

Phương pháp SulfaVer 4 *

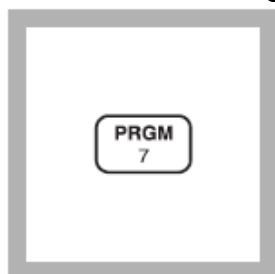
(0–70, 0–700 and 0–7000 mg/L)

Phương pháp 10248

Dùng cho các loại nước trong lĩnh vực dầu khí

* Theo Các phương pháp chuẩn xét nghiệm nước và nước thải
Cơ quan Môi trường Mỹ chấp nhận dùng trong báo cáo phân tích nước thải

Các bước thí nghiệm

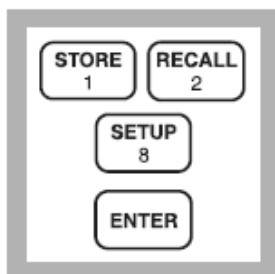


1. Nhấn: **PRGM**

Màn hình sẽ hiện:

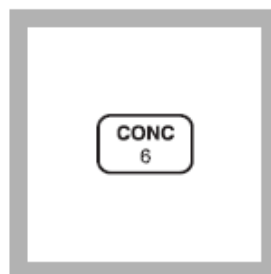
PRGM?

Cài đặt ban đầu:
vào mục **Cài đặt**
chương trình trang
4 và đưa chương
trình vào máy



2. Nhấn: **128 ENTER**

Màn hình sẽ hiện
mg/L SO₄ hoặc **SO₄**
H và biểu tượng
ZERO



3. Nhấn **CONC** để
chọn thang đo

SO₄ L: 0–70 mg/L
SO₄ M: 0–700 mg/L
SO₄ H: 0–7000
mg/L



4. Cho một lượng
thể tích mẫu nhất
định vào cốc đo
sạch:

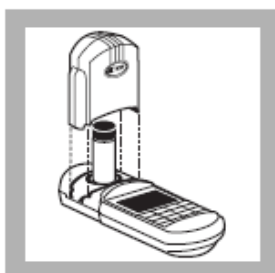
SO₄ L: 10 mL
SO₄ M: 1.0 mL
SO₄ H: 0.1 mL

*Chú ý: Sử dụng
TenSette hoặc pipet
thủy tinh để lấy
0.1mL hoặc 1.0mL*

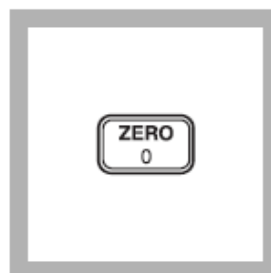


5. Nếu thể tích sử
dụng ít hơn 10mL,
bổ sung nước khử
ion cho đến vạch
10mL trên cốc đo.
Vặn chặt nắp và đảo
ngược để xáo trộn
đều.

*Chú ý: Có thể dùng
ống đong 10mL ở
bước 4 và 5*



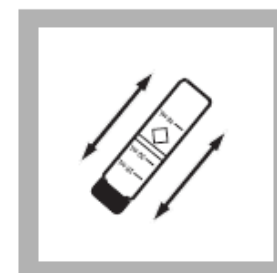
6. Đặt cốc đo vào
buồng đo trên máy.
Đậy nắp máy để che
cốc lại.



7. Nhấn **ZERO**

Con trỏ sẽ di chuyển
sang phải, sau đó
màn hình hiển thị

0.0 mg/L SO₄ và L,
M hoặc H

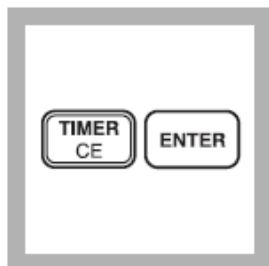


8. Mở nắp và cho
một gói thuốc thử
SulfaVer 4 Sulfate
vào cốc đo. Vặn
chặt nắp lại và đảo
ống để xáo trộn
đều.

*Chú ý: Mẫu sẽ có
bông cặn đục nếu
sulfate hiện diện*

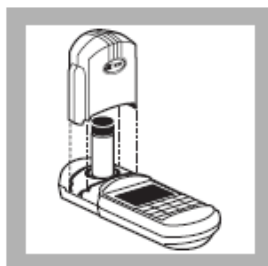
*Chú ý: Phần bột hòa
tan không hết không
làm ảnh hưởng đến*

kết quả.

