

Nước dùng trong xây dựng - Các phương pháp phân tích hóa học

Used water in building - Methods for chemical analysis

Nguyên tắc chung

Tiêu chuẩn này quy định những yêu cầu về kĩ thuật lấy mẫu, bảo quản mẫu, vận chuyển mẫu, các phương pháp phân tích hóa học nước thông thường dùng trong xây dựng, để kiểm tra và đánh giá chất lượng nước trước khi sử dụng.

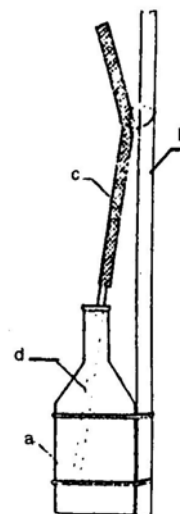
Tiêu chuẩn này không áp dụng đối với nước cấp sinh hoạt, nước cấp công nghiệp, nước thải sinh hoạt, nước thải công nghiệp và nước dùng vào những mục đích đặc biệt khác.

1. Lấy mẫu nước, bảo quản mẫu nước và vận chuyển mẫu nước

- 1.1. Mẫu nước đựng bằng can nhựa, bình, chai hoặc lọ thủy tinh nút mài hoặc nút cao su. Bình, chai hoặc lọ thủy tinh để đựng mẫu nước rửa bằng hỗn hợp bicromat (hòa tan 5g kali bicromat trong 50ml axit sunfuric đặt trên bếp cách thủy), sau đó rửa nhiều lần bằng nước sạch và cuối cùng rửa bằng nước cất. Nếu dùng can nhựa thì đầu tiên rửa bằng axit clohydric loãng sau đó rửa bằng nước sạch và nước cất. Khi lấy mẫu tráng dụng cụ đựng mẫu 2- 3 lần bằng nước mẫu. Nút cao su rửa sạch bằng nước cất và nhúng vào parafin nóng chảy.
- 1.2. Khi lấy nước phải lấy đầy bình, không để có không khí giữa mức nước trong bình và nút bình. Sau khi lấy nước, đậy bình và gắn kín bằng parafin.
- 1.3. Lượng nước để phân tích một mẫu toàn phần tối thiểu phải lấy 31.
- 1.4. Thời gian từ khi lấy mẫu đến khi phân tích không được quá 24 giờ. Khi mẫu nước được bảo quản bằng hóa chất thích hợp hoặc để trong tủ lạnh, thời gian này có thể kéo dài 2 - 3 ngày.
- 1.5. Không lấy mẫu nước ở nơi bị nhiễm bẩn tạm thời (do vôi, xi măng, dầu mỡ v.v...) hoặc nơi nước tiếp xúc với công trình mới xây dựng.
- 1.6. Một năm phải kiểm tra nguồn nước ít nhất hai kì vào mùa khô và mùa mưa.
- 1.7. Dụng cụ lấy mẫu nước.

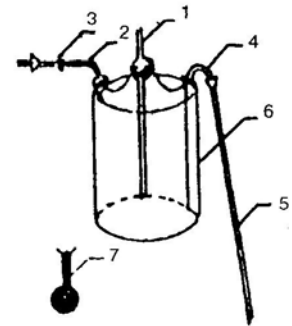
Dụng cụ lấy mẫu nước có cấu tạo khác nhau và phụ thuộc vào nguồn nước.

- 1.7.1. Hình 1 - giới thiệu dụng cụ lấy mẫu nước bao gồm bình thủy tinh a có dung tích tối thiểu 31, cọc gỗ b dài 2 - 3m, ống cao su c và ống thủy tinh dư. Bình thủy tinh nhấn chìm trong nước ở độ sâu cần lấy mẫu, hút nước trong bình ra bằng ống thủy tinh C sau đó kéo nhanh bình lên, đậy ngay bằng nút cao su



Hình 1 : Dụng cụ lấy mẫu nước

- 1.7.2. Dụng cụ của Veresagin - hình 2. Bình thủy tinh ba cổ có nút cao su, qua các nút cao su lắp hai ống thủy tinh 2 và 4 và ở 3 giữa lắp một nhiệt kế 1. Ống thủy tinh 4 nối với ống cao su 5. Bình thủy tinh phải rửa sạch bằng hỗn hợp bicromat. Khi lấy mẫu thả ống cao su 5 có gia trọng 7 xuống độ sâu cần lấy mẫu, nối đầu trên của ống cao su với ống thủy tinh 4 và mở kẹp 3 và 6. Dùng bơm (hoặc miệng nếu độ sâu không quá 0,50m) hút hết không khí trong bình bằng ống thủy tinh 2 và để cho nước vào đầy bình sau đó đóng kẹp 3 và 6 lại. Tháo ống cao su 5 ra và đổ nước từ bình lấy mẫu sang bình đựng mẫu.



Hình 2 : Dụng cụ lấy mẫu nước Veresagin.

