

Dầu và mỡ

Phương pháp 10300

Phương pháp chiết tách pha rắn USEPA¹

5 đến 1000 mg/L HEM và SGT-HEM

Phạm vi ứng dụng: Đối với nước và nước thải

¹Tương đương phương pháp USEPA 1664A, chiết tách pha rắn (SPE)

Chuẩn bị thí nghiệm

Trước khi bắt đầu test:

Thực hiện theo các hướng dẫn thu thập mẫu và axit hóa mẫu thu thập, bảo quản và lưu trữ mẫu.

Lắp ráp thiết bị ® Xenosep SPE như thể hiện trong Hình 1. Đảm bảo phải đặt các ống thu chất thải trong bình lớn trước khi lắp bộ phễu lọc. Đặt mặt có hình của bộ lọc SPE hướng xuống trong bộ lọc hỗ trợ SPE (Hình 2).

Rửa tất cả các dụng cụ thủy tinh trong nước nóng với chất tẩy rửa, rửa sạch lại dưới vòi nước và nước cất và tráng sạch với acetone hoặc n-hexan.

Rửa sạch tất cả các dụng cụ thủy tinh với hexane để đảm bảo chất phân tích không bị giữ lại trên dụng cụ. Nếu không rửa thật sạch thì độ thu hồi sẽ thấp.

Xác định giá trị mẫu trắng (dùng 1 lít nước cất hoặc nước khử ion hóa) với mỗi lô thuốc thử mới. Nếu kết quả mẫu trắng lớn hơn 5 mg, tìm cách giải quyết nguồn gốc gây sai số hoặc loại bỏ chất gây nhiễu trước khi thực hiện quy trình này.

Nếu phân tích SGT- HEM, rửa sạch mặt bên trong của đĩa nhôm bằng vài ml acetone và sau đó với vài ml hexane để loại bỏ bất kỳ các thành phần lạ tiềm ẩn nào.

Dán nhãn cho đĩa nhôm và nung trong lò 1 giờ ở 105°C. Để nguội đĩa trong 30 phút. Cân đĩa nhôm trên cân phân tích có chia nhỏ nhất 0,1 mg. Ghi lại trọng lượng này là "B" cho HEM ở bước 22 hoặc SGT-HEM bước 12.

Hãy chắc chắn rằng đĩa nhôm được lấy ra khỏi bếp gia nhiệt trước khi các dung dịch bốc hơi hoàn toàn. Đun nóng dung dịch quá lâu sẽ dẫn đến độ thu hồi thấp.

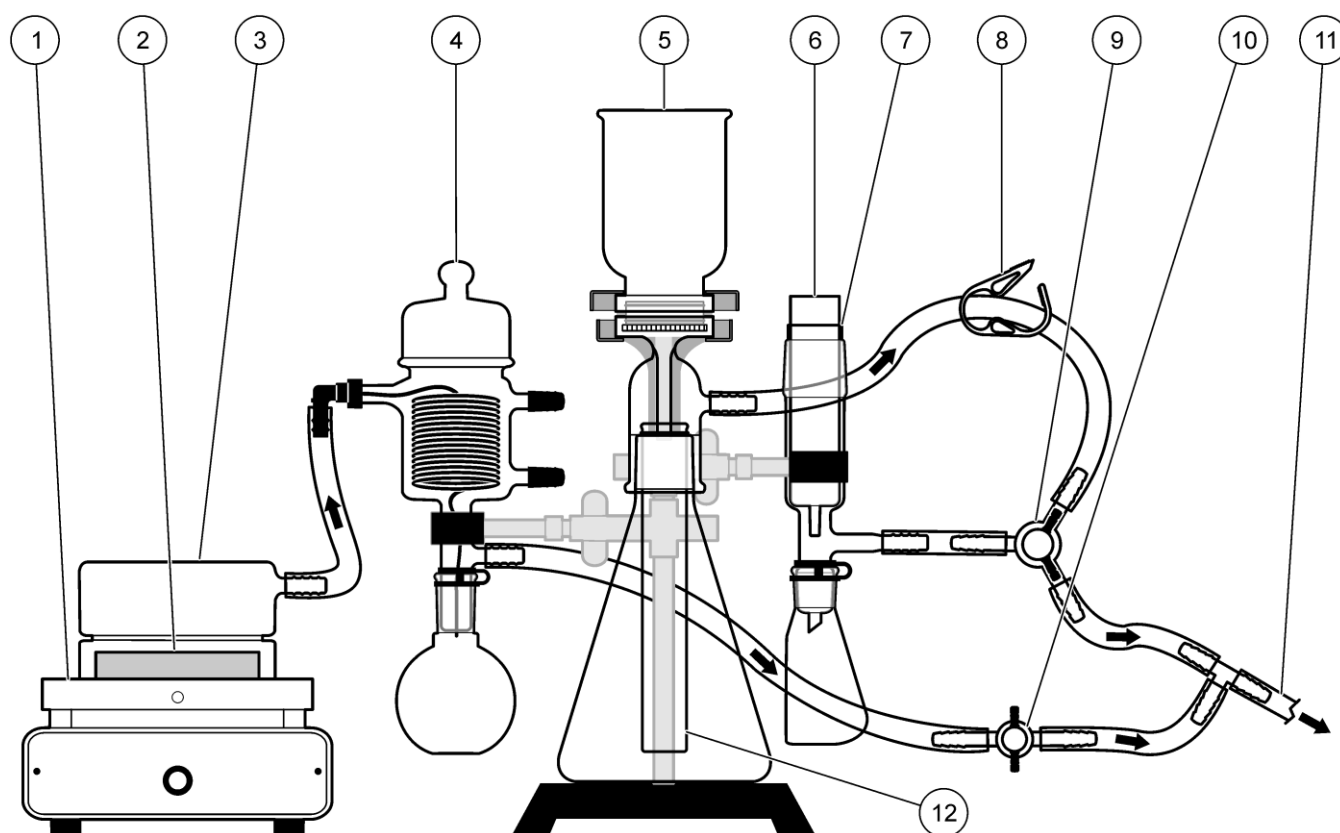
Sử dụng máy bơm hút chân không tạo ra một lưu lượng khí tự do ít nhất 1 CFM (3 CFM là tốt hơn). Đĩa SPE làm khô không đủ sẽ dẫn đến độ thu hồi thấp.

