

Crôm, tổng số

DOC316.53.01034

Alkaline Hypobromite Oxidation Method¹

Phương pháp 8024

0.01 đến 0.70 mg/L Cr (máy quang phổ)

Dạng gói bột

0.01 đến 0.60 mg/L Cr (máy so màu)

Phạm vi ứng dụng: Cho nước và nước thải²

¹ Được chấp nhận bởi Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater

² Quy trình tương đương với USEPA và Standard Methods 3500-Cr D cho nước thải



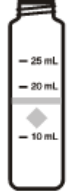
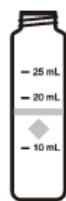
Chuẩn bị thí nghiệm

Thông tin thiết bị thí nghiệm

Bảng 1 cung cấp thông tin thiết bị có chương trình test này. Bảng cũng cho biết cốc đo và yêu cầu hướng đặt cho các test thuốc thử bỏ vào mẫu như test gói dạng bột hoặc test thuốc thử pha chế.

Để sử dụng bảng này, chọn thiết bị 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 thiết bị thí nghiệm

Thiết bị	Hướng đặt cell đo	Cốc xáo trộn	Cốc đo
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Đường vạch định mức hướng phải	2401906 	2495402 
DR 5000 DR 3900	Đường vạch định mức hướng về phía người sử dụng		
DR 900	Dấu vạch định mức hướng về phía người sử dụng	2401906 	2401906 

Trước khi bắt đầu thí nghiệm:

Đậy nắp che buồng đo trên máy DR900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ
Để cho kết quả tốt nhất, thực hiện xác định mẫu trắng thuốc thử cho từng lô thuốc thử mới. Thay thế mẫu bằng nước khử ion trong các bước thí nghiệm để xác định giá trị mẫu trắng thuốc thử. Trừ giá trị này vào kết quả của mẫu tự động với chức năng điều chỉnh mẫu trắng thuốc thử.
Chuẩn bị bếp cách thủy cho quy trình phân tích. Sử dụng bao tay chống nóng để giữ cốc mẫu nóng
Xem qua Bảng thông tin an toàn hóa chất (MSDS/SDS) đối với các hóa chất sử dụng. Khuyến cáo nên sử dụng

dụng cụ bảo hộ cá nhân.
Thải bỏ các dung dịch đã phản ứng theo quy định của địa phương, bang và liên bang. Tham khảo Bảng thông tin an toàn hóa chất để có thông tin về thải bỏ đối với các thuốc thử không sử dụng. Tham khảo từ nhân viên phụ trách về Môi trường, An toàn và Sức khỏe của công ty và các cơ quan quản lý địa phương để có thông tin thêm về việc thải bỏ hóa chất.

Thu thập các dụng cụ, hóa chất sau:

Gói dạng bột

Mô tả	Số lượng
Acid Reagent Powder Pillow	1
ChromaVer® 3 Chromium Reagent Powder Pillow, 25-mL	1
Chromium 1 Reagent Powder Pillow	1
Chromium 2 Reagent Powder Pillow	1
Bếp nung	1
Bồn cách thủy và khay giữ	1
Bao tay chống nóng	1 cặp
Cốc xáo trộn (xem Thông tin thiết bị thí nghiệm)	1
Cốc đo (xem Thông tin thiết bị thí nghiệm)	2

Xem [Các vật liệu bị tiêu hao và có thể thay thế](#) để biết thêm thông tin.

Thu thập và bảo quản mẫu

Thu thập mẫu trong bình thủy tinh sạch hoặc bình nhựa đã được rửa sạch với axit HCl 6N (1:1) và rửa lại với nước khử ion

Để bảo quản mẫu phân tích sau, điều chỉnh pH mẫu xuống dưới 2 bằng axit nitrit đậm đặc (xấp xỉ 2mL vào 1L nước). Không cần bổ sung axit nếu phân tích mẫu ngay tức thì.

Giữ mẫu đã bảo quản ở nhiệt độ phòng trong tối đa 6 tháng.