1.8. Phương pháp lấy mẫu nước.

- 1.8.1 Lấy nước ở vòi: Dùng ống cao su nối vào miệng vòi, mở vòi cho nước chảy khoảng 15 phút, cho ống cao su vào trong bình, đầu ống cao su phải chạm đáy bình. Để cho nước trong bình thay đổi thể tích vài lần sau đó đập ngay bằng nút cao su tráng parafin.
- 1.8.2. Lấy nước ở máy bơm: Dùng phễu hứng nước ở miệng xả của máy bơm, chuôi phễu phải chạm đáy bình.
- 1.8.3. Lấy nước ở lỗ khoan và giếng: Dùng dây hoặc sào dài có buộc gia trọng thả bình xuống, nút bình buộc vào một sợi dây khác, khi bình đã chìm đến độ sâu cần lấy thì kéo nút bình ra để nước vào đầy bình, kéo bình lên và đập nút.
- 1.8.4. Lấy nước ở sông: Nếu sông nhỏ và nông lấy trực tiếp bằng bình đựng mẫu ở chỗ nước chảy nhanh nhất. Nhấn chìm miệng bình xuống độ sâu 50cm kể từ mặt nước, giữ cho nước không bị vẩn đục và để nước vào đầy bình. Nếu sông lớn cần lấy hai mẫu ở gần hai bờ và một mẫu ở giữa dòng ở những độ sâu khác nhau, lấy bằng tay hoặc bằng dụng cụ lấy mẫu. Khi lấy trực tiếp bằng tay thì lấy ở độ sâu 50cm kể từ mặt nước, nếu lấy bằng dụng cụ lấy mẫu thì lấy ở độ sâu trung bình.
- 1.8.5. Lấy nước ở hồ, ao: Nếu hồ, ao sâu lấy mẫu ở độ sâu 1 - 1,5m kể từ mặt nước bằng dụng cụ lấy mẫu như hình 2 hoặc hình 1. Mẫu lấy ở gần bờ và ở giữa hồ, ao. Nếu hồ, ao nông thì lấy mẫu cách mặt nước 50cm. Khi lấy mẫu không làm nước vẩn đục.
- 1.1.2. Lấy nước ngầm: Lấy mẫu sau khi đã bơm liên tục ít nhất 15 phút. Thời gian bơm phụ thuộc vào dung tích của giếng, sao cho mẫu nước lấy không phải là nước tù đọng. Không được lấy mẫu nước ngầm bằng bơm khí nén.
- 1.9 Lấy mẫu nước để phân tích những chỉ tiêu đặc biệt.
- 1.9.1 Cacbonic ăn mòn. Để đánh giá tính ăn mòn của nước đối với bê tông, ngoài mẫu nước để phân tích toàn phần phải lấy một mẫu riêng để phân tích cacbonic ăn mòn. Lấy đầy nước vào bình có dung tích 11, thêm 4: 5g canxi cacbonat. Đậy chặt nút bình và để 5 ngày, mỗi ngày lắc mạnh 2: 3 lần, mỗi lần 5 . 10 phút. Nếu trong nước có cacbonic ăn mòn thì lượng ion bicacbonat sẽ tăng so với mẫu nước không thêm canxi cacbonat.
- 1.9.2 Tinh cặn nitrit, nitrat, amoniac. Khi tinh cặn, nitrit, nitrat không kịp phân tích trong vòng 24 giờ kể từ khi lấy mẫu thì phải lấy mẫu riêng, mỗi lít nước mẫu thêm 1ml axit sunfuric đặc hoặc 2ml clorofoc.

1.9.3 Hydro sunfua và các sunfua. Khi hydro sunfua và các sunfua không thể phân tích ngay sau khi lấy mẫu thì phải bảo quản mẫu (1 lít nước mẫu thêm 10ml dung dịch cadmi axetat hoặc kẽm axetat 10% ...) và cũng chỉ tiến hành phân tích trong vòng 24 giờ kể từ khi lấy mẫu.

1.10 Vận chuyển mẫu nước.

Có thể vận chuyển mẫu nước bằng các loại phương tiện giao thông. Phải có biện pháp chống va chạm làm vỡ bình đựng mẫu. Xe chở mẫu nước phải có mui che để tránh mưa nắng.

Mẫu nước gửi đến phòng thí nghiệm để phân tích phải có nhãn ghi rõ:

- Tên nguồn nước;
- Ngày, giờ lấy mẫu;
- Điểm lấy mẫu;
- Đặc điểm thời tiết khi lấy mẫu;
- Nhiệt độ không khí, nhiệt độ nước;
- Yêu cầu phân tích;
- Người lấy mẫu.

2 Các phương pháp phân tích

2.1 Điều kiện chung.

- 2.1.1 Thứ tự phân tích các chỉ tiêu của một mẫu nước quy định như sau: các chất khí độ oxy hóa, độ pH, nitrit, nitrat, amoniac v.v...
- 2.1.2 Đối với những chỉ tiêu có quy định hai cách thực hiện hoặc hai cách so mẫu (so mẫu bằng máy chuyên dùng và so mẫu bằng gam mẫu), nếu có đủ trang thiết bị kỹ thuật và các điều kiện khác thì phải dùng cách thứ nhất. Cách sau chỉ được dùng khi cách thứ nhất không có điều kiện thực hiện.
- 2.1.3 Khi xác định các chỉ tiêu bằng phương pháp kết tủa và khi các chất kiểm nghiệm chỉ tồn tại dưới dạng hòa tan, nước kiểm nghiệm phải lọc sơ bộ. Khi xác định các chất khí không được lọc nước kiểm nghiệm.
- 2.1.4 Khi làm loãng mẫu nước kiểm nghiệm, khi thêm nước cho đến vạch của bình định mức, khi pha hóa chất chỉ được dùng nước cất. Nếu trong phương pháp phân tích không ghi rõ là dùng nước cất thì đối với các trường hợp trên cũng chỉ được dùng nước cất.
- 2.1.5 Quy định làm loãng hóa chất bằng nước cất hoặc trộn một hóa chất với một hoá chất khác ghi trong ngoặc đơn sau tên hóa chất bằng số nối với nhau bằng dấu cộng (+). Số đầu chỉ đơn vị hóa chất làm loãng hoặc hóa chất thứ nhất, số sau chỉ đơn vị nước cất hoặc hóa chất thứ hai. Thí dụ axit clohydric loãng (1 + 99), nghĩa là 1 đơn vị axit clohydric làm loãng với 99 đơn vị nước cất.
- 2.1.6 Trong tiêu chuẩn này, mức độ tinh khiết của các hóa chất sử dụng được kí hiệu bằng tiếng Việt. Sự tương ứng giữa kí hiệu tiếng Việt và kí hiệu tiếng nước ngoài xem tiêu chuẩn "Hóa chất. Phân nhóm và kí hiệu mức độ tinh khiết" TCVN 1058/71"

2.2 Độ pH.