Chuẩn bị các vật dụng sau:

Mô tả	Số lượng
Hydrochloric acid, 1:1	6ml
Hexane (n-hexane) trong chai rửa Teflon-FEP	1 chai rửa
Methanol trong chai rửa PE	1 chai rửa
Nước khử ion hóa trong chai rửa PE	1 chai rửa
Bộ dụng cụ khởi động SPE, phương pháp EPA 1664A	1 bộ
Bộ dụng cụ để bị thiêu hủy SPE	1 bộ
Bộ dụng cụ thu hồi dung môi SPE	1 bộ
Đĩa cân bằng nhôm	1
Bếp gia nhiệt	1
Bơm hút chân không	1

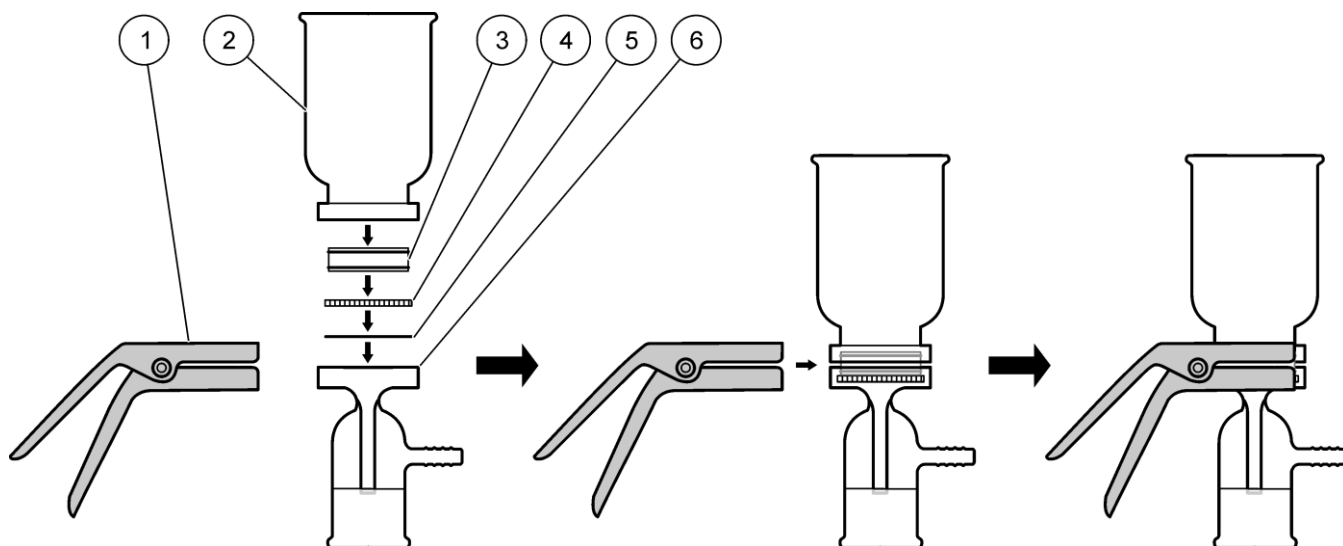
Giấy pH, pH 0–14	1
Chân cắm thẳng đứng	1
Kẹp xoay	2
Bếp hút ẩm	1
Đối với SGT-HEM:	
Hạt gel silica	1 chai
Bình erlen 125-mL	1
Bình thủy tinh thể tích 100-mL (cho kết quả HEM trên 1000 mg/L)	1
Bếp khuấy từ	1
Đĩa cân bằng nhôm	1
Cột bổ sung natri sulfate	1

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



Hình 1: Lắp ráp hệ thống chiết tách pha rắn

1. Bếp gia nhiệt	7. Ống rửa giải
2. Đĩa cân bằng nhôm	8. Kẹp, ống
3. Nắp đậy bằng thủy tinh	9. Van 3 chiều
4. Bộ thu hồi dung môi	10. Van 2 chiều
5. Bộ phễu lọc lắp ráp	11. Kết nối với máy hút chân không
6. Cột natri sulfate	12. Ống thu chất thải với vòng O



Hình 2: Lắp ráp phễu

1. Kẹp nhôm	4. Bộ lọc SPE-mặt hình đặt hướng xuống
2. Phễu lọc	5. Giá đỡ bằng thép không gỉ
3. Bộ nối với vòng O	6. Đế giữ SPE

Chiết tách pha rắn đối với HEM



1. Cho khoảng chừng 10 ml hexan vào phễu. Đợi 5 giây, bật và tắt máy hút chân không để hút dung môi vào ống thu chất thải. Lắp lại lần thứ 2 với 10ml hexane. Đảm bảo rằng các van được vận để hút chân không từ giá đỡ phễu và kẹp ống được mở ra.



