 mL. Pha loãng đến vạch bằng nước khử khoáng. Đây là dung dịch làm việc 10 mg/L.
- Chuẩn bị một dung dịch chuẩn 0.10 mg/L bằng cách pipet 5.0 mL của dung dịch làm việc 10mg/L vào bình định mức 500 mL. Pha loãng đến vạch định mức bằng nước khử ion.

Thuốc thử yêu cầu

Mô tả	Mã hàng
Bột đệm đồng sulfate, 50/pkg.	14818-66
Dung dịch chỉ thị methyl cam, 500 mL.....	148-49
Dung dịch acid phosphoric, 10%, 100 mL.	14769-32
Nước, khử khoáng, 4L	272-56

Thiết bị cần thiết

Xilanh, chia độ, 25 mL.....	508-40
Xilanh, chia độ, trộn, 500 mL	508-49
Phụ kiện thiết bị chưng cất mục đích chung.	22653-00
Gia nhiệt thiết bị chưng cất, 115V..	22744-00
Gia nhiệt thiết bị chưng cất, 230V..	22744-02
Bình erlen 500 mL	505-49
Pipet, huyết thanh, 1.0 mL	9190-02

Dụng cụ và hóa chất tùy chọn

Cân, phân tích, công suất 80g, ScienTech, 0.1 mg.	29367-01
Bình định mức, loại A, 100 mL.	14574-42
Bình định mức, loại A, 500 mL.	14574-49
Bình định mức, loại A, 1000 mL.	14574-53
Giá đỡ, phòng thí nghiệm, bộ giá đỡ	22743-00
Phenol, ACS, 113 g.....	758-14
Pipet, đo thể tích, loại A, 1.00 mL.....	14515-35
Pipet, đo thể tích, loại A, 5.00 mL.....	14515-37
Lọc pipet, bình an toàn.....	14651-00
Phương pháp chuẩn để kiểm tra nước và nước thải, phiên bản hiện hành.	22708-00

Quy trình chưng cất SELENIUM



1. Đong 500 mL mẫu vào một cốc bêse 1000 mL



2. Thêm 1 mL chất chỉ thị Methyl cam. Khuấy bằng một đũa thủy tinh.



3. Sử dụng một ống nhỏ giọt thêm từng giọt dung dịch chuẩn Acid Hydrochloric 0.1N cho đến khi dung dịch trở nên có màu hồng. Sau đó thêm bổ sung 2 mL.



4. Pipet 5.00 mL dung dịch Calcium Chloride vào cốc bêse, sau đó khuấy đều.

Chú ý: Thực hiện quy trình này trong tủ hút

Chú ý: Để kiểm chứng độ chính xác, sử dụng dung dịch chuẩn Selenium 0.5 mg/L (xem kiểm tra độ chính xác) thay cho mẫu.



5. Sử dụng ống nhỏ giọt, thêm từng giọt dung dịch chuẩn Kali Permanganate 1g/L cho đến khi dung dịch chuyển sang màu tím.



6. Đặt cốc bêse lên một bếp nung. Cho bay hơi dung dịch còn khoảng 250 mL. Thêm dung dịch Kali Permanganate theo chu kỳ để giữ cho dung dịch mẫu có màu tím.



7. Làm nguội mẫu. Trong khi làm nguội, cài đặt thiết bị chưng cất bằng cách lắp ráp các phụ kiện mục đích chung như trong hình 2 của phần lắp ráp.



8. Đổ dung dịch mẫu đã xử lý vào bình chưng cất. Đặt một thanh khuấy vào trong bình chưng cất.

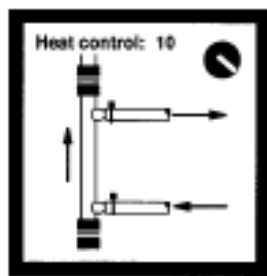
Chú ý: Bất kỳ kết tủa nào hình thành trong thời điểm này là Manganese dioxide và có thể bỏ qua.



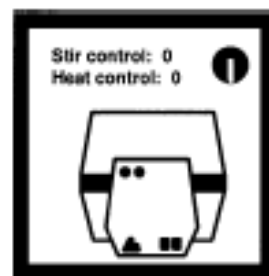
9. Pipet 5.00 mL dung dịch chuẩn Sodium Hydroxide vào bình. Đậy nắp bình chưng cất.