2.2.1 Đo độ pH bằng phương pháp điện thế.

Đo độ pH bằng phương pháp điện thế cho độ chính xác cao và có thể đo được tất cả các khoảng pH từ 1 đến 14. Thiết bị đo độ pH là các máy d.l pH. Cách đo theo hướng dẫn sử dụng kèm theo máy.

2.2.2 Đo độ pH bằng chỉ thị màu hỗn hợp.

Mỗi chỉ thị màu có khoảng pH chuyển màu hẹp từ 1 - 2 độ pH. Khi dùng hỗn hợp các chỉ thị màu, khoảng pH chuyển màu sẽ rộng hơn.

2.2.2.1 Hóa chất

Metila đỏ - dung dịch 0,2% .

Bromotimola xanh - dung dịch 0,1% .

Chỉ thị màu hỗn hợp - trộn 1 phần thể tích dung dịch metila đỏ với 2 phần thể tích bromotimola xanh. Chỉ thị màu hỗn hợp này có khoảng pH chuyển màu từ 4 - 8 đơn vị pH.

Dinatrihidrofosfat - dung dịch 0,2M.

Axit nitric - dung dịch 0,1M.

Dung dịch đệm fosfat xitrat có pH từ 3,0 - 8,0pH chuẩn bị theo bảng 1

Bảng I

pH	Dung dịch dinatrihidrofosfat 0,2M (ml)	Axit nitric 0,1M (ml)
3,0	20,5	79,5
3,2	24,7	75,3
3,4	28,5	71,5
3,6	32,2	67,8
3,8	35,5	64,5
4,0	38,5	61,5
4,2	41,4	58,6
4,4	44,1	55,9
4,6	46,7	53,3
4,8	49,3	50,7
5,0	51,5	48,5
5,2	53,6	46,4
5,4	55,7	44,3
5,6	58,0	42,0
5,8	60,4	39,6
6,0	63,1	36,9
6,2	66,1	33,9
6,4	69,2	30,8
6,6	71,7	27,3
6,8	77,2	22,8
7,0	82,3	17,7
7,2	86,9	13,1
7,4	90,8	9,2
7,6	93,6	6,4
7,8	95,7	4,3
8,0	97,2	2,8

2.2.2.2 Pha thang màu tiêu chuẩn.

Lấy mỗi dung dịch đậm 10ml đổ vào từng ống nghiệm riêng, thêm vào mỗi ống nghiệm 0,6ml (5 - 7 giọt) chỉ thị màu hỗn hợp, lắc đều và để cho hiện màu.

2.2.2.3 Tiến hành thí nghiệm

Lấy 10ml nước kiểm nghiệm đổ vào ống nghiệm, thêm 0,6ml (5 - 7 giọt) chỉ thị màu hỗn hợp, lắc đều, để cho hiện màu và đem so màu với thang màu tiêu chuẩn.

- 2.2.3 Đo độ pH bằng giấy thử vạn năng
Đo độ pH bằng giấy thử vạn năng đơn giản, nhanh nhưng độ chính xác thấp hơn phương pháp dùng máy đo pH và dùng chỉ thị màu hỗn hợp.
Lấy một mẫu giấy chỉ thị màu nhúng vào nước kiểm nghiệm, để thấm ướt đều, lấy ra để se khô và so màu với ô màu in trên hộp đựng giấy.
- 2.3 Độ kiềm
- 2.3.1 Phạm vi áp dụng
Phương pháp áp dụng để xác định độ kiềm của tất cả các loại nước.
- 2.3.2 Bản chất của phương pháp
Các chất có trong nước làm cho nước có tính kiềm là những chất tham gia phản ứng với các axit mạnh. Độ kiềm của nước tương ứng với lượng axit clohydric dùng để trung hòa các chất trên. Nước có độ pH dưới 4,5 thì độ kiềm bằng không. Các cacbonat và hydroxyt tan trong nước làm cho độ pH của nước lớn hơn 8,3, khi đó một phần độ kiềm toàn phần tương ứng với lượng axit cần thiết để giảm độ pH đến 8,3 gọi là độ kiềm tự do. Độ kiềm tương ứng với lượng axit cần thiết để giảm độ pH đến 4,5 gọi là độ kiềm toàn phần.
- 2.3.3 Hóa chất
+ Axit clohydric, dung dịch 0,1N.
+ Fenolftalein, dung dịch 0,5% .
+ Metyl da cam, dung dịch 0,1% .
- 2.3.4 Tiến hành thí nghiệm
- Độ kiềm tự do: Nếu nước kiểm nghiệm có độ pH lớn hơn 8,3 thì xác định độ kiềm tự do. Lấy 100ml nước kiểm nghiệm đổ vào bình nón dung tích 250ml, thêm 2 - 3 giọt dung dịch fenolftalein và chuẩn độ bằng dung dịch axit clohydric 0,1N đến khi mất màu.
 - Độ kiềm toàn phần: Lấy 100ml nước kiểm nghiệm đổ vào bình nón dung tích 250ml, thêm 2 - 3 giọt dung dịch metyl da cam và chuẩn độ bằng dung dịch axit clohydric 0,1N đến khi chuyển từ màu vàng sang màu da cam.
- 2.3.5 Tính kết quả
Độ kiềm tự do X_1 (mgdl/l) và độ kiềm toàn phần X_2 (mgdl/l) tính bằng công thức:

$$X_1 = V_1 N \frac{1000}{V}$$
$$X_2 = V_2 \cdot N \frac{1000}{V}$$

Trong đó:

V_1 - thể tích dung dịch axit clohydric 0,1N dùng khi chuẩn độ với chỉ thị màu fenolftalein, tính bằng ml;

V_2 - thể tích dung dịch axit clohydric 0,1N dùng khi chuẩn độ với chỉ thị màu metyl da cam, tính bằng ml;

N - nồng độ đương lượng của axit clohydric;

V - thể tích nước kiểm nghiệm, tính bằng ml

2.4 Cacbonic tự do

2.4.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp áp dụng để xác định cacbonic tự do của tất cả các loại nước.