2. Mở máy hút chân không trong 1 phút cho khô miếng lọc rồi tắt máy.

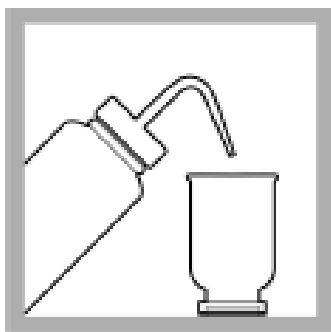


3. Thêm 10ml methanol vào phễu, đợi 5 giây, bật lên rồi tắt máy hút chân không để hút các dung môi vào ống thu chất thải. Không hút cho miếng lọc bị khô.



4. Lấy ống thu chất thải ra và đổ bỏ phần dung dịch thải.

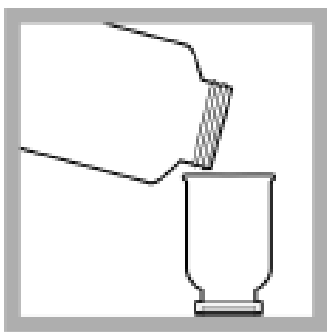
Tham khảo MSDS và các quy định về an toàn trong xử lý dung môi.



5. Thêm khoảng 10ml nước khử ion vào trong phễu. Đợi 5 giây. Bật và tắt máy hút chân không để hút nước vào trong bình thủy tinh.

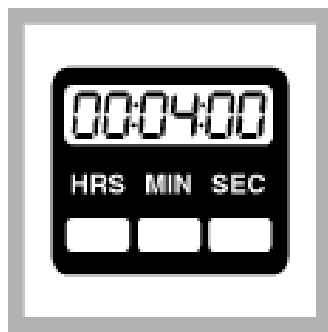
Không được để miếng lọc bị khô.

Nếu miếng lọc khô, phải lặp lại các bước từ 3 đến 5.

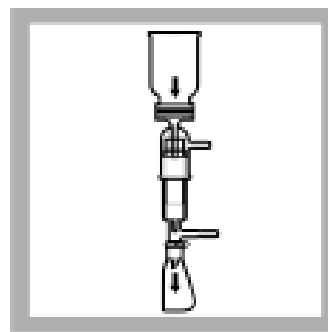


6. Đổ từ từ mẫu đã được axit hóa từ bình chứa vào trong phễu, bật máy hút chân không. Dùng nước khử ion để rửa sạch bất cứ phần còn bám xung quanh thành phễu.

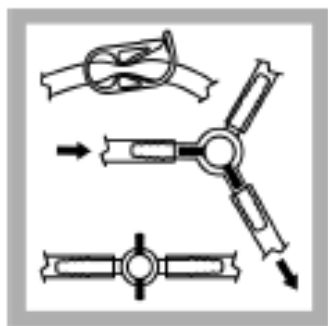
Xem lại Thu thập mẫu, lưu trữ và bảo quản mẫu đối với mẫu được axit hóa.



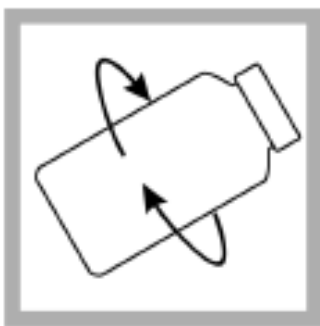
7. Để máy hút chân không chạy từ 4 đến 8 phút để không khí làm khô bộ lọc. Tắt máy hút chân không. Không được để chạy máy hút chân không quá 8 phút.



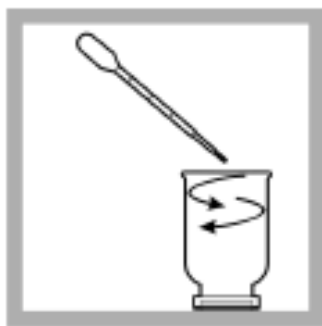
8. Đặt phễu lên trên ống rửa giải (Eluter tube)



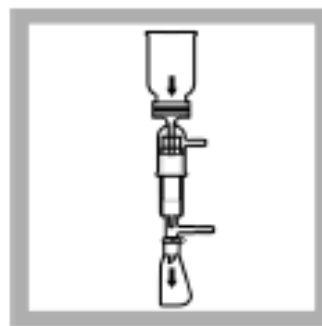
9. Xoay van để gắn máy hút chân không vào ống rửa giải. Khóa kẹp ống trên thân ống bộ giá đỡ phễu.



10. Thêm 10ml hexan vào trong bình chứa mẫu được axit hóa đã bị trống theo chiều ngang, xoay đều trong vòng 10 giây để tráng bình.



11. Dùng pipet để hút hexan từ gờ của bình chứa mẫu. Từ từ rửa mặt trong phễu lọc bằng hexan hút từ pipet. Tráng quanh thành phễu ít nhất 3 lần.