10. Bật công tắc máy khuấy và cài điều khiển khuấy đến mức 5..



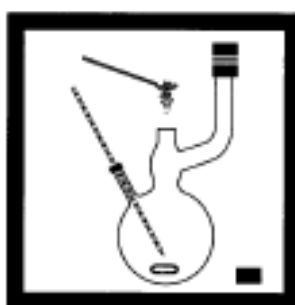
11. Mở nước và điều chỉnh để duy trì dòng chảy ổn định qua bình ngưng. Cài điều khiển nhiệt đến mức 10.



12. Cho phép mẫu chưng cất cho đến khi chỉ một vài mL còn lại trong bình chưng cất. Tắt công tắc điện. Loại bỏ sản phẩm chưng cất trong bình Erlen.

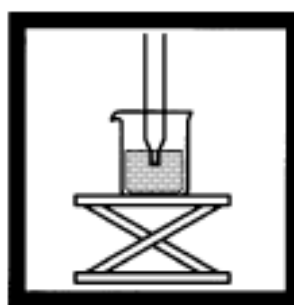


13. Thực hiện bước này và bước 14 dưới một tủ hút. Khi bình chưng cất nguội, thêm 50 mL dung dịch chuẩn acid sulfuric 19.2N vào bình bằng một xilanh chia độ 50 mL.



14. Thêm một muỗng 10 g Kali bromide vào bình chưng cất.

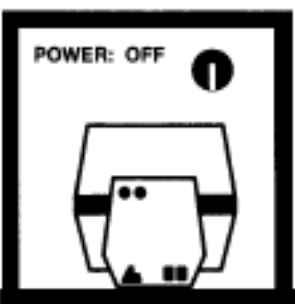
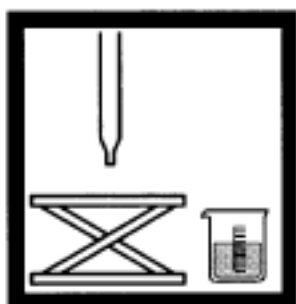
Chú ý: Hach không cung cấp Kali bromide. Đặt hàng trực tiếp từ nơi cung cấp hóa chất tại địa phương bạn.



15. Đổ vào cốc bể 250 mL đến vạch 75 mL bằng nước khử ion. Đặt nó dưới một ống nhỏ giọt. Nâng cốc bể để đầu của ống vượt quá bề mặt nước.



16. Thêm 1.00 mL dung dịch Hydrogen Peroxide vào bình chưng cất. Chỉnh điều khiển khuấy đến 5 và điều khiển nhiệt đến 10. Đậy nắp bình chưng cất.



17. Gia nhiệt bình chưng cất cho đến khi màu vàng biến mất hoàn toàn khỏi thiết bị chưng cất, bao gồm cả ống J và bình ngưng. Di chuyển cốc bêse ra khỏi ống nhỏ giọt.

18. Tắt công tắc thiết bị gia nhiệt.

19. Khi ống J và bình ngưng tụ nguội, rửa sạch chúng với nước khử khoáng dùng một chai rửa bằng nhựa. Thêm nước rửa vào cốc bêse 250 mL. Tổng dung tích trong cốc bêse cần đạt đến khoảng 100 mL.

20. Thêm nhỏ giọt dung dịch Phenol vào mẫu chưng cất để làm mất màu vàng của bromine. Một kết tủa trắng của tribromophenol sẽ hình thành.



21. Cho kết tủa lắng xuống. Dùng ống nhỏ giọt để thu khoảng 5 mL sản phẩm chưng cất trong và không màu, chuyển nó vào một ống test.



22. Kiểm tra dung dịch kết tủa hoàn toàn bằng cách cho 2 giọt dung dịch phenol vào ống test. Nếu dung dịch vẫn đục thì chứng tỏ vẫn còn bromine dư (chuyển qua bước tiếp theo). Nếu như dung dịch không bị đục, mẫu đã có thể phân tích bằng phương pháp Diaminobenzidine.



23. Trong trường hợp dung dịch vẫn đục, chuyển 5 mL mẫu về mẫu gốc và tiếp tục thêm dung dịch phenol cho đến khi không có sự vẫn đục hình thành ở 5 mL mẫu tiếp theo.



24. Chuyển dung dịch mẫu vào một bình định mức 500 mL. Làm sạch cốc bêse bằng nước khử khoáng và thêm vào bình định mức. Pha loãng bằng nước khử khoáng, đầy nắp và lắc kỹ. Mẫu đã sẵn sàng để phân tích bằng phương pháp Diaminobenzidine.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp dung dịch chuẩn

Chuẩn bị một dung dịch chuẩn Selenium 100 mg/L bằng cách pipet 10.0 mL dung dịch chuẩn Selenium 1000 mg/L vào bình định mức 100 mL. Pha loãng dung tích với nước khử khoáng. Chuẩn bị Selenium 0.5 mg/L chuẩn bằng cách pipet 5 mL dung dịch chuẩn selenium 100 mg/l đã chuẩn bị vào bình định mức 1000 ml. Pha loãng dung tích bằng nước khử khoáng. Chuyển 500 mL của chuẩn đã pha loãng vào một cốc bêse 1000 mL. Tiến hành kiểm tra như mô tả trên.

