

Nhu cầu oxy hóa học, COD

Phương pháp 8000

TNTplus™

Reactor Digestion Method¹

LR (TNT821, 3-150 mg/L COD)

HR (TNT822, 20-1500 mg/L COD)

Phạm vi ứng dụng: nước uống, nước ; yêu cầu phá mẫu; 3-150 mg/L và 20-1500mg/L COD được USEPA chấp nhận trong phân tích nước thải²

¹ 1 Jirka, A.M.; Carter, M.J., *Analytical Chemistry*, 1975, 47(8), 1397

² *Federal Register*, April 21, 1980, 45(78), 26811-26812

Chuẩn bị thí nghiệm

Trước khi thí nghiệm

Gắn tấm che ánh sáng vào buồng đo #2 trước khi đo.

Đọc hướng dẫn an toàn và ngày hết hạn (Safety Advice and Expiration Date) trên gói hàng

Một số hóa chất và dụng cụ sử dụng trong quá trình phân tích có thể độc hại đến sức khỏe và sự an toàn của người sử dụng nếu không được sử dụng đúng cách. Yêu cầu đọc tất cả cảnh báo và tờ an toàn hóa chất đi kèm (MSDS).

Để chạy bổ sung mẫu trắng cho một loạt mẫu, xem phần Xác định mẫu trắng (Blanks for Colorimetric Determination) ở trang 3.

Thuốc thử bị đổ tràn sẽ ảnh hưởng đến kết quả và độc hại da và khác vật liệu khác.

Luôn chuẩn bị để rửa sạch nếu bị đổ tràn.

Đeo dụng cụ bảo hộ để bảo vệ mắt và quần áo. Nếu có tiếp xúc xảy ra, rửa ngay vùng tiếp xúc bằng nước. Xem lại và làm theo hướng dẫn cẩn thận

Bảo quản những ống chưa sử dụng (nhạy sáng) trong hộp kín.

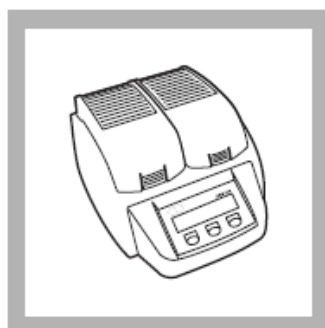
Chuẩn bị các vật dụng sau:

Số lượng

Blender	1
DRB200 Reactor with 13-mm wells (use adapters with 16-mm holes)	1
COD TNTplus™ vials for the appropriate concentration range	varies
Light Shield	1
Pipettor for 2.0 mL Sample	1
Pipettor Tip	1
Test Tube Rack	2

Chú ý: Xem thông tin đặt hàng trên trang 5 trong Danh mục thay thế và tiêu thụ.

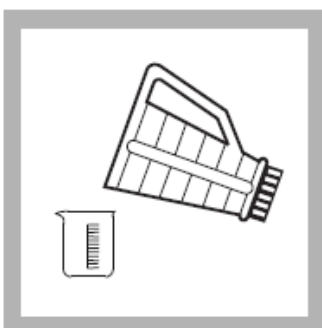
**COD LR (TNT821, 3–150 mg/L COD); HR (TNT822, 20–1500mg/L COD)
TNTplus**



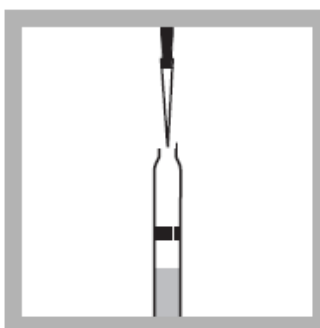
1. Bật DRB 200 lên. Gia nhiệt trước đến 150°C. Chú ý: đối với DRB200 dùng giếng 16-mm, đầu tiên chèn vào adapter chuyển từ 16 xuống 13-mm vào mỗi cell **trước** khi bật lên.



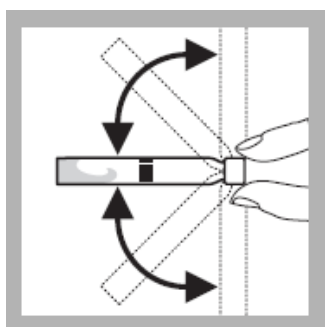
2. Đồng nhất 100mL mẫu trong 30 phút trong máy xay. Đối với mẫu chứa nhiều chất rắn, tăng thêm thời gian đồng nhất.



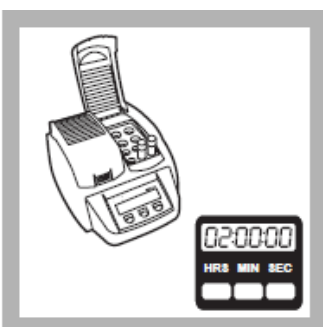
3. Để chắc chắn phân tích đúng phần mẫu đại diện, đổ hết mẫu sau khi xay nghiền vào cốc dung tích 250mL và khuấy đều trên bếp quay cá từ.



