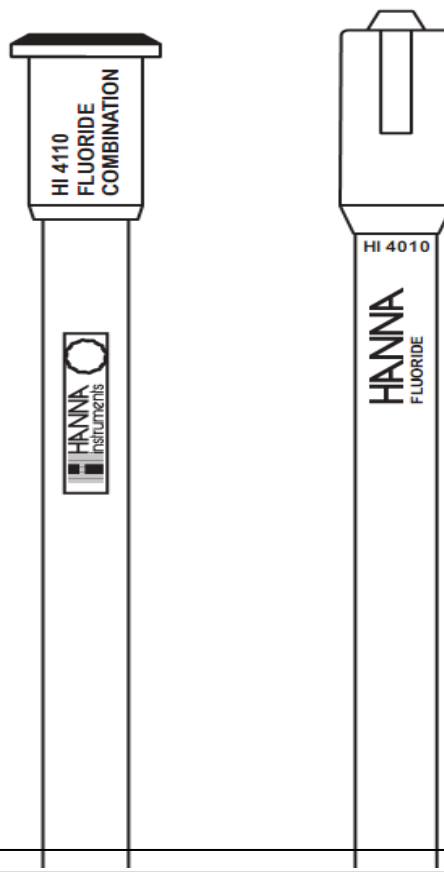


HƯỚNG DẪN SỬ DỤNG

HI 4010 – HI 4110 ĐIỆN CỰC ĐO ION FLUORIDE



Kính gửi Quý Khách Hàng,

Cảm ơn Quý khách đã chọn sản phẩm của Hanna. Xin vui lòng đọc kỹ hướng dẫn sử dụng (HDSĐ) này trước khi sử dụng thiết bị. HDSĐ này cung cấp đầy đủ thông tin cần thiết để sử dụng đúng thiết bị, đồng thời giúp người sử dụng có khái niệm rõ ràng trong việc ứng dụng rộng rãi thiết bị. Thiết bị được sản xuất theo đúng tiêu chuẩn CE.

BẢO HÀNH

KHÔNG BẢO HÀNH NẾU KHÔNG CÓ PHIẾU BẢO HÀNH và các hư hỏng do thiên tai, sử dụng không đúng, tùy tiện tháo máy hay do thiếu sự bảo dưỡng máy như yêu cầu.

HI4010 và HI4110 bảo hành 6 tháng cho điện cực để phòng các khiếm khuyết do sản xuất và do vật liệu chế tạo máy xuất hiện trong quá trình dùng thiết bị theo đúng mục đích sử dụng và đúng chế độ bảo dưỡng như hướng dẫn. Việc bảo hành bao gồm sửa chữa và miễn phí công thay thế phụ tùng chỉ khi máy bị lỗi do quá trình chế tạo.

Nếu có yêu cầu bảo trì sửa chữa, hãy liên hệ nhà phân phối thiết bị cho quý khách. Nếu trong thời gian bảo hành, hãy báo mã số thiết bị, ngày mua, số seri và tình trạng hư hỏng. Nếu việc sửa chữa không có trong chế độ bảo hành, quý khách sẽ được thông báo trước các cước phí cần trả.

Trường hợp gửi thiết bị về Hanna Instruments, hãy liên hệ phòng kỹ thuật trước 028.39260.457 - 0909.125.315, sau đó gửi hàng kèm phiếu bảo hành (Người gửi tự trả cước).