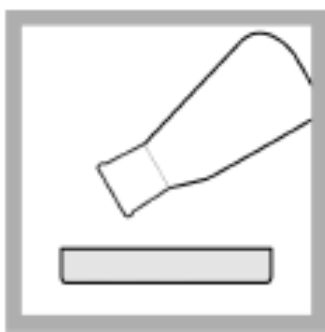


12. Bật và tắt máy hút chân không để hút dung môi vào trong bình có cạnh phẳng. Rửa thành phễu với 10ml hexan. Đợi 5 giây, bật và tắt máy hút chân không.

Lặp lại bước 10-11 nhiều hơn 2 lần.



13. Tháo bình có cạnh phẳng khỏi ống rửa giải.



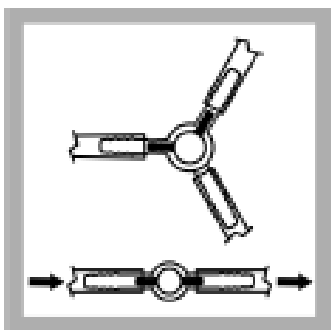
14. Đổ hexan vào đĩa nhôm đã cân xác định khối lượng trước đó.



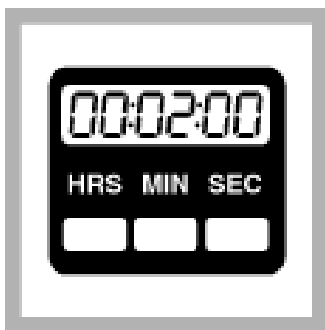
15. Tráng rửa sạch thành bình với 5ml hexan. Đổ hexan trong bình vào đĩa.



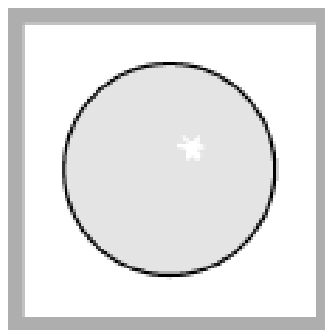
16. Đặt đĩa lên trên bếp đun và đặt nắp đậy bằng thủy tinh lên đĩa.



17. Đóng van 3 chiều và mở van 2 chiều để hút chân không từ thiết bị thu hồi dung môi



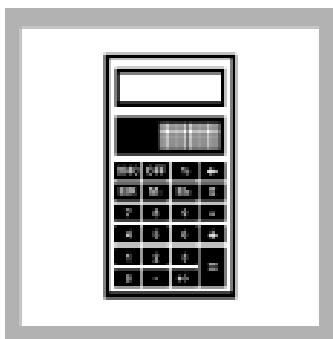
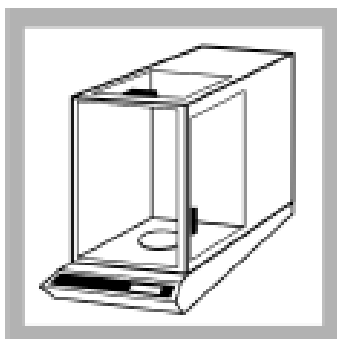
18. Bật máy hút chân không. Bật bếp đun ở nhiệt độ thấp từ 35° - 85° . Nung trong vòng 2 phút.



19. Kiểm tra đĩa có xuất hiện các đốm hay chưa, khi có một điểm khô xuất hiện thì lấy đĩa ra khỏi bếp đun ngay. Đặt đĩa vào trong một tủ hút cho đến khi phần hexan còn lại bay hơi.



20. Khi đĩa đã khô, đặt đĩa vào bếp hút ẩm và đợi trong 30 phút.



21. Sau 30 phút, cân đĩa trên cân có độ chính xác 0.1 mg. Lập lại bước 20 và 21 cho đến khi khối lượng giảm đi ít hơn 0.5 mg từ khối lượng trước. Ghi lại khối lượng.

22. Tính toán kết quả kiểm tra:

Ví dụ:

$$A = 6.2394\text{g}$$

$$B = 6.2318\text{g}$$

$$V_{\text{mẫu}} = 0.950 \text{ L}$$

$$\frac{A-B}{V_{\text{mẫu}}} \times 1000 \text{ (g/ ml)}$$

A= khối lượng đĩa với mẫu còn lại (g) (bước 21)

$$\frac{6.2394 - 6.2318}{0.950} \times 1000 = 8.0 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \text{ HEM}$$

B= khối lượng đĩa ban đầu (g).

Chiết tách pha rắn đối với SGT – HEM (HEM < 1000 mg/L)



1. Thêm hexan vào phần còn lại của đĩa nhôm từ bước kiểm tra HEM cho đến khi gần đầy nửa đĩa. (khoảng 60ml).



2. Đun nóng một chút để hòa tan phần còn lại.



3. Đổ hỗn hợp vào erlen 125ml. Rửa sạch đĩa cân và phễu và thêm vào bình. Thêm hexan xấp xỉ đến vạch 100 ml.