2.4.2 Bản chất của phương pháp

Phương pháp dựa trên sự chuẩn độ cacbonic tự do bằng natri hydroxyt với chỉ thị màu fenolftalein.

2.4.3 Dụng cụ thí nghiệm

Dụng cụ để xác định cacbonic tự do (hình 3) là một hình cầu a dung tích 250ml có nút cao su hai lỗ. Một lỗ lắp buyret b có ống cao su giữa kín c, một lỗ lắp ống thủy tinh uốn vuông góc có khóa d. Khi chuẩn độ khóa d đóng lại.

2.4.4 Hóa chất

+ Natri hydroxit, dung dịch 0,1N.

+ Fenolftalein, dung dịch cồn 1% .

2.4.5 Tiến hành thí nghiệm

Lấy 100 - 200ml nước kiểm nghiệm (thể tích nước lấy kiểm nghiệm phụ thuộc vào hàm lượng cacbonic tự do) đổ vào bình chuẩn độ, thêm 0,3 - 0,5g Kali natri tatarat nghiền nhỏ (nếu nước kiểm nghiệm có sắt và khi phân tích nước có độ cứng cao), 0,2ml dung dịch fenolftalein và vừa lắc vừa chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxyt 0,1N đến khi có màu hồng bền vững. Để tránh mất mát cacbonic khi đổ nước vào bình chuẩn độ phải làm thật nhanh và đóng ngay nút bình.

Làm thí nghiệm hai lần. Thể tích nước kiểm nghiệm lần thứ hai bằng thể tích nước lấy kiểm nghiệm lần thứ nhất, thêm lượng dung dịch natri hydroxit 0,1N đúng bằng lượng natri hydroxit dùng để chuẩn độ lần thứ nhất, 0,3 - 0,5g kali natri tatarat, 0,2ml dung dịch fenolftalein và chuẩn độ tiếp bằng dung dịch natri hydroxyt 0,1N đến khi có màu hồng bền vững.

Lấy kết quả trung bình của hai lần chuẩn độ:

2.4.6 Tính kết quả

Hàm lượng cacbonic tự do (mg/l) tính bằng công thức:

$$X_3 = V_T N \cdot 0,044 \cdot 1000 \cdot \frac{1000}{V}$$

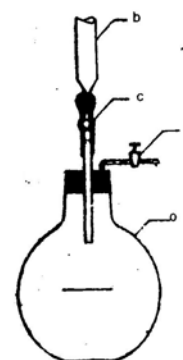
Trong đó:

V_T - thể tích dung dịch natri hydroxyt 0,1N dùng khi chuẩn độ tính bằng ml;

N - nồng độ đương lượng của dung dịch natri hydroxyt,;

0,044 - miligam đương lượng của CO₂;

V - thể tích nước kiểm nghiệm, tính bằng ml.



Hình 3 : Dụng cụ để xác định cacbonic tự do

2.5 Cacbonic ăn mòn

2.5.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp áp dụng để xác định cacbonic ăn mòn của tất cả các loại nước.

2.5.2 Bản chất của phương pháp

Phương pháp dựa trên phản ứng giữa cacbonic và canxi cacbonat tạo thành bicarbonat (HCO_3) tương đương với lượng cacbonic ăn mòn. Bicarbonat được chuẩn độ bằng axit clohydric với chỉ thị màu metyl da cam và so sánh với lượng bicarbonat trong mẫu nước không thêm canxi cacbonat.

2.5.3 Hóa chất.

+ Axit clohydric, dung dịch 0,1N.

+ Metyl da cam, dung dịch 0,1% .

2.5.4 Tiến hành thí nghiệm.

Lấy 100ml nước bão hòa canxi cacbonat (mẫu lấy riêng để phân tích cacbonic ăn mòn) đổ vào bình nón dung tích 250ml, thêm 2 - 3 giọt dung dịch metyl da cam và chuẩn độ bằng dung dịch axit clohydric 0,1N đến khi chuyển từ màu vàng sang màu đỏ da cam.

2.5.5 Tính kết quả.

Hàm lượng cacbonic ăn mòn (mg/l) tính bằng công thức:

$$X_f = (V_2 - V_1)N \cdot 0,022 \cdot 1000 \frac{1000}{V}$$

Trong đó:

V - thể tích dung dịch axit clohydric 0,1N dùng khi chuẩn độ mẫu nước bão hòa canxi cacbonat, tính bằng ml;

V_1 - thể tích dung dịch axit clohydric 0,1N dùng khi chuẩn độ độ kiềm toàn phần tính bằng ml;

N - nồng độ đương lượng của axit clohydric;

0,022 - miligam đương lượng của CO_2 ;

V - thể tích nước kiểm nghiệm tính bằng ml

2.6 Độ cứng cacbonat.

2.6.1 Phạm vi áp dụng.

Phương pháp áp dụng để xác định hàm lượng canxi bicarbonat và magiê bicarbonat khi trong nước không chứa các bicarbonat và cacbonat khác trừ bicarbonat và cacbonat của các kim loại kiềm.

2.6.2 Bản chất của phương pháp

Khi chuẩn độ độ kiềm toàn phần, các muối bicarbonat của canxi và magiê và bicarbonat và cacbonat của kim loại kiềm tham gia phản ứng, lượng bicarbonat và cacbonat của kim loại kiềm (các muối này không tham gia trong thành phần độ cứng) xác định bằng mẫu nước cùng thể tích với mẫu nước xác định độ kiềm toàn phần ở điều kiện đun sôi. Khi đun sôi, các muối $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ và $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$ kết tủa dưới dạng CaCO_3 và MgCO_3 . Nước lọc chứa cacbonat của kim loại kiềm chuẩn độ bằng axit clohydric với chỉ thị màu metyl da cam.