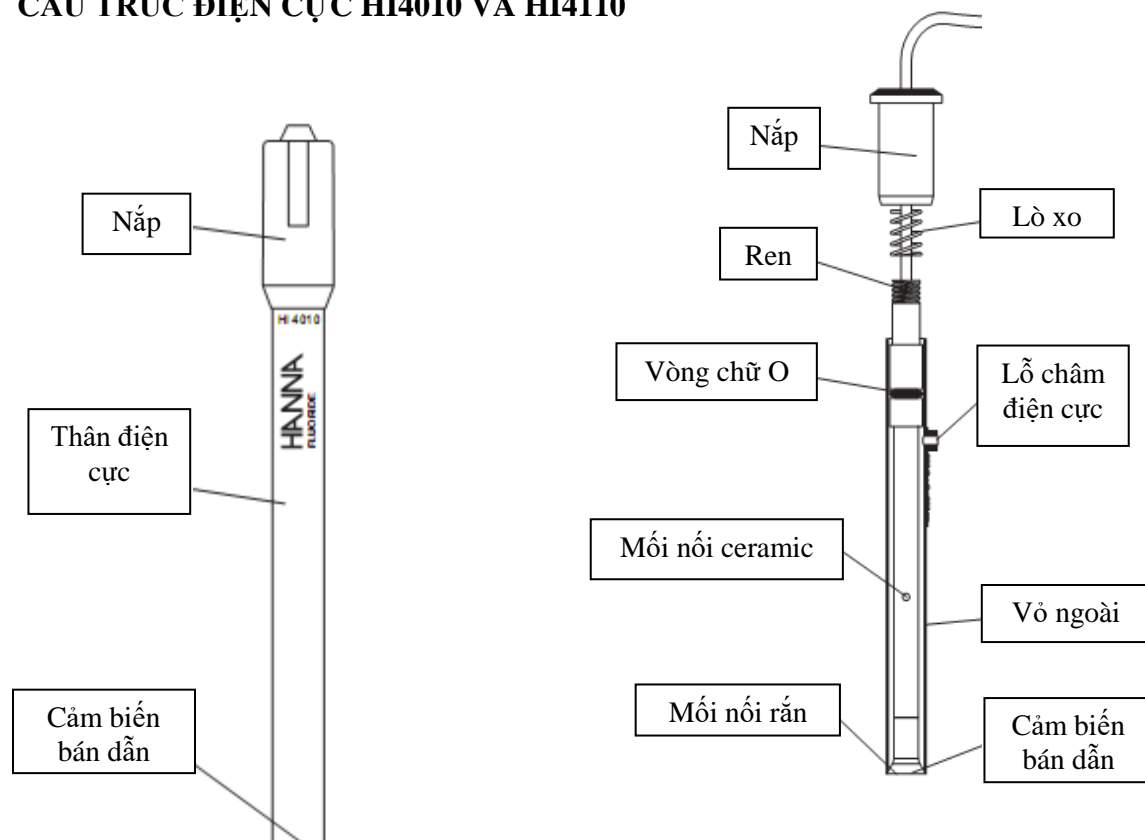
Khi vận chuyển bất kỳ thiết bị nào, cần đảm bảo khâu đóng gói để bảo vệ hàng an toàn. Mọi bản quyền đã được đăng ký. Cấm sao chép toàn bộ hay một phần sản phẩm mà không được sự cho phép của công ty Hanna Instruments, 584 Park East Drive, Woonsocket, Rhode Island, 02895, USA, chủ bản quyền.

| |
|--|
| <p>Hanna Instruments đăng ký quyền sửa đổi thiết kế, cấu trúc và hình dáng sản phẩm mà không cần báo trước.</p> |
|--|

THÔNG SỐ KỸ THUẬT

| | |
|--|--|
| Loại điện cực | Điện cực rắn với màng bán dẫn Lanthanum Fluoride |
| Ion đo | Fluoride (F^-) |
| Thang đo | Bão hòa đến $1 \times 10^{-6} M$ Bão hòa đến 0.02 ppm |
| Ion gây nhiễu | OH^- |
| Lưu ý: | |
| <ul style="list-style-type: none"> Các ion như Al^{3+}, Fe^{3+} tạo phức với F^- sẽ làm giảm nồng độ F^-, dung dịch TISAB được khuyến cáo sử dụng trong trường hợp trên. Khi $pH < 5$, ion H^+ liên kết với F^- tạo thành HF vì vậy nếu đo Fluoride tổng nên tăng pH dung dịch > 5. | |
| Nhiệt độ hoạt động | 0-80°C |
| pH của mẫu | 5 đến 8 |
| Kích thước | 12 mm (OD) x 120 mm |
| Cổng kết nối | BNC |

CẤU TRÚC ĐIỆN CỰC HI4010 VÀ HI4110



CÁC THIẾT BỊ VÀ DUNG DỊCH YÊU CẦU KÈM THEO

Thiết bị

HI5315: Điện cực tham chiếu môi nôi đôi (dung dịch châm điện cực HI7075) dùng chung với điện cực chỉ thị fluoride HI4010.