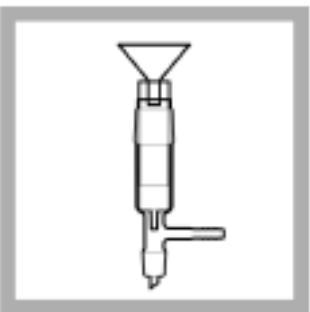
4. Thêm 3 ($\pm 0,3$) g silica gel cho mỗi 100ml HEM hoặc theo tỉ lệ:

$3\text{mg/l HEM}/100 = \text{silica gel (g)}$

Ví dụ: nếu HEM có giá trị 735mg, làm tròn 7.35g đến số gia kế tiếp (8g hoặc 800mg) và thêm $(3 \times 800)/100 = 24\text{g silica gel}$. Không được thêm quá 30g silica gel.



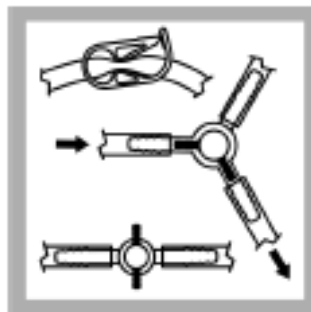
5. Cho một thanh cá từ vào và khuấy trong 5 phút.



6. Đặt cột natri sulphat mới vào trong ống rửa giải, đặt phễu lên trên ống rửa giải.



7. Lắp đặt một bình phẳng cạnh, sạch



8. Điều chỉnh van để hút chân không vào trong ống rửa giải



9. Chuyển dung dịch từ erlen vào phễu. Bật máy hút chân không và tắt để hút dung dịch vào bên trong ống.



10. Rửa sạch bình erlen bằng 5ml hexan. Thêm hexan vào phễu. Bật máy hút chân không rồi tắt. Rửa sạch thành phễu với khoảng 5ml hexan. Bật máy hút chân không và tắt.



11. Hoàn thành các bước 11-13 bằng phương pháp chiết tách pha rắn với HEM để làm bay hơi dung dịch.



12. Tính toán kết quả:

$$\frac{A - B}{V_{\text{mu}}} \times 1000$$

A= khối lượng đĩa với phần còn lại (g) (bước 21)

B= khối lượng đĩa ban đầu (g).

Ví dụ:

A= 6.2360

B= 6.2320

V mẫu= 0.950 L

$$\frac{6.2360 \text{ g} - 6.2320 \text{ g}}{0.950 \text{ L}} \times 1000 =$$

4.2 mg/L SGT-HEM

Kết quả ghi nhận là $\leq$ 5mg/L. SGT-HEM

Chiết tách pha rắn với SGT – HEM (HEM > 1000 mg/L)



1. Thêm hexan vào phần còn lại của đĩa nhôm từ kiểm tra HEM cho đến khi gần đầy nửa đĩa. (khoảng 60ml). Đun nóng một chút để hòa tan phần còn lại.



2. Rót hỗn hợp vào một bình thể tích 100ml. Rửa sạch đĩa cân và phễu nhiều lần với hexan và thêm vào bình định mức.



3. Pha loãng tới vạch định mức và lắc đều.



4. Tính toán thể tích để loại bỏ cho xử lý silica gel

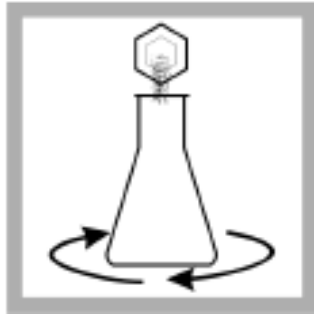
$$V_{1000} = \frac{100,000}{\text{HEM value}}$$

V_{1000} = thể tích chứa

1000ml HEM.



5. Loại bỏ kết quả tính ở bước 4 từ bình định mức và cho vào một bình erlen 125 mL. Thêm Hexane xấp xỉ đến vạch 100 ml.



6. Thêm 30g silica gel vào bình.

Nếu thể tích thêm trong bước 5 ít hơn 1000 mg HEM, tính toán lượng silica gel thêm vào dựa trên mg HEM đã được thêm vào bình định mức.

$3 \times \text{mg HEM trong chất lỏng} / 100 = \text{silica gel (g)}$



7. Hoàn thành bước 5 đến 12 trong quy trình chiết tách pha rắn với SGT-HEM (HEM < 1000 mg/L).



8. Hiệu chỉnh kết quả kiểm tra cho thể tích giảm được xử lý với silica gel

$$W_d \div \frac{100}{V_{1000}} = W_c$$

Với:

W_d = kết quả từ bước 12

V_{1000} = Thể tích loại bỏ để xử lý silica gel

W_c = kết quả hiệu chỉnh SGT-HEM

Các chất cản trở

Đối với các mẫu được biết là có chứa hàm lượng rất cao dầu và mỡ, sử dụng thể tích mẫu nhỏ hơn và sau đó hiệu chỉnh sự chênh lệch thể tích để được kết quả như mẫu 1L.

Nồng độ cao của các hạt trong mẫu nước có thể làm tắc nghẽn bộ lọc SPE hoặc giữ lại mực nước cao, có thể làm giảm hiệu quả chiết tách. Các hạt vô cơ dễ dàng lọc hơn so với các hạt hữu cơ. Các kỹ thuật sau đây có thể giúp lọc những mẫu có chứa hàm lượng các hạt cao:

Gạn lọc mẫu – cho phép mẫu lắng xuống và đổ phần trên vào phễu trước. Ngay trước khi khô, thêm phần còn lại của mẫu vào. Loại bỏ bất kỳ phần lắng cặn khỏi chai và đổ vào bộ lọc SPE. Sử dụng nước khử ion hóa để rửa bất kỳ hạt cặn nào còn lại trong chai.

