

Phương pháp Methylene Blue *

(0–0.70, 0–7.00 and 0–70.00 mg/L)

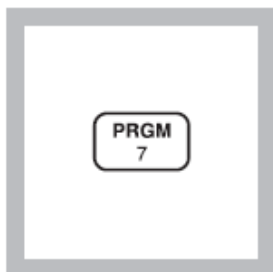
Phương pháp 10254

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 trong phân tích nước thải. Quy trình tương đương USEPA phương pháp 376.2 hoặc Standard Method 4500-S2-D cho nước thải.

Các bước thí nghiệm

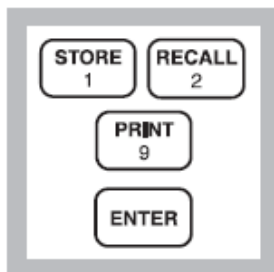


1. Nhấn: **PRGM**

Màn hình sẽ hiện:

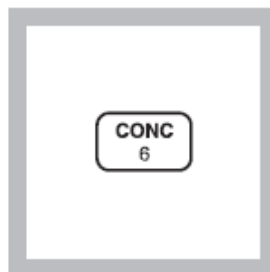
PRGM?

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



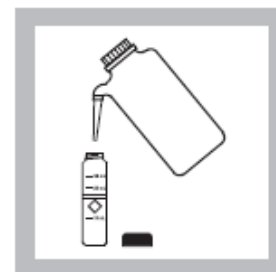
2. Nhấn: **129 ENTER**

Màn hình sẽ hiện
mg/L S LR, S MR
hoặc **S HR** và biểu
tượng **ZERO**



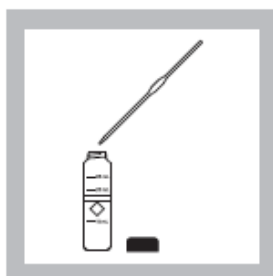
3. Nhấn **CONC** để
chọn thang đo

S LR: 0–0.70 mg/L
S MR: 0–7.00 mg/L
S HR: 0–70.00 mg/L



4. Chuẩn bị mẫu
trắng: cho 25mL
nước khử ion vào
cốc đo.

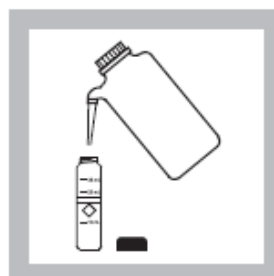
Có thể sử dụng
ống đồng loại
25mL để thực hiện
bước 4 và 5



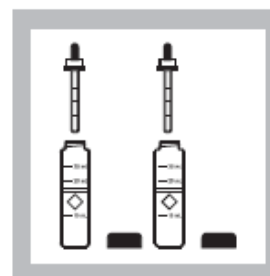
5. Chuẩn bị mẫu:
Cho một lượng thể
tích mẫu xác định
theo thang đo vào
cốc đo sạch.

S LR: 25 mL
S MR: 2.5 mL
S HR: 0.25 mL

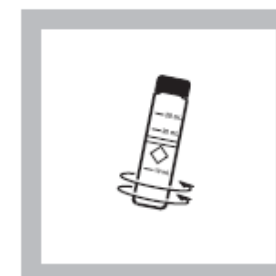
Sử dụng pipet để lấy
0.25mL hoặc 2.5mL



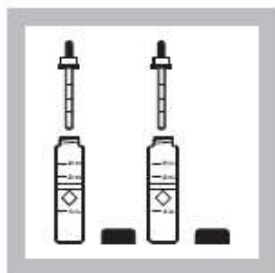
6. Nếu thể tích sử
dụng ít hơn 25mL,
bổ sung nước khử
ion cho đến vạch
25mL trên cốc đo.



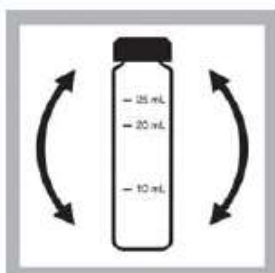
7. Sử dụng ống nhỏ
giọt để cho 1.0mL
thuốc thử **Sulfide 1**
vào mỗi cốc.