HI5222: Máy đo pH/ISE/mV hoặc các thiết bị khác đo nồng độ ion hoặc đo pH/mV

HI180: Máy khuấy từ

HI76404: Giá đỡ điện cực

Cốc nhựa HI740036P hoặc dụng cụ chứa mẫu.

Dung dịch chuẩn

| | |
|------------------------------|-------------|
| 0.1M Sodium Fluoride, 500 mL | HI 4010-01 |
| 100 ppm, 500 mL | HI 4010-02 |
| 1000 ppm, 500 mL | HI 4010-03 |
| 10 ppm với TISAB II, 500 mL | HI 4010-10* |
| 1 ppm với TISAB II, 500 mL | HI 4010-11* |
| 2 ppm với TISAB II, 500 mL | HI 4010-12* |

ISA

| | |
|--------------------|------------|
| TISAB II, 500 mL | HI 4010-00 |
| TISAB II, 1 gallon | HI 4010-05 |
| TISAB III, 500 mL | HI 4010-06 |

KIT

HI4010-30

Chứa 4 chai dung dịch mỗi loại gồm:

| | |
|---------------------|-------------|
| TISAB II | HI 4010-00 |
| 10 ppm với TISAB II | HI 4010-10* |
| 1 ppm với TISAB II | HI 4010-11* |

* Dung dịch chuẩn đã có chứa sẵn TISAB II và không cần pha thêm khi sử dụng.

Sử dụng pipet thể tích và bình định mức tiến hành pha loãng để xác định nồng độ của mẫu. Các dung dịch chuẩn có nồng độ $<10^{-4}$ M (1.9 ppm) nên được chuẩn bị hàng ngày. Các dung dịch

chuẩn được đánh dấu * chứa TISAB II và được sử dụng trực tiếp mà không cần thêm TISAB II bổ sung. Các mẫu được sử dụng với dung dịch chuẩn này phải có thêm TISAB II.

Tỷ lệ pha:

Thể tích dung dịch chuẩn hoặc mẫu / thể tích TISAB II (HI 4010-00, HI 4010-05) là 1 / 1.

Thể tích dung dịch chuẩn hoặc mẫu / thể tích TISAB III (HI 4010-06) là 10 / 1.

Lưu ý: TISAB được thêm vào để tạo cho mẫu và dung dịch chuẩn một cường độ ion và độ pH không đổi. TISAB ưu tiên tạo phức với các ion kim loại Al^{3+} , Fe^{3+} (các ion này cũng tạo phức với fluoride) để đo tổng lượng fluoride một cách chính xác. Liên hệ với Hanna Instruments để được hướng dẫn về các ứng dụng khác

HƯỚNG DẪN CHUNG

- Các dung dịch chuẩn và mẫu phải có cùng cường độ ion do đó cần sử dụng cùng một dung dịch TISAB (II hoặc III) cho mẫu và dung dịch chuẩn. Mẫu và dung dịch chuẩn được chuẩn bị theo cùng 1 tỷ lệ thể tích.
- Các dung dịch chuẩn và mẫu phải có cùng nhiệt độ.
- Tránh cốc với một ít dung dịch chuẩn hoặc mẫu.
- Các dung dịch chuẩn và mẫu nên được khuấy với cùng một tần suất.
- Rửa điện cực bằng nước cất hoặc nước khử ion giữa các lần đo mẫu. Thấm khô điện cực bằng vải mềm khô xơ, tránh làm trầy điện cực.
- Ngâm cảm biến fluoride trong dung dịch chuẩn có nồng độ gần với nồng độ mẫu sẽ kích hoạt điện cực giúp điện cực phản hồi nhanh hơn.
- Có thể khắc phục các vết xước nhỏ trên điện cực bằng kem đánh răng chứa fluoride (không chứa baking soda). Thấm nhẹ đầu cảm biến. Rửa với nước khử ion và ngâm trong dung dịch hiệu chuẩn có giá trị gần với giá trị mẫu đo.
- Tránh sự thay đổi nhiệt độ đột ngột (sốc nhiệt) vì sẽ làm hỏng cảm biến.