Lọc sơ bộ hoặc lọc sợi– đặt bộ lọc lọc trước hoặc các sợi lọc sơ vào bộ nổi trước khi gắn phễu vào.

Tác nhân làm khô - thêm magie sulfate vào bộ lọc SPE hoặc trước bộ lọc để loại bỏ nước có thể bị ngậm bởi các hạt.

Chất trợ lọc - thêm vật liệu chẳng hạn như natri clorua, cát, đitomit hoặc hạt thủy tinh để giúp tăng tốc việc lọc hoàn toàn đối với các mẫu có chứa các hạt hữu cơ.

Phương pháp này không áp dụng đối với vật liệu bay hơi ở nhiệt độ dưới khoảng 85°C (185°F). Nhiên liệu dầu mỏ từ xăng qua # 2 dầu cặn có thể bị mất một phần trong hoạt động loại bỏ dung môi. Một số dầu thô và dầu ma-zut nặng có chứa một tỷ lệ đáng kể các vật liệu không hòa tan trong n-hexan. Độ thu hồi các chất này là thấp.

Lấy mẫu, bảo quản và lưu trữ

Thu thập 1L (950-1050 ml) mẫu vào một bình thủy tinh miệng rộng. Không rửa chai với mẫu trước khi thu thập. Mẫu phải ở nhiệt độ phòng trước khi kiểm tra.

Thể tích mẫu

Hoàn tất các bước với bước tiếp theo là đo đặc thể tích mẫu.

1. Sử dụng bút dùng trong phòng thí nghiệm để đánh dấu mức chất lỏng của mẫu trong bình đựng mẫu
2. Khi kiểm tra hoàn tất, đổ nước lấy từ vòi đến vạch đánh dấu này.
3. Đổ nước máy vào một xy lanh chia độ 1L và ghi lại thể tích. Sử dụng thể tích này cho thể tích mẫu sử dụng trong bước cuối cùng của quy trình kiểm tra đối với HEM hoặc SGT-HEM

Axit hóa mẫu

Mẫu phải được axit hóa với dung dịch axit hydrochloric (HCl) 1:1 sao cho pH mẫu bằng hoặc ít hơn 2 trước khi bắt đầu kiểm tra. Để xác định thể tích HCl cần sử dụng, lấy một mẫu riêng biệt, thêm HCl cho đến khi pH nhỏ hơn 2 và thêm đúng lượng axit này cho mỗi bình chứa mẫu trước khi thu thập. Không nhúng giấy pH, điện cực pH, thanh thủy tinh hoặc vật liệu khác vào mẫu vì dầu và mỡ trong mẫu có thể bám vào các vật này. Nếu không thể thực hiện phân tích ngay một vài giờ sau khi thu thập mẫu thì bảo quản các mẫu ở 0 - 4 ° C (32-39 ° F). Mẫu axit hóa có thể được lưu trữ trong 28 ngày.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Đối với báo cáo USEPA, mỗi phòng thí nghiệm đầu tiên phải xác định giá trị MDL (Giới hạn phát hiện tối thiểu) chấp nhận được và IPR (độ thu hồi và chính xác ban đầu) trước khi mẫu có thể được đo đạc. Trước khi xác định MDL hoặc IPR, phòng thí nghiệm phải thử thuốc thử với mẫu nước trắng để loại bỏ sự gây nhiễu.

Chuẩn bị dung dịch chuẩn

Các mục cần chuẩn bị:

- Axit Stearic, tối thiểu 98%
- Hexadecane, tối thiểu 98%
- Acetone để phân tích dư lượng hữu cơ, dư lượng ít hơn 1 mg / L

- Bình định mức loại A 100 mL
- Pipet đo thể tích loại A 10.0-mL
- Pipet đo thể tích loại A 15.0-mL

1. Cho 200 ($\pm$ 2) mg axit stearic và 200 ($\pm$ 2) mg hexadecane vào bình định mức 100 mL.
2. Thêm 75-85 ml acetone và lắc mạnh cho đến khi tất cả các vật liệu bị hòa tan.
3. Cho phép cân bằng tới nhiệt độ phòng và làm đầy thể tích với acetone. Trộn đều. Các nồng độ của dung dịch mẹ này là 4000 mg/L HEM (2000 mg / L SGT-HEM).
4. Sử dụng pipet định thể tích pha loãng dung dịch mẹ để sử dụng trong việc xác định MDL, IPR hoặc OPR.

Dung dịch chuẩn MDL

- a. Thêm 15 ml dung dịch mẹ vào bình định mức 100 mL sạch. Pha loãng đến vạch với acetone và trộn đều.
- b. Pipet 10 mL HEM (hoặc 20 ml HEM-SGT) vào một bình định mức 1-L. Pha loãng đến vạch bằng nước khử ion ở pH <2 và trộn đều. Nồng độ của dung dịch chuẩn này là 6 mg / L HEM (hoặc 6 mg / L SGT-HEM).