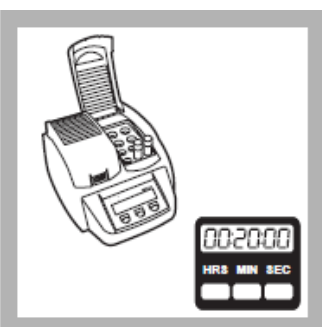
4. Cẩn thận pipet 2.0mL mẫu vào ống. Đậy lại và lau sạch bên ngoài.



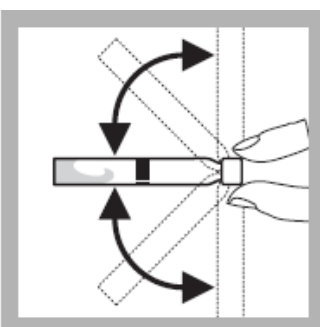
5. Giữ đầu ống. Lắc nhẹ vài lần để xáo trộn. Mẫu trong ống sẽ rất nóng trong khi lắc. Đặt ống vào DRB200 đã làm nóng trước đó. Đậy nắp bảo vệ.



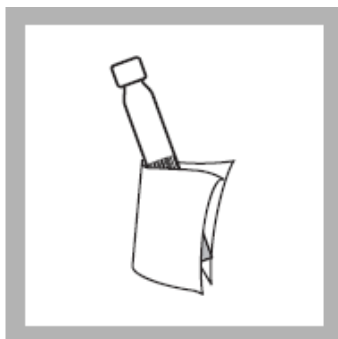
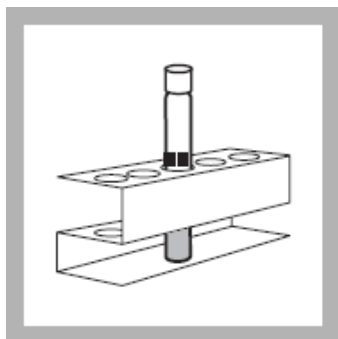
6. Đun trong 2 giờ



7. Tắt máy. Chờ trong 20 phút để ống nguội xuống 120°C hay thấp hơn.



8. Lắc ống nhiều lần trong khi còn nóng.



9. Đặt ống vào rãnh để làm nguội đến nhiệt độ phòng. Đặt nắp che sáng vào buồng đo #2

10. Lau sạch hoàn toàn bên ngoài ống.

11. Cho ống vào giá đỡ. Đậy nắp lại. Máy sẽ đọc mã vạch, sau đó chọn đúng chương trình để cho kết quả với đơn vị mg/L COD.

Xác định mẫu trắng theo phương pháp so màu

Mẫu trắng thuốc thử được đo và trừ vào kết quả của mẫu mỗi khi sử dụng loạt thuốc thử mới. Mẫu trắng có thể được sử dụng lặp lại đối với các ống đo có cùng lô hàng. Bảo quản trong bóng tối và theo dõi phần phân hủy bằng cách đo kiểm tra nồng độ định kỳ. Để trừ đi giá trị mẫu trắng trong loạt thí nghiệm liên tiếp, thực hiện mẫu trắng ở bước 11. Nhấn **OPTIONS>MORE>REAGENT BLANK**. Chọn **ON**. Giá trị đo được của mẫu trắng sẽ hiển thị trong hộp đánh dấu sáng. Nhấn **OK** để chấp nhận giá trị đó. Bây giờ giá trị mẫu trắng sẽ tự động trừ vào tất cả giá trị đọc được từ mẫu cho đến khi nào tắt đi chức năng này hoặc khi phương pháp đo khác được chọn. Hoặc là giá trị mẫu trắng có thể được ghi lại và nhập vào sau này nếu muốn dùng tới bằng cách nhấn chọn hộp đánh dấu sáng và dùng phím để nhập vào con số.

Các chất cản trở

Chloride là chất cản trở đầu tiên khi xác định nồng độ COD. Mỗi ống COD chứa mercuric sulfate để loại bỏ cản trở do chloride cao nhất là 2000mg/L Cl⁻

Lấy mẫu, bảo quản và lưu trữ

Thu mẫu bằng chai thủy tinh. Chỉ dùng chai nhựa khi biết chúng hoàn toàn không có chất ô nhiễm hữu cơ. Thực hiện thí nghiệm sinh học càng sớm càng tốt. Đồng nhất mẫu có chứa chất rắn để đảm bảo lấy được mẫu đại diện. mẫu được xử lý với axit sulfuric để pH thấp hơn 2 (tỉ lệ 2mL cho 1 lít) và có thể để trong tủ đông ở 4°C trong vòng 28 ngày. Điều chỉnh kết quả với lượng thể tích thêm vào.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp sử dụng dung dịch chuẩn

1. Kiểm tra sự chính xác trong dãy đo 3 đến 150 mg/L với dung dịch chuẩn 100 mg/L. Chuẩn bị bằng cách cho 85 mg (120 °C, để khô qua đêm) potassium acid phthalate (KHP) vào 1 lít nước khử ion. Dùng 2mL như thể tích mẫu. Kết quả đo được phải là 100g/L COD. Hoặc

pha loãng 10mL lấy từ 1000-mg/L COD dung dịch chuẩn thành 100 mL để có dung dịch chuẩn 100-mg/L.