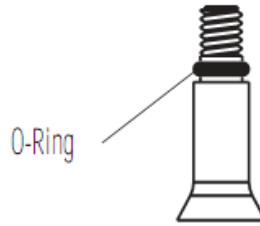
HI 4010

Tháo bảo vệ đầu cảm biến.

HI 4110

- Tháo seal parafilm bên ngoài nối nối ceramic trước khi sử dụng lần đầu tiên.

- Đặt vòng chữ O vào thân cảm biến trước khi vặn vào điện cực.



- Châm thêm dung dịch **HI7075** vào điện cực mỗi ngày để duy trì mức dung dịch điện phân trong điện cực. Để điện cực đo chính xác, không được để mức dung dịch điện phân dưới lỗ châm hơn 2-3 cm (1 inch).
- Trong quá trình đo luôn mở lỗ châm điện cực ra.
- Trong quá trình sử dụng, dung dịch châm điện cực sẽ bị tiêu hao từ từ. Nhưng nếu mức tiêu hao bất thường (>4 cm trong 24 giờ) thì nên kiểm tra lại nắp đã được siết chặt hay chưa và không có mảnh vụn bị mắc kẹt bên trong điện cực.
- Nếu phép đo không ổn định, kiểm tra xem bên trong điện cực có mảnh vụn hay không, xả dung dịch điện phân cũ ra và châm bằng dung dịch mới.

CHUẨN BỊ ĐIỆN CỰC

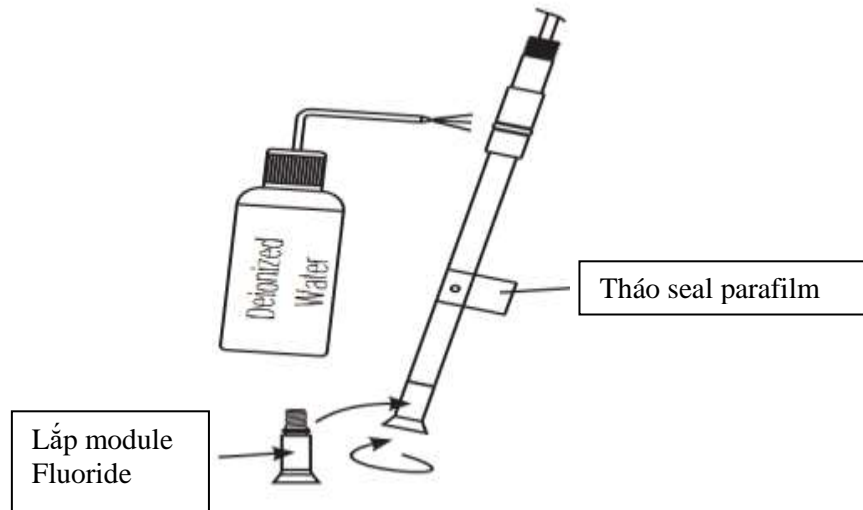
HI 4010

1. Tháo bỏ bảo vệ đầu cảm biến **HI4010**
2. Do trong quá trình vận chuyển hoặc bảo quản dung dịch bên trong điện cực có thể sẽ hình thành các lỗ không khí gần màng. Lắc nhẹ đầu điện cực xuống để loại bỏ không khí.
3. Chuẩn bị điện cực tham chiếu **HI5315** đã được châm đầy dung dịch điện phân.
4. Đặt điện cực đo fluoride và điện cực tham chiếu vào giá đỡ điện cực và kết nối chúng vào máy đo.

HI 4110

1. Tháo bỏ seal parafilm bảo vệ mối nối ceramic bên trong (đối với điện cực mới hoặc sau thời gian dài không sử dụng).
2. Lấy module fluoride (**HI4110-51**) ra khỏi lọ chứa.
3. Chắc chắn đã lắp vòng chữ O vào thân cảm biến trước khi vặn vào điện cực. Chú ý không vặn quá chặt.

- Trong quá trình vận chuyển và bảo quản nên dung dịch bên trong điện cực có thể sẽ hình thành các lỗ không khí gần màng. Lắc nhẹ đầu điện cực xuống để lại bỏ không khí.
- Rửa phần bên trong điện cực với nước khử ion để làm ướt vòng chữ O.