8. Quay cốc để xáo
trộn đều.

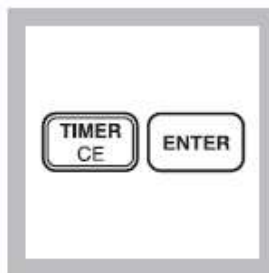


9. Sử dụng ống nhỏ giọt để cho 1.0mL thuốc thử **Sulfide 2** vào mỗi cốc.



10. Đậy nắp chặt mỗi cốc và xáo trộn đều.

Dung dịch sẽ có màu hồng và sau đó màu xanh dương nếu có sulfide hiện diện.

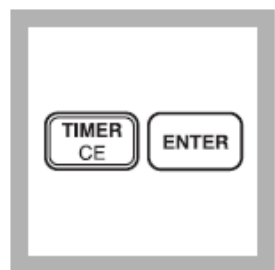


11. Nhấn: **TIMER** sau đó **ENTER**

Thời gian 5 phút phản ứng bắt đầu.



12. Đặt cốc chứa mẫu trắng vào máy. Đậy nắp để che cốc đo.

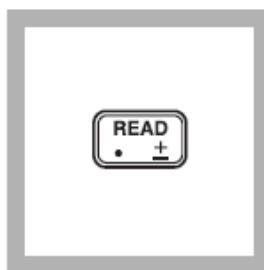


13. Nhấn: **ZERO**

Con trỏ sẽ di chuyển sang phải, sau đó màn hình hiển thị **0.00 mg/L S** và LR, MR hoặc HR



14. Hết thời gian phản ứng, đặt cốc đo có mẫu đã phản ứng vào buồng đo. Đậy nắp máy để che cốc đo.



15. Nhấn **READ**

Con trỏ sẽ di chuyển sang phải, sau đó màn hình hiển thị kết quả **mg/L S**

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

*Chú ý: Để có kết quả tốt nhất, sử dụng **Standard Adjust** –điều chỉnh đường chuẩn được trình bày ở trang 4*

Thu thập và bảo quản mẫu

Lấy mẫu và lưu trữ trong chai nhựa hay thủy tinh sạch. Lấy mẫu đầy bình sau đó vặn chặt nút. Tránh tối đa việc xáo động hoặc phơi trần với không khí. Phân tích mẫu ngay tức thì.

Các sulfide hòa tan

- Hoàn tất các bước sau để xác định nồng độ các sulfide hòa tan trong mẫu
1. Dùng máy ly tâm để tách phần hòa tan và không hòa tan của mẫu. Bảo đảm các ống ly tâm được châm đầy mẫu và đậy nắp cẩn thận.
 2. Lấy phần chất lỏng trong ống làm mẫu đem phân tích theo các bước ở trên để xác định nồng độ các sulfide hòa tan.
- Để ước tính các sulfide không hòa tan, lấy kết quả nồng độ tổng trừ cho nồng độ hòa tan.

Ngăn ngừa ô nhiễm và quản lý chất thải

Thuốc thử Sulfide 2 có chứa K₂Cr₂O₇. Thải bỏ hóa chất và chất thải theo quy định của địa phương, vùng và quốc gia.

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⁺	Nồng độ lớn hơn 20mg/L phản ứng với axit sunfuric có trong thuốc thử Sulfide 1 và tạo thành BaSO ₄ (barite) kết tủa. Để điều chỉnh ảnh hưởng này thực hiện như sau: 1. Sử dụng mẫu thể tích 0.25mL hoặc 2.5mL trong bước phân tích và cho nước khử ion đến vạch 25mL 2. Để mẫu phản ứng hoàn toàn với thuốc thử 3. Sau thời gian 5 phút phản ứng, đổ mẫu ra beaker loại 50mL 4. Lấy mẫu vào ống tiêm Luer-Lock 60cc 5. Gắn đầu đĩa lọc mẫu có lỗ lọc 0.45um vào đầu ống tiêm và lọc mẫu lấy phần mẫu sạch để đem phân tích. Dùng nước khử ion để chuẩn bị mẫu trắng.
Các chất có tính khử mạnh (như sulfite, thiosulfate và hydrosulfite)	Có thể làm khử màu xanh dương hoặc ngăn cản sự phát triển màu
Sulfide, mức cao	Có thể ngăn cản sự phát triển màu. Pha loãng mẫu nếu nồng độ sulfide cao. Một số sulfide có thể bị mất khi mẫu được pha loãng.
Độ đục	Có thể điều chỉnh bằng cách sử dụng mẫu trắng không có sulfide 1. Lấy 25mL mẫu cho vào erlen dung tích 50mL 2. Đảo bình erlen và cho từng giọt nước bromua vào cho đến khi có màu vàng ổn định 3. Tiếp tục đảo bình và cho từng giọt phenol vào cho đến khi mất màu vàng. Thay nước khử ion ở bước 4 của quy trình phân tích bằng dung dịch đã xử lý này. Các bước này sẽ loại trừ sulfide trong mẫu nhưng loại bỏ độ đục hoặc màu nền của mẫu. Sự gây nhiễu do độ