Thuốc thử yêu cầu

Mô tả	Mã hàng
Dung dịch Calcium Chloride, 500 mL	428-49
Dung dịch chuẩn acid Hydrochloric, 0.1 N, 1000 mL	14812-53
Hydrogen peroxide, 30%, 473 mL	144-11
Dung dịch chỉ thị Methyl cam, 0.1N (0.05%), 500 ml	148-49
Dung dịch phenol, 30g/l, 29 mL	2112-20
Kali Bromide, ACS..	mua ở địa phương
Dung dịch chuẩn Kali permanganate, 100 ml	14164-42
Dung dịch chuẩn Sodium hydroxide, 0.1N, 1000 ml	191-53
Dung dịch chuẩn acid sulfuric, 19.2N, 500 mL	2038-49
Nước, khử khoáng, 4L	272-56

Thiết bị cần thiết

Cốc bêse, 1000 ml	500-53
Cốc bêse, 250 ml	500-46H
Chai, rửa, 500 mL	620-11
Xilanh, chia độ, 50 mL	508-41
Xilanh, chia độ, 500 mL	508-49
Phụ kiện thiết bị chưng cất mục đích chung..	22653-00
Gia nhiệt thiết bị chưng cất, 115V.	22744-00
Gia nhiệt thiết bị chưng cất, 230V.	22744-02
Ống nhỏ giọt , vạch 1 ml, 6/pkg.	23185-06
Bếp nung, đường kính 3.5", 120 V.	12067-01
Giá đỡ, phòng thí nghiệm, bộ giá đỡ	22743-00
Lọc pipet, bình an toàn.....	14651-00
Pipet, huyết thanh, 10 mL	532-38
Pipet, đo thể tích, loại A, 1.00 mL.....	14515-35
Pipet, đo thể tích, loại A, 5.00 mL.	14515-37
Đũa, khuấy, thủy tinh, 3/pkg	1770-01

Muối nhựa, 10g.....	26572-10
Ống test, 10 ml, 10/pkg	65-10
 Thiết bị và hóa chất tùy chọn	
Bình định mức, 100 mL.....	14574-53
Dung dịch chuẩn selenium, 1000 mg/l, 100 mL.....	22407-42
Phương pháp chuẩn kiểm tra nước và nước thải, phiên bản hiện hành.....	22708-00

Chưng cất ACID bay hơi⁷

⁷ Được chấp nhận theo *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*.



1. Sắp xếp thiết bị lọc như hình vẽ.



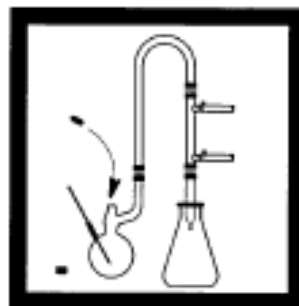
2. Sử dụng kẹp nhựa, đặt tờ giấy lọc lên phễu Buchner. Dùng một chai rửa để làm ướt giấy bằng một lượng nhỏ nước khử khoáng.



3. Đổ mẫu vào một xilanh chia độ 250 ml tới vạch 200 mL.



4. Mở nước vào máy hút chân không và đổ 200 ml mẫu vào phễu Buchner. Lọc toàn bộ mẫu.



5. Cài đặt thiết bị chưng cất bằng cách lắp ráp các phụ kiện với mục đích chưng như trong hình 2 ở phần lắp ráp. Đặt thanh khuấy vào bình chưng cất.



6. Sử dụng xilanh chia độ, đo 100 mL phần nước lọc ở bước 4. Đổ nó vào bình chưng cất.

Chú ý: Để kiểm chứng độ chính xác, sử dụng một dung dịch acid bay hơi chuẩn có nồng độ 1000 mg/l (được liệt kê trong hóa chất tùy chọn) thay cho mẫu.



7. Đo 100 mL nước cất bằng xilanh chia độ 100 mL, đổ vào bình chưng cất.