- Lắp lại điện cực bằng cách đẩy nhẹ phần trong vào phần ngoài, trượt lò xo xuống cáp và vặn nắp vào đúng vị trí. **KHÔNG ĐƯỢC CHẠM HOẶC ĐÈ LÊN BÁN DẪN LANTHANUM.**
- Tháo nắp của lỗ châm điện cực và vòng chữ O.
- Dùng pipet nhỏ giọt kèm theo để nhỏ vài giọt **HI7075** vào trong điện cực, làm ướt vòng chữ O và rửa sạch khoang chứa dung dịch bên trong.
- Giữ thân điện cực, dùng ngón cái bấm nhẹ nắp phía trên xuống để đẩy dung dịch bên trong điện cực ra ngoài. Thả tay ra để nắp trở lại vị trí ban đầu.



- Vặn chặt nắp điện cực và châm đầy dung dịch châm điện phân.
- Đặt điện cực trên giá đỡ **HI76404** và kết nối điện cực vào máy đo.

KIỂM TRA NHANH ĐIỆN CỰC

- Kết nối điện cực với máy đo pH/mV/ISE
- Vào chế độ đo mV
- Chuẩn bị 1 cốc nước khử ion 100 mL
- Đặt điện cực vào dung dịch đã chuẩn bị
- Thêm tiếp 1mL dung dịch chuẩn (0.1 M hoặc 1000 ppm) vào cốc. Ghi nhận giá trị mV khi ổn định (mV1)
- Thêm tiếp 10 mL dung dịch chuẩn vào cốc. Ghi nhận giá trị mV khi ổn định (mV2). Giá trị này sẽ nhỏ hơn giá trị đo trước đó.
- Lấy $mV2 - mV1$ thu được giá trị ΔE (giá trị slope). Giá trị chấp nhận của slope là -56 ± 4 mV.

HƯỚNG DẪN SỬ DỤNG ĐIỆN CỰC ĐÚNG CÁCH

Kiểm tra nắp bảo vệ đã được tháo bỏ chưa (**HI4010**)

Kiểm tra seal parafilm đã được tháo bỏ ra chưa (Điện cực **HI4110** hoặc **HI5315**)

Kiểm tra xem các điện cực được kết nối đúng cách với máy đo và máy đã mở chưa. Đối với **HI4110** kiểm tra cảm biến được vặn vào thân điện cực chưa.

Kiểm tra các dung dịch chuẩn xem mới pha hay đã pha trước đó. Chuẩn bị lại dung dịch chuẩn nếu phép đo cần độ chính xác cao.

Nếu giá trị slope không nằm trong khoảng chấp nhận được, hãy ngâm điện cực trong dung dịch chuẩn (Chọn dung dịch 10^{-2} M fluoride hoặc 1000 ppm)

Có thể khắc phục các vết xước nhỏ trên điện cực bằng kem đánh răng chứa fluoride (không chứa baking soda). Sử dụng một giọt nhỏ kem đánh răng và bàn chải mềm. Chải theo vòng tròn và ấn nhẹ vào bề mặt bị trầy xước. Rửa với nước và kiểm tra xem vết trầy xước đã được làm sạch chưa. Rửa lại lần nữa với nước khử ion và để khô. Ngâm điện cực trong dung dịch chuẩn fluoride trong 1 giờ.

Nếu giá trị đo nhảy số hoặc không ổn định, lắc điện cực xuống.

Nếu màng bị hư hỏng, cảm ứng sẽ phản hồi cực kỳ chậm chạp hoặc slope của điện cực giảm đáng kể, cần phải thay cảm biến (hoặc module).

Thay thế module cho HI4110:

1. Xả dung dịch châm điện cực ra ngoài bằng cách nhấn nắp phía trên. Rửa điện cực với nước cất hoặc nước khử ion. Xả lại.
2. Tháo nắp phía trên ra và trượt cáp xuống phía dưới đầu nối.
3. Di chuyển lò xo và thân ngoài xuống cáp.
4. Lau khô thân bên trong, tháo module ra và thay bằng module mới (**HI4110-51**).
5. Lắp ráp lại điện cực và châm dung dịch điện phân vào. Ngâm màng mới trong dung dịch chuẩn trước khi hiệu chuẩn.