Dung dịch chuẩn IPR hoặc OPR

Thêm 10 ml dung dịch mẹ vào 1 lít nước khử ion và trộn đều. Nồng độ của dung dịch này là 40 mg / L HEM (20 mg / L SGT-HEM).

Lưu ý: Để kiểm tra lại nồng độ của dung dịch chuẩn IPR / OPR, sử dụng pipet để thêm 10 mL dung dịch chuẩn vào bình định mức hoặc đĩa đã cân biết khối lượng trước. Để cho acetone bay hơi trong tủ hút. Khi khô, cân bình hoặc đĩa. Khối lượng còn lại phải là 40 ($\pm$ 1) mg.

Yêu cầu của USEPA đối với MDL và IPR

MDL: đo lặp lại bảy lần dung dịch chuẩn 6 mg/L, tìm độ lệch chuẩn và nhân độ lệch chuẩn với 3.143 (số Student, t). Các giới hạn chấp nhận được là:

- HEM: ≤ 1.4 mg/L
- SGT-HEM: ≤ 1.6 mg/L

IPR: thực hiện theo quy trình xác định HEM và SGT -HEM (nếu cần thiết) bốn lần riêng biệt bằng cách sử dụng 40 mg/L HEM (20mg/L SGT-HEM) dung dịch chuẩn. Ghi nhận phần trăm trung bình độ thu hồi (x) và độ lệch chuẩn của cả HEM và SGT- HEM. Các giới hạn chấp nhận được là:

- HEM: Độ chính xác (s) $\leq 11\%$; độ thu hồi (x) 83–101%
- SGT-HEM: Độ chính xác (s) $\leq 28\%$; độ thu hồi (x) 83–116%

Kết quả thấp có thể là dấu hiệu của sự thất thoát trong quá trình chuyển định lượng hoặc thất thoát trong quá trình đun nóng. Kết quả cao có thể là dấu hiệu để khô không hoàn toàn hoặc bị ô nhiễm. Chạy một mẫu trắng trước khi chạy mẫu. Nếu kết quả mẫu trắng là hơn 5 mg, xác định và loại bỏ nguồn gây ô nhiễm. Sau khi thu được giá trị chấp nhận đối với MDL và IPR, giữ hồ sơ để USEPA xác minh.

Dầu và mỡ phân tích để báo cáo cho USEPA

Các dữ liệu sau đây với kết quả HEM và / hoặc SGT –HEM cho mỗi lần thực hiện đến 20 mẫu của một nguồn xả thải.

1. **Giá trị mẫu trắng:** phải ít hơn 5.0 mg/L đối với HEM và SGT-HEM.

Lưu ý: Có thể cần sử dụng một dung dịch chuẩn phù hợp với giới hạn nồng độ quy định, cao hơn 1 đến 5 lần so với nồng độ của mẫu (B) hoặc là ở nồng độ của độ thu hồi và độ chính xác đang phát triển, chọn giá trị nào cao nhất. Chia nồng độ spike cho 2 đối với HEM-SGT nếu sử dụng 40 mg / L HEM (20 mg / L SGT-HEM) tiêu chuẩn.

2. **OPR** (Ongoing precision and recovery-độ thu hồi và chính xác đang phát triển)

Thêm 10ml dung dịch chuẩn HEM 40mg/L (20 mg/L SGT-HEM) vào 1L mẫu và tiến hành các bước thí nghiệm. Giới hạn chấp nhận cho độ thu hồi là:

- HEM: 78–114%
- SGT-HEM: 64–132%

3. **MS và MSD (Ma trận spike và ma trận spike lặp lại)**

Đo nồng độ HEM và SGT-HEM của mẫu (B). Spike 10 ml dung dịch chuẩn HEM có nồng độ 40mg /L (20 mg / L SGT-HEM) vào hai mẫu dung tích 1L và đo nồng độ sau khi spike mẫu (A).

Tính toán phần trăm thu hồi như sau:

$$P_{\text{HEM (40 mg/L)}} = \frac{100 \cdot (A - B)}{T}$$

$$P_{\text{SGT-HEM}} = \frac{100 \cdot (A - B)}{T \cdot 2}$$

Trong đó:

A = Nồng độ của mẫu chưa spike

B = nồng độ của mẫu spike

T = nồng độ của dung dịch chuẩn dùng để spike mẫu

Nếu độ phục hồi cho HEM và SGT HEM nằm trong giới hạn chấp nhận được cho OPR (bước 2), tiếp theo tính toán sự khác biệt phần trăm tương đối (RPD).

$$\text{RPD} = \frac{\text{Conc}_{\text{MS}} - \text{Conc}_{\text{MSD}}}{\text{Conc}_{\text{MS}} + \text{Conc}_{\text{MSD}}} \cdot 200$$

Nếu RPD cho HEM là ≤ 18 và cho HEM-SGT ≤ 34 , tiếp tục bước 4. Nếu độ thu hồi thấp hơn RPD, có thể có chất gây nhiễu. Xác định và hiệu chỉnh sự gây nhiễu, sau đó lặp lại MS và MSD.

Sau khi kiểm tra năm lần test MS / MSD, tính toán độ thu hồi phần trăm trung bình (Pa) và độ lệch chuẩn của độ thu hồi phần trăm (sp). Ghi lại những con số này dưới dạng $Pa \pm 2SP$. Cập nhật đánh giá chính xác một cách thường xuyên (ví dụ, sau 5 -10 phép đo kiểm tra độ chính xác mới).