8. Bật công tắc máy khuấy và cài điều khiển khuấy ở mức 5.



9. Dùng quả bóp pipet và pipet huyết thanh 5 mL, thêm 5mL dung dịch chuẩn acid sulfuric 19.2N vào bình. Sau đó đậy nắp bình.
10. Cài điều khiển nhiệt về mức 10. Đảm bảo một dòng chảy liên tục của nước được duy trì thông qua bình ngưng.
11. Thu 150 mL phần chưng cất vào bình Erlen 300 mL, sau đó tắt thiết bị gia nhiệt. Sử dụng một xilanh chia độ để đo sản phẩm chưng cất để đảm bảo thu được 150 mL. Phần chưng cất này đã sẵn sàng để phân tích bằng phương pháp este hóa hoặc chuẩn độ.

Thuốc thử cần thiết

Mô tả

Mã hàng

Dung dịch chuẩn acid sulfuric, 19.2N, 500 mL	2038-49
Nước, khử khoáng, 4 mL	272-56

Thiết bị cần thiết

Chai, rửa, 500 mL	20-11
Xilanh, chia độ, 100 mL	508-42
Xilanh, chia độ, 250 mL	508-46
Phụ kiện thiết bị chưng cất cho mục đích chung.	22653-00
Gia nhiệt thiết bị chưng cất, 115V	22744-00
Gia nhiệt thiết bị chưng cất, 230V	22744-02
Bộ lọc, 9.0 cm, 100/pkg	506-55
Bình, lọc, 500 mL	546-49
Phễu, Buchner, 91 mm	550-87
Lọc pipet	12189-00
Pipet, huyết thanh, 5 mL	532-37
Ống, cao su, 3.6 m (12 ft)	560-18
Kẹp, nhựa	14282-00
Máy hút chân không	2131-00

Thiết bị và hóa chất tùy chọn

Phương pháp chuẩn để kiểm tra nước và nước thải, phiên bản hiện hành.....	22708-00
Dung dịch chuẩn acid dễ bay hơi, 1000 mg/L như acid acetic, 100 mL.....	14205-42

BỘ PHẬN THAY THẾ THIẾT BỊ CHƯNG CẤT

Mô tả	Mã hàng
Bộ thiết bị chưng cất Asenic.....	22654-00
Bộ thiết bị bao gồm:	
Xilanh, 50 mL	22657-00
Tài liệu hướng dẫn sử dụng thiết bị chưng cất, dịch bởi Hach Việt Nam	42

Máy sục khí	22656-00
Phễu bột	22644-67
Máy lọc hơi đốt.....	22655-00
Bộ thiết bị chưng cất Cyanide	22658-00
Bộ thiết bị bao gồm	
Máy hút	2131-00
Dây cáp.....	6790-45
Xilanh, 50 mL	22657-00
Bình, lọc, 500 mL	546-49
Lưu lượng kế	17875-00
Máy sục khí	22656-00
Thiết bị nút đẩy, bình lọc	17877-00
Ống Thistle.....	22652-00
Ống, cao su, 0.6 m(2ft), 3/16"ID	18106-02
Ống, cao su, 3.6 m(12ft), 1/4"ID.....	560-18
Bộ thiết bị chưng cất mục đích chung	22653-00
Bộ thiết bị bao gồm:	
Cốc bễ, 400 mL	00-48
Dây cáp.....	790-45
Nắp lớn	22647-00
Nắp nhỏ	22739-00
Bình ngưng.	22650-00
Bộ nối, Teflon, nhỏ (4).....	22648-00
Bộ nối, nhiệt kế	22740-00
Bộ nối.....	22741-00
Ống nhỏ giọt	22651-00
Bình, chưng cất, 500 mL	22646-49
Bình Erlen, 300 mL	05-47
Ống hình chữ J	22649-00

Hướng dẫn sử dụng, quy trình chưng cất	22653-08
Thanh khuấy	20953-51
Nhiệt kế, -10 đến 225°C	26357-00
Ống, cao su, 3.6 m (12ft) ¼"ID	560-18
Thiết bị hỗ trợ và gia nhiệt, 115 Vac, 60Hz.....	22744-00
Thiết bị hỗ trợ và gia nhiệt, 230 Vac, 50Hz	22744-02
Bộ thiết bị bao gồm:	
Thiết bị gia nhiệt, 115 VAC, 60Hz (chỉ bao gồm với 22744-00)	22737-00
Thiết bị gia nhiệt, 230VAC, 60Hz (chỉ bao gồm với 22744-02)	22737-02
Kẹp, vòng giữ kẹp	26-00
Kẹp, 3 cái chĩa, vụn năng	422-00
Thanh đỡ	22738-00
Thiết bị thay thế tùy chọn	
Giá đỡ phòng thí nghiệm	22743-00
Thanh khuấy, 45.7 cm (dài 12 in).....	15232-00