HIỆU CHUẨN TRỰC TIẾP VÀ ĐO MẪU

Phương pháp này là một quy trình đơn giản để đo nhiều mẫu. Sử dụng máy đo ISE (**HI5222** hoặc thiết bị tương tự) đo nồng độ fluoride của mẫu sau khi hiệu chuẩn máy đo với các dung dịch chuẩn.

Máy đo được hiệu chuẩn với hai hoặc nhiều điểm để thu được một dải đo tuyến tính. Đối với vùng phi tuyến tính cần hiệu chuẩn nhiều điểm hơn. Đối với máy đo pH / mV ở chế độ mV biểu đồ semi-log cũng được sử dụng.

Hai hoặc nhiều điểm chuẩn mới nằm trong phạm vi đo chưa biết sẽ được đo ở chế độ mV trên máy đo.

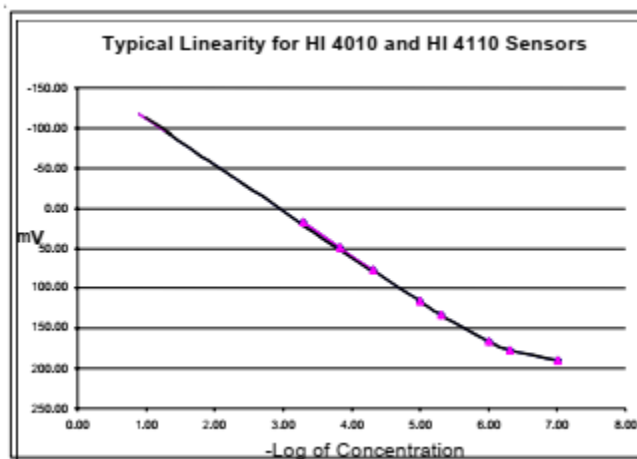
Các giá trị này được vẽ biểu đồ semi-log, tạo thành một đường cong-thẳng kết hợp. Khi mẫu được đo, giá trị mV của chúng được chuyển đổi thành nồng độ tương ứng trên biểu đồ. Đối với mẫu có nồng độ fluoride rất thấp, cần chuẩn bị dung dịch dự phòng để có thực hiện lại phép đo nếu cần. Nước dùng cho dung dịch chuẩn phải không có fluoride và các cảm biến và dụng cụ thủy tinh phải được rửa lại nhiều lần bằng nước này để tránh làm sai lệch kết quả. Trong vùng mà hiệu chuẩn điện cực là đường cong, cần hiệu chuẩn nhiều điểm hơn và hiệu chuẩn cần được lặp lại thường xuyên hơn.

Nếu fluoride không tạo phức trong mẫu thì không cần phải thêm dung dịch TISAB (II và III).

Chú ý: Luôn chuẩn bị các mẫu và dung dịch chuẩn với cùng một dung dịch ISA và cùng một tỷ lệ thể tích.

1. Chuẩn bị điện cực theo các bước trên

- Chuẩn bị dung dịch chuẩn hoặc mẫu đo. Các dung dịch chuẩn nên được chuẩn bị cùng nồng độ. Các dung dịch và chất chuẩn phải chuẩn bị ở cùng nhiệt độ. Khuấy đều dung dịch chuẩn hay mẫu bằng máy khuấy từ trước khi đo.
- Theo các bước trên kiểm tra lại các giá trị thiết lập
- Nên bắt đầu hiệu chuẩn với mẫu có nồng độ thấp nhất. Chờ khi chế độ ổn định trước khi lưu kết quả.
- Để tránh nhiễm bẩn và kết quả có độ chính xác cao, cần rửa cảm biến với nước khử ion và vẩy khô điện cực khi đo giữa 2 mẫu.



CÁC KỸ THUẬT ĐO KHÁC

Thêm một lượng ion F⁻ đã biết nồng độ.

