Chỉ số Permanganate, LR

Chỉ số Permanganate **Phương pháp 10262**

LR (0.50-5.00 mg/L COD_{Mn}) **Test 'N Tube™ Vials**

Phạm vi ứng dụng: Chủ yếu cho nước ăn uống, nước thô và nước mặt, cũng có thể dùng cho nước thải trong một số điều kiện nhất định; Yêu cầu phải phá mẫu.

Chuẩn bị thí nghiệm

Thông tin cụ thể cách sử dụng dụng cụ thí nghiệm

Bảng Thông tin cụ thể-dụng cụ thí nghiệm trình bày các yêu cầu khác nhau giữa các dụng cụ. Để sử dụng bảng này, chọn dụng cụ thí nghiệm sau đó đối chiếu sang hàng ngang để tìm thông tin tương ứng cần thiết để thực hiện thí nghiệm.

Bảng 1 Thông tin cụ thể- dụng cụ thí nghiệm

Thiết bị	Miếng chắn sáng	Adapter
DR 6000	—	—
DR 5000	—	—
DR 3900	LZV 849	—
DR 2800	LZV 646	—
DR1900	9608500	9609900

Trước khi thực hiện thí nghiệm:

Chỉ áp dụng với DR 2800, DR1900 và DR 3900: Đặt miếng chắn sáng vào buồng đo #2 trước khi thực hiện thí nghiệm.
Đeo dụng cụ bảo vệ mắt và quần áo bảo hộ thích hợp để bảo vệ người sử dụng. Nếu có tiếp xúc xảy ra, xả vùng bị ảnh hưởng dưới nước. Xem và thực hiện theo các hướng dẫn trong tờ An toàn hóa chất cẩn thận MSDS
Thuốc thử bị chảy tràn sẽ ảnh hưởng đến độ chuẩn xác của thí nghiệm và nguy hiểm cho da và các vật liệu khác. Đặc biệt khi thuốc thử đang nóng thì rất nguy hiểm ở điều kiện đang thí nghiệm. Cần phải chuẩn bị để rửa sạch hóa chất bị chảy tràn với nước chảy liên tục.
Một số hóa chất và dụng cụ được sử dụng có thể nguy hại đến sức khỏe và sự an toàn của người sử dụng nếu không được xử lý đúng cách hoặc được sử dụng vô ý. Đọc tất cả cảnh báo liên quan trong tờ MSDS.
Permanganate Index Reduction Solution là dung dịch chỉ được sử dụng trong một lần của thí nghiệm. Kết quả có thể sai nếu được sử dụng lại. Xem và thực hiện theo các bước đọc kết quả trên máy cẩn thận.
Chú ý sự khác biệt giữa mẫu trắng của các mẫu khác nhau. Các dung dịch chuẩn hoặc mẫu trên 5.0 mg/L COD_{Mn} cần được pha loãng trước khi phân tích và sử dụng nước khử ion làm mẫu trắng. Tuy nhiên, các mẫu không pha loãng nên sử dụng nước khử ion không màu làm mẫu trắng. Xem và thực hiện theo các bước đọc kết quả trên máy cẩn thận.

Permanganate Index, LR

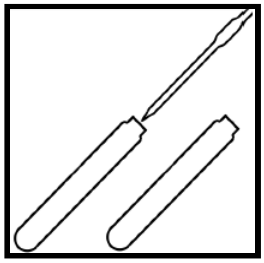
Thu thập các dụng cụ, thuốc thử sau

Mô tả	Số lượng
Permanganate Index Test ‘N Tube Reagent Set, LR, 0 – 5 mg/L	1
Bếp DRB200	1
Miếng chắn sáng hoặc adapter (xem bảng 1)	1
Pipet, nhiều thể tích, Digital, 100-1000 µL, với đầu hút	1
Pipet, định thể tích, 5.00 mL	1
Ống bóp cao su có van an toàn	1
Hoặc Pipet, nhiều thể tích, 1–5 mL	1
Khay chứa ống nghiệm	1

Xem Danh mục các thiết bị và hóa chất để biết thêm thông tin

Quy trình phá mẫu

1. Bật bếp nung DRB 200，cài đặt chương trình gia nhiệt “100 °C, 30 phút”, cho gia nhiệt trước đến 100°C。



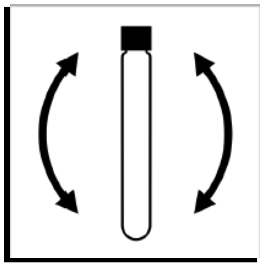
2. **Chuẩn bị mẫu và mẫu trắng**:

   Đối với **mẫu được pha loãng**, giữ hai ống nghiệm Permanganate Index Test’N Tube góc 45 độ. Sử dụng pipet sạch để lấy 2.00 mL mẫu vào ống thứ nhất.và 2.00 mL nước khử ion vào ống thứ hai.