	đọc hoặc màu của mẫu sẽ được loại trừ khi máy đọc zero bằng dung dịch này.
--	--

Kiểm tra độ chuẩn xác

Dung dịch chuẩn sulfide không ổn định và phải được pha bởi người sử dụng. Tham khảo Standard Methods, 4500S– để có thông tin hướng dẫn cách chuẩn bị và chuẩn hóa.

Hiệu quả phương pháp

Độ chính xác

Trong một phòng thí nghiệm độc lập, sử dụng dung dịch chuẩn 0.73 mg/L S^{2-} và lấy đại diện từ hai lô thuốc thử để phân tích, người thực hiện độc lập thu được độ lệch chuẩn ± 0.02 mg/L S^{2-} .

Giới hạn phát hiện (EDL)

EDL đối với chương trình 129 là 0.01 mg/L S^{2-} .

Tóm tắt phương pháp

Hydro sulfide và các sulfide axit-kim loại hòa tan phản ứng với N, N-dimethyl-p-phenylenediamine để tạo thành methylene blue. Cường độ màu xanh dương tỉ lệ thuận với nồng độ sulfide có trong mẫu.

Cài đặt chương trình

Các bước sau đây sẽ dùng để cài phương pháp 129 vào 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. Màn hình hiện ra LINE 1?
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	129	29	0
2	42	30	83
3	74	31	32
4	0	32	72
5	0	33	82
6	0	34	0
7	0	35	65
8	0	36	32
9	0	37	0
10	0	38	0
11	0	39	66
12	63	40	200
13	129	41	0
14	202	42	0
15	184	43	0
16	0	44	80
17	0	45	1
18	0	46	244
19	0	47	20
20	83	48	1
21	32	49	44
22	76	50	0
23	82	51	0
24	0	52	0
25	83	53	0
26	32	54	167
27	77	55	0
28	82	56	255

Danh mục thay thế và tiêu thụ

Thuốc thử cần thiết

Description	Quantity/Test	Unit	Item no.
Sulfide reagent set, includes:	—	—	2244500
Sulfide 1 Reagent	1 mL	100 mL MDB	181632
Sulfide 2 Reagent	1 mL	100 mL MDB	181732
Water, deionized	10 mL	4 L	27256

Dụng cụ cần thiết

Description	Quantity/Test	Unit	Item no.
Pipet, variable volume, 0.2–1.0 mL	1	1	BBP078
Pipet tips, 0.2–1.0 mL for BBP078 pipet	2	100/pkg	BBP079
Pipet, variable volume, 1.0–5.0 mL	1	1	BBP065
Pipet tips, 1.0–5.0 mL for BBP065 pipet	2	75/pkg	BBP068
Pipets, variable volume, one BBP078 and one BBP065 with tips	1	1	LZP320
Sample cell, 10-20-25 mL, with cap	1	6/pkg	2401906

Dụng cụ và thuốc thử tùy chọn thêm

Description	Unit	Item no.
Beaker, 50 mL, low form	1	50041H
Bromine water, 30 g/L	29 mL	221120
Cylinder, graduated mixing, 25 mL	1	2088640
Flask, Erlenmeyer, 50 mL	1	50541
Phenol solution, 30 g/L	29 mL	211220
Pipet, volumetric, Class A, 25.00 mL	1	1451540
Pipet filler, safety bulb	1	1465100
Syringe, 60 cc, Luer-Lock tip	1	2258700
Syringe filter, 0.45 µm, 33 mm PVDF	50/pkg	2513603