Trước khi đem phân tích, điều chỉnh pH lên 4 bằng dung dịch NaOH 5N

Điều chỉnh kết quả cuối cùng cho sự pha loãng gây ra bởi sự gia tăng thể tích mẫu

Quy trình phân tích sử dụng gói bột



1. Khởi động chương trình 100, Chromium, Total. Để có thông tin cốc mẫu, adapter hoặc miếng chặn sáng, tham khảo Thông tin thiết bị ở trang 1

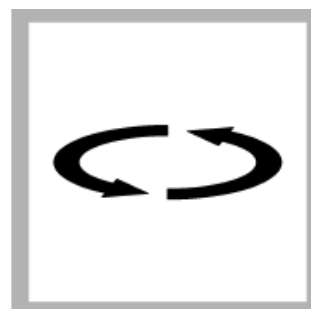
Chú ý: Mặc dù tên gọi khác nhau giữa các thiết bị nhưng số của chương trình không thay đổi.



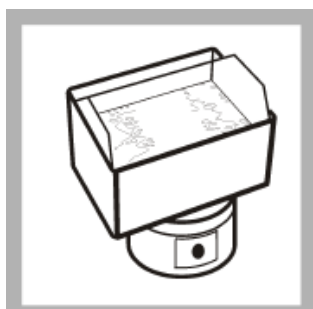
2. Đổ 25mL mẫu vào cốc đo 25mL



3. **Chuẩn bị mẫu:**
Cho 1 gói bột Chromium 1 Reagent vào cốc



4. Đảo tròn để xáo trộn đều



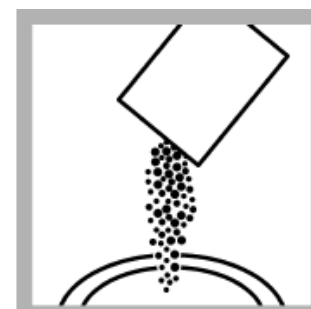
5. Không đậy nắp cốc. Đặt mẫu đã chuẩn bị vào bếp nung cách thủy.



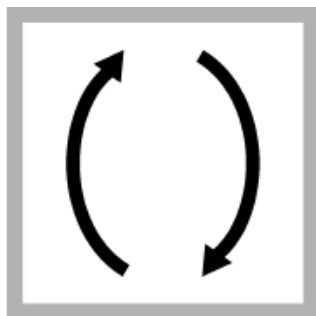
6. Khởi động đồng hồ đếm thời gian. Phản ứng trong 5 phút bắt đầu



7. Khi hết thời gian phản ứng, lấy cốc đo từ bếp nung cách thủy. Đậy nắp cốc. Xả dưới vòi nước để làm nguội cốc đo xuống 25°C



8. Cho 1 gói Chromium 2 Reagent vào.



9. Đặt nút chặn lên cốc đo. Đảo cốc để xáo trộn đều.



10. Cho 1 gói Acid Reagent vào cốc



11. Đảo tròn để xáo trộn đều.



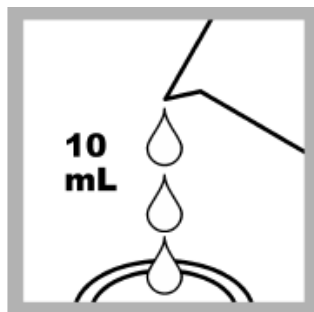
12. Cho 1 gói Chromium 3 Reagent vào.



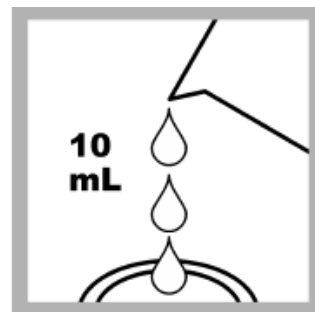
13. Đảo tròn để xáo trộn đều



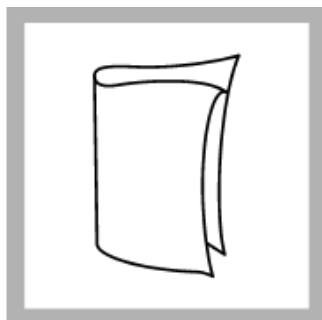
14. Khởi động đồng hồ đếm thời gian. Phản ứng trong 5 phút bắt đầu



15. Trong thời gian phản ứng, đổ 10mL dung dịch từ cốc xáo trộn vào cốc mẫu khác dùng để đo. Đây là mẫu đã được chuẩn bị.