Một mẫu có nồng độ ion chưa biết có thể được xác định bằng cách thêm vào mẫu một lượng ion đã biết (thể tích và nồng độ). Kỹ thuật này rất hữu ích cho các mẫu có nồng độ F⁻ rất thấp. Phương pháp này có thể sử dụng giá trị slope của cảm biến lý tưởng, nhưng giá trị slope được xác định thực tế tại nhiệt độ đo nên được sử dụng nếu biết. Phương pháp này được lập trình trước trong máy đo pH/ISE/mV **HI5222**, giúp đơn giản hóa phương pháp:

- 50 mL mẫu** chưa biết nồng độ (V_{sample}) được cho vào cốc nhựa sạch với các điện cực đã được làm sạch. mV_1 được ghi lại. Nếu có phức kim loại fluoride, thêm **50 mL TISAB II** (V_{ISA}). Trộn đều rồi lấy giá trị mV_1 .
- Thêm 5 mL (V_{standard}) dung dịch chuẩn 10^{-3} M (C_{standard}) vào cốc, ghi lại giá trị mV_2 ($\Delta E = mV_2 - mV_1$). Sau đó có thể xác định nồng độ fluoride chưa biết trong mẫu ban đầu (C_{sample}) theo phương trình:

$$C_{\text{sample}} = \frac{C_{\text{standard}} V_{\text{standard}}}{(V_T) 10^{\Delta E/S} - (V_S')} \left(\frac{V_S'}{V_{\text{sample}}} \right)$$

$$(V_{\text{sample}} + V_{\text{standard}} + V_{\text{ISA}}) = V_T$$

$$(V_{\text{sample}} + V_{\text{ISA}}) = V_S'$$

3. Quy trình có thể được lặp lại tương tự khi thêm dung dịch chuẩn thứ hai để xác minh giá trị slope và hoạt động của phương pháp.

Chuẩn độ

Phương pháp chuẩn độ có thể được sử dụng để xác định nồng độ của ion không có cảm biến chọn lọc ion. Ví dụ: sử dụng điện cực fluoride **HI4110** hoặc **H4010** để xác định nhôm (Al^{3+}). Bởi vì F^- và Al^{3+} có thể phản ứng theo nhiều tỷ lệ khác nhau do đó nên cố định giá trị pH và điểm cuối.

Chuẩn bị 100 mL mẫu sau đó thêm vào 5 mL đệm acetate (chứa 3.7 M HOAC/ 0.76 M OAC-) Đầu tiên, tiến hành chuẩn độ dung dịch chuẩn Al^{3+} bằng dung dịch F^- để xác định giá trị điểm cuối. Các phép đo có thể tự động hóa bằng cách sử dụng Máy chuẩn độ điện thế tự động HI901 hoặc được chuẩn độ thủ công.

BẢO QUẢN ĐIỆN CỰC HI4010 VÀ HI4110

Bảo quản trong thời gian ngắn: cảm biến **HI4010** có thể được bảo quản bằng dung dịch chuẩn có giá trị nồng độ gần với các giá trị đo được.

Bảo quản trong thời gian dài: **HI4010** phải bảo quản khô với nắp bảo vệ. Điện cực kết hợp **HI4110** có thể được bảo quản trong các dung dịch chuẩn đã được sử dụng để hiệu chuẩn trong khoảng thời gian ngắn. Nếu điện cực được sử dụng thường xuyên và cần sẵn sàng để sử dụng, để hạn chế sự bay hơi của dung dịch nên châm đầy dung dịch điện phân, gắn vòng chữ O vào và vặn lỗ châm điện cực lại. Đặt đầu cảm biến trong dung dịch chuẩn fluoride pha loãng, thẳng đứng. Trước khi sử dụng, xả dung dịch điện phân ra và châm đầy bằng dung dịch mới.

Để bảo quản lâu dài, điện cực nên được xả sạch dung dịch bên trong ra, tháo rời và rửa sạch muối bám lại bằng nước khử ion. Bọc mỗi nối ceramic lại bằng seal parafilm. Tháo module fluoride và bảo quản khô trong lọ. Bảo quản điện cực đã tháo rời trong hộp đựng được cung cấp.

BẢNG CHUYỂN ĐỔI

| F⁻ | Nhân với |
|---------------------------|------------------------|
| Mol/L (M) sang ppm (mg/L) | 1.900×10^4 |
| ppm (mg/L) sang Mol/L (M) | 5.263×10^{-5} |



www.hannavietnam.com