- Kiểm tra sự chính xác trong dãy đo 20 đến 1500 mg/L với dung dịch chuẩn 300 hoặc 1000 mg/L COD. Dùng 2mL từ một trong hai dung dịch chuẩn trên như thể tích mẫu. Kết quả đo được phải là 300 hay 1000g/L COD. Hoặc chuẩn bị 500 mg/L dung dịch chuẩn bằng cách pha 425 mg (120 °C, để khô qua đêm) potassium acid phthalate (KHP) vào 1 lít nước khử ion.

Tóm tắt phương pháp

Kết quả đo mg/L COD được định nghĩa là mg oxy được tiêu thụ trên 1 lít mẫu dưới điều kiện thí nghiệm. Trong thí nghiệm này, mẫu được đun trong 2 giờ với tác nhân oxy hóa mạnh là $K_2Cr_2O_7$. Các chất hữu cơ có thể oxy hóa được phản ứng, khử ion dichromate ($Cr_2O_7^{2-}$) thành ion chromic xanh (Cr^{3+}). Khi sử dụng phương pháp so màu trong dãy 3-150 mg/L, tổng lượng Cr^{6+} còn lại được xác định. Khi sử dụng phương pháp so màu 20-1500mg/L, tổng lượng Cr^{3+} sinh ra được xác định. Thuốc thử COD cũng chứa bạc và ion thủy ngân. Bạc là chất xúc tác và thủy ngân được dùng hạn chế chất cản trở chloride. Thí nghiệm cho dãy 3 đến 150mg/L được đo tại bước sóng 420nm. Dãy 20-1500 mg/L COD được đo tại bước sóng 620nm.

Danh mục thay thế và tiêu thụ

Thuốc thử cần thiết

Description	Quantity/Test	Unit	Cat. No.
Select the appropriate TNTplus™ COD Digestion Reagent Vial:			
Low Range, 3 to 150 mg/L COD	1–2 vials	25/pkg	TNT821
High Range, 20 to 1500 mg/L COD	1–2 vials	25/pkg	TNT822

Dụng cụ cần thiết

Description	Quantity/Test	Unit	Cat. No.
DRB200 Reactor, 115 V, 9 x 13 mm + 2 x 20 mm (mono block)	1	each	DRB200-01
DRB200 Reactor, 230 V, 9 x 13 mm + 2 x 20 mm (mono block)	1	each	DRB200-05
Light Shield	1	each	LZV646
Pipet, variable volume, 1–5 mL	1	each	27951-00
Pipet Tips, for 27951-00 pipet	1	100/pkg	27952-00
Test Tube Rack, 13-mm	1–2	each	24979-00

Thiết bị và dung dịch chuẩn nên dùng

Description	Unit	Cat. No.
COD Standard Solution, 300-mg/L	200 mL	12186-29
COD Standard Solution, 1000-mg/L	200 mL	22539-29
Potassium Acid Phthalate, ACS	500 g	315-34
Oxygen Demand Standard (BOD, COD, TOC), 10-mL ampules	16/pkg	28335-10
Wastewater Influent Standard, for mixed parameters (NH ₃ -N, NO ₃ -N, PO ₄ , COD, SO ₄ , TOC)	500 mL	28331-49
Wastewater Effluent Standard, for mixed parameters (NH ₃ -N, NO ₃ -N, PO ₄ , COD, SO ₄ , TOC)	500 mL	28332-49

Các thuốc thử và dụng cụ phụ

Description	Unit	Cat. No.
Beaker, 250 mL	each	500-46H
Blender, 2-speed, 120 VAC	each	26161-00
Blender, 2-speed, 240 VAC	each	26161-02
DRB200 Reactor, 115 V, 21x13 mm + 4x20 mm (dual block)	each	DRB200-02
DRB200 Reactor, 115 V, 15x13 mm +15x13 mm (dual block)	each	DRB200-03
DRB200 Reactor, 115 V, 12x13 mm + 8x20 mm (dual block)	each	DRB200-04
DRB200 Reactor, 230 V, 21x13 mm + 4x20 mm (dual block)	each	DRB200-06
DRB200 Reactor, 230V, 15x13 mm+ 15x13 mm (dual block)	each	DRB200-07
DRB200 Reactor, 230 V, 12x13 mm + 8x20 mm (dual block)	each	DRB200-08
Stir Plate, magnetic	each	28812-00
Stir Bar, octagonal	each	20953-52
Sulfuric Acid, ACS	500 mL	979-49
TNTplus™ Reactor adapter sleeves, 16-mm to 13-mm diameter	5/pkg	28958-05