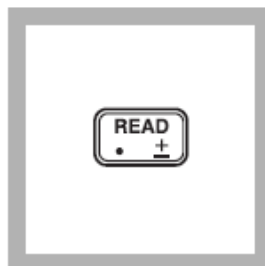


9. Nhấn: **TIMER ENTER**

Thời gian 5 phút phản ứng bắt đầu.
Không dịch chuyển cốc đo trong thời gian chờ phản ứng.



10. Trong vòng 5 phút sau tiếng bip, đặt cốc đo có mẫu đã phản ứng vào buồng đo. Đậy nắp máy để che cốc đo.



11. Nhấn **READ**

Con trỏ sẽ di chuyển sang phải, sau đó màn hình hiển thị kết quả **mg/L SO₄**
Chú ý: Không nhấn nút **CONC.** ở bước cuối cùng này để thay đổi thang đo. Kết quả chỉ đúng với thang đo đã được chọn ở bước 3

Làm sạch cốc đo bằng xà phòng và cọ

*Chú ý: Để có kết quả tốt nhất, sử dụng **Standard Adjust** –điều chỉnh đường chuẩn được trình bày ở trang 3*

Thu thập và bảo quản mẫu

Lấy mẫu và lưu trữ trong chai nhựa hay thủy tinh sạch Mẫu có thể được bảo quản tối đa đến 28 ngày nếu được giữ ở nhiệt độ < 4°C.

Trước khi tiến hành phân tích, làm ấm mẫu trở lại nhiệt độ phòng.

Chất gây nhiễu

Các chất gây nhiễu đã được biết có trong bảng 1. Mức gây nhiễu áp dụng cho 10mL mẫu chưa pha loãng. Mức gây nhiễu tăng tỉ lệ thuận khi mẫu được pha loãng.

Bảng 1 Các chất gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức gây nhiễu và xử lý
Barium, Ba ²⁺	Gây nhiễu ở mọi nồng độ. Nồng độ của Ba càng lớn so với nồng độ của Sulfate thì sai số càng lớn. Mẫu có nồng độ Ba cao thì thường cho kết quả thấp đi 20% so với nồng độ thực của sulfate có trong mẫu.
Calcium, Ca ²⁺	20,000 mg/L tính theo CaCO ₃
Chloride, Cl ⁻	40,000 mg/L tính theo Cl ⁻
Magnesium, Mg ²⁺	10,000 mg/L tính theo CaCO ₃
Silica, SiO ₂	500 mg/L tính theo CaCO ₃

Độ đục

Lọc mẫu nếu có độ đục cao

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp bổ sung dung dịch chuẩn (Sample Spike)

Sử dụng dung dịch chuẩn để kiểm định là quy trình phân tích, thuốc thử và thiết bị và để xác định có chất gây nhiễu hiện diện trong mẫu hay không.

1. Chuẩn bị 3 cốc mẫu chứa thể tích mẫu xác định tại bước 4 và 5 của phương pháp
2. Dùng TenSette® Pipet để cho vào lần lượt 0.1mL, 0.2mL và 0.3mL dung dịch chuẩn nồng độ 1000mg/L SO₄ vào từng cốc mẫu. Xáo trộn đều.
3. Phân tích từng mẫu đã bổ sung (spike) dung dịch chuẩn theo các bước mô tả trong phương pháp.
4. Xem kết quả. Nồng độ sulfate phải tăng 10mg/L SO₄ L, 100mg/L SO₄ M và 1000 mg/L SO₄ H tương ứng cho từng 0.1mL bổ sung vào.
5. Nếu không có sự gia tăng, xem mục *Bổ sung dung dịch chuẩn* trong phần 1 của tài liệu các phương pháp phân tích (Procedure manual) để có thêm thông tin.

Phương pháp dung dịch chuẩn

Sử dụng dung dịch chuẩn 50mg/L SO₄ để kiểm định quy trình phân tích, thuốc thử và thiết bị. Chọn thang đo SO₄ L ở bước 3 và sử dụng 10mL dung dịch chuẩn thay cho mẫu ở bước 4. Để điều chỉnh kết quả, tham khảo mục Điều chỉnh đường chuẩn.

Để chuẩn bị dung dịch chuẩn, cho 5.0mL dung dịch chuẩn nồng độ 1000mg/L SO₄ vào bình định mức 100mL. Pha loãng đến vạch bằng nước khử ion và xáo trộn đều. Thực hiện mẫu chuẩn theo các bước của phương pháp mô tả ở trên.

Điều chỉnh đường chuẩn

Tùy chọn điều chỉnh đường chuẩn khuyến khích thực hiện khi sử dụng chương trình số 128.