   Đối với **mẫu không pha loãng,** chỉ pipet 2.00 mL mẫu vào một ống nghiệm.

3. Pipet 0.2mL dung dịch KMnO4 (Potassium permanganate) cho vào ống TNT.

   Chú ý: Lắc nhẹ lọ thủy tinh màu nâu có chứa dung dịch trước khi bổ sung vào ống TNT

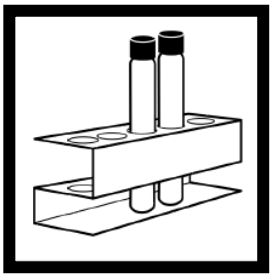


4. Vặn chặt lại nắp ống nghiệm. Và đảo nhẹ nhiều lần để xáo trộn

Quy trình phá mẫu (tiếp theo)

5. Đặt các ống nghiệm vào bếp gia nhiệt DRB200 đã nóng. Đậy nắp bảo vệ và để gia nhiệt các ống nghiệm trong 30 phút..

   Chú ý: Nên đặt các ống ở hàng 2, 3 và 4 của buồng nung.

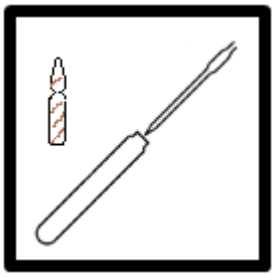


6. Tắt bếp. Lấy các ống nghiệm ra khỏi bếp nung và lắc đảo ống tức thì nhiều lần khi còn nóng. Đặt ống vào khay chứa nhúng trong nước xả từ vòi để làm nguội xuống nhiệt độ phòng (luôn luôn cần ít nhất 5 phút)

   Chú ý: Làm mát tức thì rất quan trọng nếu không có thể ảnh hưởng đến kết quả đọc .

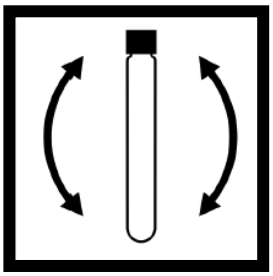
Đọc kết quả trên máy quang phổ

1. Lấy ống nghiệm ra khỏi nước và dùng khăn giấy lau sạch bên ngoài.

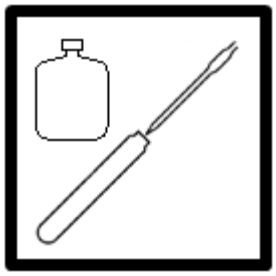


2. Mở nắp các ống nghiệm. Mở ống ampul chứa dung dịch khử Permanganate Index và pipet 0.2 mL cho vào tứng ống nghiệm.

   Chú ý: Chất khử không ổn định sau khi mở ống ampul. Chỉ có thể sử dụng dung dịch một ống cho mẫu/mẫu trắng

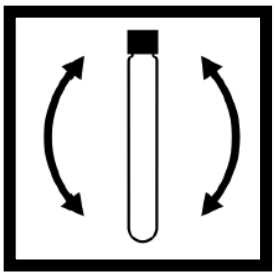


3. Vặn chặt nắp và đảo nhiều lần để xáo trộn đều .



4. Mở nắp và pipet 5mL dung dịch chỉ thị Permanganate Index Indicator vào từng ống nghiệm.

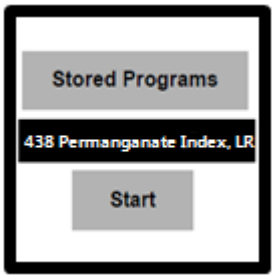
Colorimetric determination (continued)



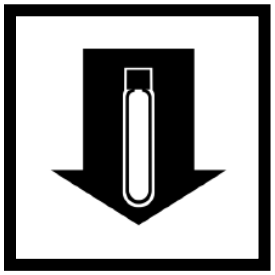
5. Vặn chặt nắp vào đảo nhiều lần để xáo trộn .