2.6.3 Hóa chất

+ Axit clohydric, dung dịch 0,1N.

+Metyl da cam, dung dịch 0,1% .

2.6.4 Tiến hành thí nghiệm

Lấy 100ml nước kiểm nghiệm đổ vào bình nón dung tích 250ml bỏ vài hạt "đá sỏi" đun đến khi còn 1/3 thể tích ban đầu. Tủa canxi cacbonat và magiê cacbonat, đem lọc, rửa tủa vài lần bằng nước cất đun sôi để nguội cho đủ 100ml nước lọc. Thêm 2 - 3 giọt dung dịch metyl da cam vào nước lọc thu được và chuẩn độ bằng dung dịch axit clohydric 0,1N đến khi chuyển từ màu vàng sang màu đỏ da cam.

2.6.5 Tính kết quả.

Độ cứng cacbonat tính theo độ Đức (1 độ Đức = 10 mg/l CaO tính bằng công thức:

$$X_s = (V_1 - V_2)N \cdot 0,02804 \cdot 100 \frac{1000}{V}$$

Trong đó:

V₁ - Thể tích dung dịch axit clohydric dùng khi chuẩn độ kiềm toàn phần, tính bằng ml;

V₂ - Thể tích dung dịch axit clohydric dùng khi chuẩn độ cacbonat và bicacbonat kim loại kiềm, tính bằng ml;

N - Nồng độ đương lượng của axit clohydric;

0,02804 - miligam đương lượng của CaO;

V - Thể tích nước kiểm nghiệm, tính bằng ml;

Chú thích: Độ cứng của nước còn biểu diễn bằng miligam đương lượng bằng độ Pháp và độ Anh. Tính đổi đơn vị độ cứng theo bảng 2, trong 2 gren là đơn vị khối lượng Anh bằng 0,0647989g và ga lông là đơn vị thể tích Anh bằng 4,545963l.

Bảng 2 - Tính độ cứng

Đơn vị độ cứng	mg- dl/l	Độ Đức 10mg CaO/l	Độ Pháp CaCO ₃ /l	Độ Anh gren CaCO ₃ /l galông
1 mg- dl/l	1	2,8	5,0	3,5
1 Độ Đức	0,357	1	1,79	1,25
1 Độ Pháp	0,2	0,56	1	0,7
1 Độ Anh	0,286	0,8	1,43	1

2.7 Độ cứng toàn phần

2.7.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp áp dụng để xác định độ cứng toàn phần của tất cả các loại nước.

2.7.2 Bản chất của phương pháp

Các ion canxi và magiê khi pH - 10 tạo với eriocrom đen -T hợp chất phức làm cho dung dịch có màu đỏ thẫm. Khi chuẩn độ bằng komplexon III, do phức của canxi và magiê với Komplexon III bền hơn nên ion canxi và magiê tách khỏi hợp chất phức tạo thành ban đầu để kết hợp với Komplexon III, anion của chất chỉ thị màu

được giải phóng và tại điểm đương lượng dung dịch chuyển từ màu đỏ thẫm sang màu xanh đặc trưng.

2.7.3 Hóa chất

Komplexon III, dung dịch 0,05M: hòa tan 18,613g komplexon III bằng nước cất hai lần đun sôi để nguội sau đó lọc và thêm nước cất cho đủ 1l.

Độ chuẩn của dung dịch komplexon III xác định như sau: hòa tan 5,005g canxi cacbonat loại tinh khiết phân tích (t.k.p.t) đã sấy khô ở 105⁰C trong bình định mức dung tích 1l bằng axit clohydric loãng (1 + 1), axit clohydric cho vào từ từ đến khi ngừng tạo thành bọt khí cacbonic. Đun sôi vài phút, để nguội, thêm nước cất cho đủ 1l và lắc đều. Lấy 20ml dung dịch canxi clorua vừa điều chế làm loãng đến 100ml bằng nước cất, thêm dung dịch natri hydroxyt 10% đến pH = 12 (thử bằng giấy chỉ thị) và chuẩn độ bằng dung dịch komplexon III với chỉ thị màu murexit. Chuẩn độ ba lần và lấy kết quả trung bình.

Độ chuẩn của dung dịch komplexon III theo CaO tính bằng g/ml theo công thức:

$$T = \frac{20}{V_2} \cdot 0,0028$$

Trong đó:

0,0028 - độ chuẩn dung dịch canxi clorua, tính theo g CaO;

V₂ - thể tích dung dịch komplexon III dùng khi chuẩn độ 20ml dung dịch canxi clorua, tính bằng ml.

Độ chuẩn của dung dịch komplexon III mỗi tuần xác định lại một lần.

- + Canxi cacbonat bột, loại tinh khiết phân tích
- + Natri hydroxyt, dung dịch 10%
- + Murexit, hỗn hợp với natn clorua theo tỉ lệ (1 +50) đựng trong lọ thủy tinh màu nâu.
- + Eriocrom đen-T, hỗn hợp với natri clorua theo tỉ lệ (1 + 50).
- + Dung dịch đệm pH = 10; hòa tan 65g amoni clorua (NH₄Cl) loại tinh khiết phân tích trong bình định mức dung tích 1l bằng nước cất. Thêm 350ml dung dịch amoniac 25% và pha bằng nước cất cho đủ 1l.

2.7.4 Tiến hành thí nghiệm

Lấy 100ml nước kiểm nghiệm nếu nước có độ cứng toàn phần đến 15 độ Đức.