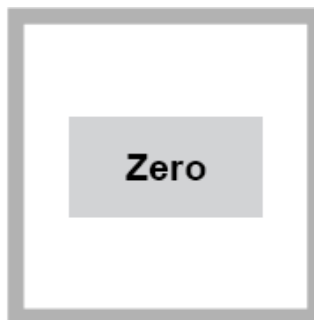
16. **Chuẩn bị mẫu trắng:** Khi hết thời gian phản ứng, đổ 10mL mẫu nguyên thủy vào cốc đo thứ hai.



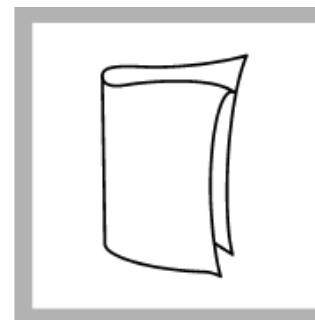
17. Lau sạch bên ngoài mẫu trắng



18. Đặt mẫu trắng vào buồng đo



19. Nhấn ZERO. Màn hình hiển thị 0.00mg/L Cr



20. Lau sạch bên ngoài mẫu đã chuẩn bị



21. Đặt mẫu đã chuẩn bị vào buồng đo



22. Nhấn READ. Kết quả đọc mg/L Cr.

Chất gây nhiễu

Chất cản trở	Mức độ gây nhiễu
Chất hữu cơ	Có thể cản trở sự oxy hóa hoàn toàn Cr III. Nếu mẫu có mặt chất hữu cơ mức cao, cần thực hiện phá hủy mẫu. Thực hiện việc phân tích như mô tả ở các bước trên cho mẫu đã được phá.
Độ đục	Đối với mẫu bị đục, sử dụng quy trình phân tích chuẩn bị 25mL mẫu trắng cùng cách thức với mẫu đã được chuẩn bị nhưng không cho gói ChromaVer 3 Chromium Reagent. Sử dụng mẫu trắng này để đọc ZERO
Mẫu có tính đệm cao hoặc pH cực thấp	Có thể ngăn ngừa bằng sự điều chỉnh pH của thuốc thử đối với mẫu. Có thể cần tiền xử lý mẫu.

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.

Cần chuẩn bị:

- Trivalent Chromium Standard Solution, 50 mg/L Cr³⁺
- Pipet định mức, 5-mL, Class A và đầu bóp
- Ống đong xáo trộn (4), 25 mL
- Nước khử ion
- Pipet, TenSette®, 0.1–1.0 mL và đầu hút

1. Chuẩn bị dung dịch chuẩn Cr(III) 12.5 mg/L như sau:

- a. Dùng TenSette® Pipet để cho 5.00mL dung dịch chuẩn 50 mg/L Cr³⁺ vào ống đong 25mL

-
- b. Pha loãng đến vạch 20mL bằng nước khử ion. Chuẩn bị dung dịch này hằng ngày
 2. Thực hiện theo các bước của phương pháp để xác định nồng độ của mẫu, sau đó giữ lại mẫu này trong máy
 3. Vào mục Standard Addition trong menu máy
 4. Chọn các giá trị cho nồng độ dung dịch chuẩn, thể tích mẫu và thể tích bổ sung
 5. Chuẩn bị 3 mẫu bổ sung (spiked sample): sử dụng TenSette pipet 0.1 mL, 0.2 mL, 0.3 mL dung dịch chuẩn đã chuẩn bị cho vào lần lượt 3 ống chứa 25 mL mẫu mới. Xáo trộn đều.
 6. Thực hiện theo các bước của phương pháp để xác định nồng độ của 3 mẫu đã được bổ sung. Bắt đầu từ mẫu có lượng bổ sung thấp nhất. Đọc kết quả của từng mẫu trên máy.
 7. Chọn **Graph** để so sánh kết quả thực tế với kết quả dự kiến.

Chú ý: Nếu kết quả thực tế khác biệt lớn với kết quả dự kiến, kiểm tra lại thể tích mẫu, thể tích bổ sung có được đo đúng. Thể tích mẫu và bổ sung phải tương ứng với giá trị nồng độ chọn trong menu. Nếu kết quả không nằm trong mức cho phép thì mẫu có thể chứa chất gây nhiễu nào đó.

Phương pháp dung dịch chuẩn

Sử dụng phương pháp dung dịch chuẩn để kiểm định quy trình phân tích, thuốc thử và thiết bị.