6. Bật đồng hồ đếm thời gian và chờ trong 3 phút.

   Chú ý: Hoàn tất các bước còn lại trong vòng 30 phút nếu không kết quả đọc có thể bị thấp

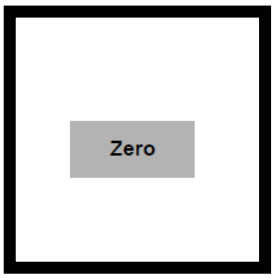


7. Chọn chương trình 438.

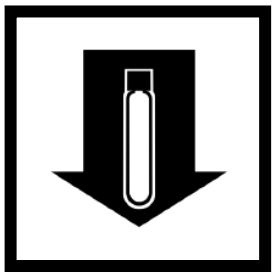


8. Đối với **mẫu pha loãng**: Lau bên ngoài ống chứa mẫu trắng. Đặt ống vào buồng đo dùng cho ống 16-mm

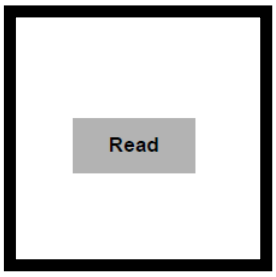
   Đối với **mẫu không pha loãng**, sử dụng pipet định mức sạch để lấy 5.0 mL nước khử ion cho vào ống nghiệm làm mẫu trắng.



9. **ZERO** máy. Màn hình hiển thị: 0 .00 mg/L CODMn.



10. Lau sạch bên ngoài ống chứa mẫu. Đặt vào buồng đo dùng cho ống 16-mm



11. **READ** đọc kết quả theo mg/L CODMn.

Mẫu trắng để xác định độ màu

Mẫu trắng khá khác biệt đối với mẫu pha loãng hay không pha loãng trong bước xác định kết quả trên máy. Đối với mẫu được pha loãng, mẫu trắng phải được nung theo quy trình phá mẫu; đối với mẫu không pha loãng, mẫu trắng có thể được sử dụng lặp lại cho bước đọc zero đối với cùng một lô thuốc thử. Bảo quản mẫu trắng trong tối.

Chất gây nhiễu

Clorin tự do nồng độ trên 3.5 mg/L Cl_2 có thể gây nhiễu âm

Thu thập và bảo quản mẫu

• Thu thấp ít nhất 100 mL mẫu vào các chai thủy tinh sạch.

• Để đảm bảo các mẫu mang tính đại diện, đồng bộ hóa các mẫu có chứa chất rắn bằng cách xáo trộn mẫu với dụng cụ xay nhuyễn.

• Phân tích các mẫu tức thì hoặc bảo quản với axit sulfuric. Mẫu được xử lý axit sulfuric xuống pH< (khoảng 2 mL/L), và để lạnh ở 0 đến 4 °C có thể lưu trong 2 ngày. Điều chỉnh kết quả nếu có sự gia tăng thể tích cho bổ sung axit.

Mẫu vượt thang đo

Pha loãng
Xáo trộn mẫu thật đều và lấy ít nhất 10 mL đem pha loãng. Xáo trộn với một hay nhiều phần nước khử ion. Không được pha loãng mẫu với hệ số trên 10. Điều chỉnh kết quả với hệ số pha loãng.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp dung dịch chuẩn
Cần có để thực hiện:

• Dung dịch chuẩn COD (Permanganate Method, GBW (E) 080274)

• Nước khử ion

1. Dung dịch chuẩn COD được pha chế bằng cách một lượng nhất định glucose với nước khử ion và nồng độ của từng chai được xác định bằng phương pháp chuẩn độ theo *Water Quality-Determination of Permanganate Index (GB 11892-1989)*.Tính tỉ lệ pha loãng từ nồng độ được chọn và pha loãng đến 2.0 mg/L từ dung dịch chuẩn COD.
2. Sử dụng dung dịch chuẩn COD 2.0-mg/L thay cho mẫu và dùng nước khử ion làm mẫu trắng. Thực hiện các bước phá mẫu và đọc kết quả như quy trình ở trên cho xác định chỉ số *Permanganate Index.*
3. Để điều chỉnh đường chuẩn theo kết quả đọc thu được với dung dịch chuẩn, vào Standard Adjust trên máy:

Thiết bị	Đường dẫn
DR 6000	**OPTIONS>MORE>STANDARD ADJUST**
DR 5000	**OPTIONS>MORE>STANDARD ADJUST**
DR 3900	**OPTIONS>MORE>STANDARD ADJUST**
DR 2800	**OPTIONS>MORE>STANDARD ADJUST**

4. Bật chức năng Standard Adjust và xác nhận giá trị nồng độ hiển thị. Nếu thay nồng độ khác, nhập vào giá trị và điều chỉnh đường chuẩn theo giá trị đó.

Hiệu quả phương pháp

Chương trình	Thiết bị	Chất chuẩn	Độ chính xác—95% độ tin cậy theo giới hạn của phân phối chuẩn	Độ nhạy— Δ nồng độ/ 0.010 Δ Abs
438	DR 6000	2.00 mg/L COD	1.90–2.10 mg/L COD_{Mn}	0.020 mg/L COD_{Mn}
	DR 5000	2.00 mg/L COD	1.90–2.10 mg/L COD_{Mn}	0.019 mg/L COD_{Mn}
	DR 3900	2.00 mg/L COD	1.90–2.10 mg/L COD_{Mn}	0.020 mg/L COD_{Mn}
	DR 2800	2.00 mg/L COD	1.90–2.10 mg/L COD_{Mn}	0.020 mg/L COD_{Mn}

Tóm tắt phương pháp

Chỉ số Permanganate được định nghĩa là lượng O_2 (theo mg) được tiêu thụ trên một lít mẫu dưới điều kiện của quy trình này. Mẫu được gia nhiệt ở 100 °C trong 30 phút với lượng KMnO4 và axit sulfuric đã định trước. Hợp chất vô cơ và hữu cơ có thể được oxy hóa sẽ phản ứng và lượng KMnO4 dư sẽ phản ứng với dung dịch khử. Dung dịch chỉ thị phản ứng với lượng dung dịch khử còn lại để tạo thành dung dịch có màu cam tỉ lệ thuận với nồng độ của dung dịch khử còn dư trong phản ứng. Kết quả được đo ở bước sóng 510 nm.

Danh mục các thiết bị và hóa chất có thể sử dụng và thay thế

Thuốc thử cần thiết

Description	Quantity/Test	Unit	Catalog number
Permanganate Index Test ‘N tube Reagent Set, LR, 0.50-5.00mg/L			25156000
Permanganate Index Test ‘N Tube Reagent	1-2 vial	50/pkg	251560VLB
Permanganate Index Indicator Solution	5 – 10 mL	100 mL/bottle	25171010
Permanganate Index Reduction Solution	0.2 – 0.4 mL	2 mL/vial	25152000
Potassium Permanganate solution	0.2 – 0.4 mL	20 mL/bottle	25171500

Dụng cụ cần thiết

Description	Quantity/Test	Unit	Catalog number
DRB200 Reactor, 110 V, 15 x 16 mm	1	each	LTV082.53.40001
OR			
DRB200 Reactor, 220 V, 15 x 16 mm	1	each	LTV082.52.40001
Pipet, Variable Volume, Digital, 100-1000 µL	1	each	2794900
Pipet Tips, for 2794900 pipet	1	1000/pkg	2795000
Pipet, variable volume, 1–5 mL	1	each	2795100
Pipet Tips, for 27951-00 pipet	1	1000/pkg	2795200
Test Tube Rack	1	each	1864100

Goggles, Safety vented	—	each	2550700
Gloves, Chemical Resistant, 9-9½”	—	1 pair	2410104

Chất chuẩn và dụng cụ tùy chọn

Description	Unit	Catalog number
Pipet, volumetric, 2-mL, Class A	each	1451536
Pipet, volumetric, 5-mL, Class A	each	1451537
Pipet filler, Safety Bulb	each	1465100
Sulfuric Acid, conc	500 mL	97949
pH Paper, 0–14 pH range	100/pkg	2601300