50ml nếu nước có độ cứng toàn phần đến 30 độ Đức.

25ml nếu nước có độ cứng toàn phần trên 30 độ Đức đổ vào bình nón dung dịch 250ml, pha nước cất cho đủ 100ml. Khử độ kiềm của nước kiểm nghiệm bằng axit clohydric 0,1N (lượng axit tiêu thụ khi chuẩn độ độ kiềm toàn phần), thêm 5ml dung dịch đệm 0,1 - 0,2g eriocrom đen- T và chuẩn độ bằng dung dịch komplexon III đến khi chuyển từ màu đỏ sang màu xanh.

2.7.5 Tính kết quả:

Độ cứng toàn phần (độ Đức) tính bằng công thức:

$$X_6 = V_1 T \cdot 100 \cdot \frac{1000}{V}$$

Trong đó:

V_1 - thể tích dung dịch komplexon III dùng khi chuẩn độ, tính bằng ml;

T - độ chuẩn của dung dịch komplexon III theo CaO tính bằng g/ml;

V - thể tích nước kiểm nghiệm, tính bằng ml.

2.8 Độ cứng không cacbonat

Độ cứng không cacbonat (độ Đức) tính bằng công thức:

$$X_7 = X_6 - X_5$$

Trong đó:

X_6 - độ cứng toàn phần, tính theo độ Đức;

X_5 - độ cứng cacbonat, tính theo độ Đức.

2.9 Bicacbonat (HCO_3^-) và cacbonat (CO_3^{2-})

Hàm lượng ion bicacbonat và cacbonat xác định bằng cách tính toán dựa vào độ kiềm toàn phần và độ kiềm tự do theo bảng 3.

Bảng 3 - Tính toán hàm lượng ion bicacbonat và cacbonat

Tỉ số giữa độ kiềm tự do và độ kiềm toàn phần	Bicacbonat (HCO_3^-)		Cacbonat (CO_3^{2-})	
	mg- dl/l	mg/l	mg-dl/l	mg/l
1	2	3	4	5
$X_1 = 0$	X_2	$X_2 \cdot 61$	0	0
$2X_1 < X_2$	$X_2 - 2X_1$	$(X_2 - 2X_1) \cdot 61$	$2X_1$	$2X_1 \cdot 30$
$2X_1 = X_2$	0	0	$2X_1$	$2X_1 \cdot 30$
$2X_1 > X_2$	0	0	$2(X_2 - X_1)$	$2(X_2 - X_1) \cdot 30$
$X_1 = X_2$	0	0	0	0

Trong đó :

X_1 - độ kiềm tự do, tính bằng mg – dl/l (xem mục 2.3);

X_2 - độ kiềm toàn phần, tính bằng mg – dl/l (xem mục 2.3);

61 - đương lượng của HCO_3^- ;

30 - đương lượng của CO_3^{2-} ;

2.10 Canxi (Ca^{2+})

2.10.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp áp dụng để xác định ion canxi, trong nước chứa các cation thường gặp như Mg^{2+} , K^+ , Na^+ và khi nồng độ Fe^{3+} , Al^{3+} , Mn^{2+} , Cu^{2+} thấp (Sắt dưới 20 mg/l, nhôm dưới 5 mg/l, mangan dưới 10 mg/l, đồng dưới 2 mg/l).

2.10.2 Bản chất của phương pháp.

Trong môi trường kiềm (pH =12) ion canxi tạo với murexit hợp chất phức làm dung dịch có màu đỏ thẫm. Khi chuẩn độ bằng komplexon III, do hợp chất phức giữa canxi và Komplexon III bền hơn hợp chất phức giữa canxi và murexit nên ion canxi tách khỏi hợp chất phức tạo thành ban đầu để kết hợp với Komplexon III và tại điểm đương lượng dung dịch chuyển sang màu xanh tím đặc trưng, màu của anion murexit được giải phóng.

2.10.3 Hoá chất

+ Komplexon III, dung dịch 0,05M. Cách pha xem mục 2.7.3.

+ Natri hydroxit, dung dịch 10%

+ Murexit, hỗn hợp với natri clorua theo tỉ lệ (1+50) đựng trong lọ thuỷ tinh màu nâu.

2.10.4 Tiến hành thí nghiệm

Lấy 100ml nước kiểm nghiệm nếu hàm lượng canxi đến 300mg/l.

50ml nếu hàm lượng canxi trên 300 đến 500mg/l;

25ml nếu hàm lượng canxi trên 500mg/l đổ vào bình nón dung tích 250ml, pha bằng nước cất cho đủ 100ml. Thêm dung dịch natri hydroxit 10% đến pH= 10 (kiểm tra bằng giấy chỉ thị), 0,02g murexit và vừa khuấy liên tục vừa chuẩn độ bằng dung dịch komplexon III đến khi dung dịch chuyển từ màu đỏ sang màu xanh tím.

Chú thích: Nếu nước kiểm nghiệm có độ kiềm toàn phần lớn hơn 6mg d/l thì trung hoà nước kiểm nghiệm bằng lượng axit clohydric 0,1N tiêu thụ khi chuẩn độ kiềm toàn phần, đun sôi 1 phút, để nguội sau đó tiến hành xác định canxi.

2.10.5 Tính kết quả

Hàm lượng ion canxi (Ca^{2+}), mg/l; tính bằng công thức:

Trong đó:

$$X_8 = V_1.T.1000. \frac{1000}{V}$$

V_1 – thể tích dung dịch komplexon III dùng chỉ chuẩn độ, tính bằng ml;

T - độ chuẩn của dung dịch komplexon III tính bằng g/ml theo canxi (Ca^{2+}),

(Trong đó: V_2 là thể tích dung dịch komplexon III dùng

$$T = \frac{20}{V}.0,0020$$

chuẩn độ 20ml dung dịch canxi clorua, tính bằng ml theo mục 2.7.3);

V – thể tích nước kiểm nghiệm, tính bằng ml.