Cần chuẩn bị:

- Trivalent Chromium Standard Solution, Voluette® Ampule, 50 mg/L Cr³⁺
 - Bình đong 500mL, Class A
 - Pipet định mức, 5-mL Class A và đầu bóp an toàn
 - Nước khử ion
1. Chuẩn bị dung dịch chuẩn 0.50 mg/L Cr(III) như sau:
 - a. Cho 0.2503g KCN vào bình đong 1L
 - b. Pha loãng bằng nước khử ion đến vạch định mức. Xáo trộn đều. Chuẩn bị dung dịch stock mỗi tuần
 2. Chuẩn bị dung dịch chuẩn 0.200 mg/L CN⁻ như sau:
 - a. Dùng TenSette® Pipet để cho 5.00mL dung dịch chuẩn 50 mg/L Cr³⁺ vào bình đong
 - b. Pha loãng đến vạch định mức bằng nước khử ion. Chuẩn bị dung dịch này hằng ngày
 3. Thực hiện theo các bước của phương pháp để xác định nồng độ của dung dịch chuẩn đã pha.
 4. So sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế

Chú ý: Hiệu chuẩn bởi nhà sản xuất có thể được điều chỉnh với tùy chọn điều chỉnh đường chuẩn sao cho thiết bị hiển thị giá trị dự kiến của dung dịch chuẩn. Đường hiệu chuẩn điều chỉnh sẽ được áp dụng cho các kết quả test. Việc điều chỉnh có thể gia tăng độ chuẩn xác của test khi có sự chênh lệch nhỏ trong thuốc thử hoặc giữa các thiết bị.

Hiệu quả phương pháp

Dữ liệu hiệu quả của phương pháp theo kết quả thu được từ các kiểm nghiệm phòng thí nghiệm thực hiện trên một máy quang phổ trong điều kiện thí nghiệm lý tưởng. Người sử dụng có thể thu được kết quả khác dưới điều kiện thí nghiệm khác.

Chương trình	Dung dịch chuẩn	Giới hạn phân phối 95% độ tin cậy	Độ nhạy, nồng độ thay đổi trên mỗi 0.010 Abs thay đổi
100	0.500 mg/L Cr	0.47–0.53 mg/L Cr	0.005 mg/L Cr

Tóm tắt phương pháp

Crom (III) trong mẫu được oxy hóa thành dạng Cr (VI) bởi ion hypobromite dưới điều kiện môi trường kiềm. Mẫu được axit hóa. Thành phần tổng Crom được xác định bằng phương pháp 1,5-Diphenylcarbohydrazide. Xác định Cr (III) bằng cách trừ kết quả của tổng Crom cho thí nghiệm xác định Cr (VI) riêng. Kết quả thí nghiệm được đo tại bước sóng 540 nm trên máy quang phổ và ở bước sóng 560nm trên máy so màu.

Vật liệu bị tiêu hao và có thể thay thế

Thuốc thử yêu cầu

Description	Quantity/test	Unit	Item no.
Chromium, total, Reagent Set	1	100/pkg	2242500
Includes:			
Acid Reagent Powder Pillow	1	100/pkg	212699
ChromaVer® 3 Chromium Reagent Powder Pillow, 25-mL	1	100/pkg	1206699
Chromium 1 Reagent Powder Pillow	1	100/pkg	204399
Chromium 2 Reagent Powder Pillow	1	100/pkg	204499

Dụng cụ yêu cầu

Description	Quantity/test	Unit	Item no.
Hot plate, 4-inch round	1	each	1206701
OR			
Hot plate, stirrer, 220–240 VAC	1	each	2881602
Water bath and rack	1	each	195555

Dung dịch chuẩn khuyến khích sử dụng

Description	Unit	Item no.
Chromium Trivalent Standard Solution, 50-mg/L Cr ³⁺	100 mL	1415142

Thuốc thử và dụng cụ tùy chọn

Description	Unit	Item no.
Finger cots	2/pkg	1464702
Flask, volumetric, Class A, 500-mL glass	each	1457449
Pipet, volumetric 5.00-mL	each	1451537
Pipet, TenSette [®] , 0.1–1.0 mL	each	1970001
Pipet tips for TenSette [®] Pipet, 0.1–1.0 mL	50/pkg	2185696
Pipet, volumetric Class A, 15-mL	each	1451539
Pipet filler, safety bulb	each	1465100
Mixing cylinder, graduated, 25-mL	each	189640