6. Xác định nồng độ của dung dịch chuẩn 50mg/L SO₄ trên máy. Chọn thang đo SO₄ L và dùng 10mL dung dịch chuẩn. Giữ nguyên cốc đo trong máy sau khi đọc kết quả.
7. Nhấn phím SETUP và dùng phím mũi tên để dịch chuyển đến mục STD
8. Nhấn ENTER
9. Nhấn số 50 để máy đọc giá trị của dung dịch chuẩn
10. Nhấn ENTER để kết thúc việc điều chỉnh

Chú ý: Đường chuẩn cho thang đo trung bình MR và cao HR được điều chỉnh tỉ lệ theo khi đường chuẩn cho thang đo thấp được điều chỉnh. Tham khảo phần 1, Điều chỉnh đường cong hiệu chuẩn của tài liệu các phương pháp phân tích đi kèm máy.

Hiệu quả phương pháp

Độ chính xác

Trong một phòng thí nghiệm độc lập, sử dụng dung dịch chuẩn 50 mg/L SO₄ và lấy đại diện từ hai lô thuốc thử để phân tích, người thực hiện độc lập thu được độ lệch chuẩn ± 0.5 mg/L SO₄

Giới hạn phát hiện (EDL)

EDL đối với chương trình 128 là 4.9 mg/L SO₄. Để có thêm thông tin về cách xác định và sử dụng giới hạn phát hiện của Hach, xem phần 1 của tài liệu các phương pháp phân tích đi kèm máy.

Tóm tắt phương pháp

Các ion sulfate trong mẫu phản ứng với barium có trong thuốc thử SulfaVer 4 để tạo chất kết tủa barium sulfate không tan. Số lượng kết tủa tỉ lệ thuận với nồng độ sulfate. SulfaVer 4 cũng có chứa một lượng tác nhân làm ổn định để giữ cho chất kết tủa ở dạng lơ lửng.

Cài đặt chương trình

Các bước sau đây sẽ dùng để cài phương pháp hiện tại tại máy DR820, DR850 và DR890 của bạn.

1. Nhấn phím ON để bật máy
2. Nhấn phím SETUP
3. Nhấn phím mũi tên xuống 2 lần để dấu nháy hiện chữ USER
4. Nhấn phím ENTER
5. Nhập vào 8138 sau đó ENTER
6. Tham khảo bảng 2. Tra con số bên cột ENTER tương ứng ở LINE NUMBER 1 trên màn hình. Nhấn con số này vào sau đó ấn ENTER. Tiếp tục cho các dòng khác trên màn hình.

Chú ý: Bất cứ thời điểm nào bạn cũng có thể sử dụng phím mũi tên để di chuyển ngược lại để xem hoặc thay đổi con số mà bạn vừa mới nhập.

Bảng 2 Cài đặt thiết bị

Line Number	Enter	Line Number	Enter
1	128	29	77
2	24	30	83
3	72	31	79
4	0	32	52
5	0	33	32
6	0	34	72
7	0	35	65
8	65	36	32
9	198	37	0
10	169	38	0
11	251	39	66
12	66	40	200
13	25	41	0
14	10	42	0
15	61	43	0
16	0	44	80
17	0	45	0
18	0	46	3
19	0	47	30
20	83	48	1
21	48	49	44
22	52	50	0
23	32	51	0
24	76	52	0
25	83	53	0
26	79	54	37
27	52	55	0
28	32	56	255

Danh mục thay thế và tiêu thụ

Thuốc thử và dụng cụ cần thiết

Description	Quantity Per Test	Units	Item No.
SulfaVer 4 Sulfate Reagent Powder Pillows	1 pillow	100/pkg	2106769
Sample Cell, 10-20-25 mL, with cap	1	6/pkg	2401906

Các thuốc thử tùy chọn

Description	Units	Item No.
Sulfate Standard Solution, 50 mg/L	500 mL	257849
Sulfate Standard Solution, 1000 mg/L	500 mL	2175749
Water, deionized	4 L	27256

Dụng cụ tùy chọn

Description	Units	Item No.
Cylinder, graduated mixing, 10 mL	1	2088638
Filter Paper, folded, 12.5 cm	100/pkg	189457
Flask, volumetric, 100 mL, Class A	1	1457442
Funnel, poly, 65 mm	1	108367
Pipet, TenSette, 0.1 to 1.0 mL	1	1970001
Pipet Tips, for 19700-01 Pipet	50/pkg	2185696
Pipet, TenSette, 1.0 to 10.0 mL	1	1970010
Pipet Tips, for 19700-10 Pipet	50/pkg	2199796
Pipet, volumetric, 5.00 mL, Class A	1	1451537
Pipet Filler, safety bulb	1	1465100