2.11 Magiê (Mg^{2+})

2.11.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp áp dụng để xác định hàm lượng ion magiê trong nước thiên nhiên có nồng độ Fe^{3+} , Al^{3+} , Mn^{2+} , Cu^{2+} thấp (theo mục 2.10.1)

2.11.2 Bản chất của phương pháp

Ở pH = 10 ion canxi và magiê tạo với eriocrom đen -T hợp chất phức làm cho dung dịch có màu đỏ thẫm. Khi chuẩn độ bằng komplexon III, ion canxi và magiê tách khỏi hợp chất phức ban đầu tạo với komplexon III hợp chất phức bền hơn và tại điểm đương lượng dung dịch chuyển sang màu xanh, màu của anion chất chỉ thị màu ở pH = 10. Ion canxi không cho điểm chuyển màu rõ ràng nên ở điều kiện trên chỉ có thể được xác định khi đồng thời có ion magiê. Vì vậy ion magiê được xác định bằng hiệu giữa lần chuẩn độ này với lần chuẩn độ ion canxi ở pH = 12.

2.11.3 Hóa chất

Komplexon III, dung dịch 0,05M. Cách pha xem mục 2.7.3.

Độ chuẩn của dung dịch komplexon III theo magiê (Mg^{2+}) Xác định như sau: hòa tan 6,0180g magiê sunfat khan trong 1l nước cất. Lấy 20ml dung dịch này đổ vào bình nón dung tích 250ml, pha nước cất đến gần 100ml, thêm 3 - 5ml dung dịch đệm amoniac đến pH = 10 và chuẩn độ bằng dung dịch komplexon III với chỉ thị màu eriocrom đen- T. Chuẩn độ ba lần và lấy kết quả trung bình.

Độ chuẩn của dung dịch komplexon III theo magiê (Mg^{2+}) tính bằng công thức:

$$T = \frac{20}{V_3} \cdot 0,0012$$

Trong đó:

0,0012 - độ chuẩn của dung dịch magiê sunfat tính theo g Mg;

V_3 - thể tích dung dịch komplexon III dùng khi chuẩn độ 20ml dung dịch magiê sunfat, tính bằng ml.

- Magiê sunfat, bột khan, loại tinh khiết phân tích.
- Dung dịch đệm pH = 10. Cách pha xem mục 2.7.3.
- Eriocrom đen- T, hỗn hợp với natri clorua theo tỉ lệ (1 + 50).
- Trictanolaminhydroclorua, tinh thể, loại tinh khiết phân tích.
- Hidroxilaminhydroclorua, tinh thể, loại tinh khiết phân tích.

2.11.4 Tiến hành thí nghiệm.

Lấy 100ml nước kiểm nghiệm nếu tổng hàm lượng canxi và magiê đến 300 mg/l;

50ml nếu tổng hàm lượng canxi và magiê trên 300 đến 800 mg/l;

25ml nếu tổng hàm lượng canxi và magiê trên 800 mg/l (lượng nước lấy kiểm nghiệm phải bằng lượng nước lấy kiểm nghiệm canxi) đổ vào bình nón dung tích 250ml, pha bằng nước cất cho đủ 100ml. Nếu nước kiểm nghiệm có nồng độ Fe^{3+} , Al^{3+} , Mn^{2+} cao, thêm 0,5g trictanolaminhydroclorua và 0,1g hidroxilaminhydroclorua. Thêm dung dịch đệm đến pH = 10 và đun nóng đến 40 -

50°C. Dùng buyxet chuẩn độ cho vào một lượng dung dịch komplexon III 0,05M gần bằng lượng komplexon III dùng chuẩn độ canxi sau đó thêm 0,02g eriocrom đen- T và chuẩn độ tiếp bằng dung dịch komplexon III 0,05M đến khi dung dịch chuyển từ màu đỏ thẫm sang màu xanh. Ở điều kiện này đã chuẩn độ tổng hàm lượng canxi và magiê.

2.11.5 Tính kết quả

Hàm lượng ion magiê (Mg^{2+}), mg/l; tính bằng công thức:

$$X_g = (V_2 - V_1)T.1000. \frac{1000}{V}$$

Trong đó:

V - thể tích dung dịch komplexon III 0,05M dùng khi chuẩn độ tổng hàm lượng canxi và magiê, tính bằng ml;

V_1 - thể tích dung dịch komplexon III 0,05M dùng khi chuẩn độ canxi, tính bằng ml (mục 2.10.4);

T - độ chuẩn của dung dịch komplexon III tính bằng g/cm³ theo magiê (Mg^{2+});

v - thể tích nước kiểm nghiệm tính bằng ml.

2.12 Clorua (Cl)

2.12.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp áp dụng để xác định ion clorua trong nước với hàm lượng lớn hơn 2 mg/l. Với độ chính xác 1 - 3 mg/l có thể xác định ion clorua với hàm lượng đến 100mg/l. Để xác định chính xác hàm lượng ion clorua với nồng độ dưới 10 mg/l lấy 250 - 300ml nước kiểm nghiệm cho bay hơi còn 100ml sau đó tiến hành xác định.

Các ion Hg^{2+} , Pb^{2+} , H_2S , Fe^{3+} với hàm lượng trên 10 mg/l và phát phát với hàm lượng trên 25 mg/l cản trở xác định clorua.

2.12.2 Bản chất của phương pháp

Xác định ion clorua dựa trên sự tạo tủa bạc clorua bằng bạc nitrat. Khi ion clorua tác dụng hết, tại điểm đương lượng dung dịch sẽ có màu đỏ do kết tủa bạc cromat các phản ứng xảy ra ở pH = 6,5 ÷ 10

2.12.3 Hóa chất

+ Bạc nitrat, dung dịch 0,05N. Hoà tan 8,4945g $AgNO_3$ loại tinh khiết phân tích trong bình định mức dung tích 1l bằng nước cất và pha cho đủ 1l.