4. Hiệu chỉnh cân phân tích

Cân 2 mg và 1000mg khối lượng loại "S" trên cân phân tích trước và sau mỗi đợt phân tích. Nếu các giá trị không nằm trong 10% của khối lượng thực tế, hiệu chỉnh lại cân.

Tóm tắt phương pháp

Dầu và mỡ và các Hydrocarbons dầu tổng (TPH) bao gồm những chất có thể được phục hồi như là một chất hòa tan trong chất trích ly n-hexan. Những chất này bao gồm các chất như hydrocarbon tương đối không bay hơi, dầu thực vật, mỡ động vật, sáp, xà phòng, mỡ bôi trơn và các vật liệu liên quan. Khi phân tích dầu và mỡ (HEM) theo phương pháp trọng lượng, các chất được chiết xuất từ mẫu với n-hexan, sau đó n-hexan cho bay hơi. Lượng còn lại được cân để xác định nồng độ vật chất dầu và mỡ theo đơn vị mg/L.

Khi đo Hydrocarbons dầu tổng (SGT-HEM) theo phương pháp trọng lượng, các chất chiết xuất từ mẫu với n-hexan, sau đó trộn với silica gel để hấp thụ các thành phần không phải là TPH. Sau đó, n-hexan cho bay hơi. Giống như HEM, lượng còn lại được cân để xác định nồng độ hydrocarbon dầu tổng số.

Định nghĩa HEM và SGT-HEM

Dầu và mỡ là một thuật ngữ thông thường được sử dụng để xác định các chất ô nhiễm có tính chất này. Thuật ngữ mới hơn *n-Hexane Extractable Material* -vật liệu có thể chiết tách bằng n-hexan (HEM) cho thấy phương pháp này có thể được áp dụng cho các vật liệu khác dầu mỡ.

Tương tự như vậy, thuật ngữ Hydrocarbons dầu tổng (TPH) được sử dụng truyền thống để phân loại các vật liệu hydrocarbon béo. Thuật ngữ mới *Silica Gel Treated n-Hexane Extractable Material* -vật liệu chiết tách n-hexan xử lý với silica gel (SGT-HEM) cho thấy rằng phương pháp này có thể được áp dụng cho các vật liệu khác hydrocarbon dầu béo không được hấp thụ bởi silica gel.

Danh mục thay thế và tiêu thụ

Thuốc thử cần thiết

Mô tả	Số lượng/ test	Đơn vị	Mã hàng
Dung dịch chuẩn axit Hydrochloric, 1:1, (6N)	6 ml	500 ml	88449
Hexane, để phân tích dư lượng hữu cơ	100 – 200 ml	1 l	2510253
Methanol, loại ACS	10 ml	500 ml	1446449
Silica gel, 100-200 mesh (dùng cho SGT-HEM)	1 -30 g	500 g	2665034

Dụng cụ cần thiết

Mô tả	Số lượng/test	Đơn vị	Mã hàng
Cân phân tích, 115 VAC 60 Hz	1	cái	2936801
Chai rửa, 500 mL Teflon, FEP	1	cái	2505100

Chai rửa, 500 mL	1	3/pkg	2927204
Chai, miệng rộng, 1L	1	cái	2951401
Kẹp, khớp khuyên	2	cái	2503400
Xy lanh, 1L	1	cái	108153
Bình hút ẩm	1	cái	2088800
Giá đỡ đặt trong bình hút ẩm	1	cái	1428900
Bình định mức, erlen, 125 mL (cho SGT-HEM)	1	cái	50543
Bếp đun (gia nhiệt), 120 VAC, 50 Hz	1	cái	2344100
Nhãn, phòng thí nghiệm	1	cái	2092000
Tủ sấy, 120 VAC, 50 Hz	1	cái	1428900
Bơm, hút chân không, 27 in. Hg, 1.3 CFM	1	cái	2824800
SPE Consumables Kit	1	24/ pkg	2943800
Bộ dụng cụ khởi động SPE, phương pháp EPA 1664A	1	cái	2943231
Bộ dụng cụ thu hồi dung môi SPE	1	cái	2514300
Bếp khuấy từ, 120 VAC	1	cái	2343600
Thanh cá từ, 22.2*7.9 mm	1	cái	2095350
Thanh chống thẳng đứng	1	cái	2504900
Kẹp, nồi nấu kim loại, 9 inch	1	cái	56900

Dung dịch chuẩn nên dùng

Mô tả	Đơn vị	Mã hàng
Hexadecane, 99%	100 mL	2664842
Axit Stearic	500g	2664934

Các thuốc thử và dụng cụ tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã hàng
Axetone, phân tích dư lượng hữu cơ	1 L	2511053
Bình định mức loại A, 100 mL	cái	1457442
Bình định mức loại A, 1L	cái	1457453
Giấy pH, 0 - 14	100/ pkg	2601300
Lọc pipet, bình an toàn	cái	1465100
Pipet, huyết thanh, 10 mL	cái	53238
Pipet, đo thể tích, loại A, 10 mL	cái	1451538
Pipet, đo thể tích, loại A, 15 mL	cái	1451539
Silica gel với chỉ thị (cho bình hút ẩm)	454g	1426901