+ Kali cromat, dung dịch 5% .

2.12.4 Tiến hành thí nghiệm

Lấy 100ml nước kiểm nghiệm đã lọc để vào bình nón dung tích 250ml, thêm 1ml dung dịch Kali cromat 5% và chuẩn độ bằng dung dịch bạc natri 0,05N đến khi kết tủa có màu đỏ da cam bền vững. Nếu hàm lượng clorua nhỏ thì chuẩn độ đến khi xuất hiện vẫn đục màu nâu đỏ. Làm thí nghiệm hai lần và lấy kết quả trung bình.

Chú thích: Muốn loại trừ H_2S và HS^- lấy một lượng nước kiểm nghiệm nhất định, axit hoá bằng axit nitric loãng (1 + 5), đun sôi 8 - 10 phút, điều chỉnh đến độ pH ban đầu và tiến hành xác định. Các chất hữu cơ loại trừ bằng làm bay hơi nước kiểm nghiệm đến khô, nung ở $200^{\circ}C$ và hòa tan cặn bằng nước cất đến thể tích ban đầu, sau đó tiến hành xác định. Khi nước kiểm nghiệm có độ pH dưới 6 thì trung hòa bằng natri bicacbonat, khi nước kiểm nghiệm có độ pH trên 10 thì trung hòa axit nitric loãng (1 + 5).

2.12.5 Tính kết quả:

Hàm lượng ion clorua (C/-), mg/l; tính bằng công thức:

$$X_{10} = V_1 \cdot N \cdot 0,03546 \cdot 1000 \cdot \frac{1000}{V}$$

Trong đó:

V_1 - thể tích dung dịch bạc nitrat 0,05N dùng khi chuẩn độ, tính bằng ml;

N - nồng độ đương lượng của dung dịch bạc nitrat;

0,03546 - miligam đương lượng của clo;

V - thể tích nước kiểm nghiệm, tính bằng ml.

2.13 Sunfat (SO_4^{2-})

2.13.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp áp dụng để xác định mọi hàm lượng ion sunfat trong nước.

Nước có nhiều tạp chất cơ học, hàm lượng silicat và sắt cao cản trở xác định sunfat.

2.13.2 Bản chất của phương pháp

Trong môi trường axit clohydric yếu ion sunfat kết tủa dưới dạng bari sunfat ($BaSO_4$) bằng dung dịch bari clorua ($BaCl_2$)

2.13.3 Hóa chất

+ Axit clohydric loãng (1 + 1).

+ Axit clohydric loãng (1 + 99).

+ Bari clorua, dung dịch 10% .

+ Bạc nitrat, dung dịch: hòa tan 1g $AgNO_3$ loại tinh khiết phân tích bằng nước cất, thêm 5ml axit nitric đặc và pha nước cất cho đủ 100ml.

+ Metyl da cam, dung dịch 1% .

2.13.4 Tiến hành thí nghiệm

Lấy 500ml nước kiểm nghiệm đã lọc nếu hàm lượng SO_4^{2-} đến 50 ml

250ml nếu hàm lượng SO_4^{2-} trên 50 đến 200 mg/l;

200ml nếu hàm lượng SO_4^{2-} trên 200 đến 500 mg/l;

50ml nếu hàm lượng SO_4^{2-} trên 500 mg/l, đổ vào cốc đốt, cho bay hơi (hoặc làm loãng) đến 100ml, thêm 3 - 4 giọt metyl da cam và dung dịch axit clohydric (1 + 1) đến khi dung dịch có màu hồng. Đun sôi, vừa khuấy vừa nhỏ dần từng giọt (10ml) dung dịch bari clorua 10%. Đun sôi thêm 5 phút, đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ

và đặt trên bếp cách thủy 2 - 4 giờ để bari sunfat kết tủa hết; lọc bằng giấy lọc không tro, rửa tủa trên giấy lọc bằng axit clohydric loãng (1 + 99) nóng, sau đó rửa bằng nước cất nóng đến khi hết ion clorua trong nước rửa (nước rửa không kết tủa khi thêm bạc nitrat). Giấy lọc chứa tủa bari sunfat để vào chén nung đã biết trọng lượng, sấy khô ở 105⁰C, đốt cháy và nung ở 800⁰C, trong thời gian 30 - 40 phút, ổn nhiệt trong bình hút ẩm và cân đến khi có trọng lượng không đổi.

2.13.5 Tính kết quả

Hàm lượng ion sunfat (SO₄²⁻), mg/l; tính bằng công thức:

$$X_{11} = G.0,4115.1000. \frac{1000}{V}$$

Trong đó

G - khối lượng tủa bari sunfat, tính bằng g;

0,4115 - hệ số tính đổi khối lượng bari sunfat thành SO₄ - 1

V - thể tích nước kiểm nghiệm, tính bằng ml,

2.14 Độ oxy hóa

2.14.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp áp dụng để xác định độ oxy hóa của nước có hàm lượng clorua không quá 300 mg/l.

2.14.2 Bản chất của phương pháp

Trong môi trường axit sunfuric, Kali pecmanganat oxy hóa những chất có tác dụng khử trong nước. Sau khi đun sôi thêm axit oxalic để khử Kali pecmanganat không tác dụng hết. Lượng axit oxalic thừa, chuẩn độ bằng dung dịch Kali pecmanganat.

2.14.3 Hóa chất

+ Kali pecmanganat, dung dịch 0,01N.

+ Axit sunfuric loãng (1 + 3).

+ Axit oxalic, dung dịch 0,01N.

2.14.4 Tiến hành thí nghiệm

Lấy 100ml nước kiểm nghiệm đổ vào bình nón dung tích 250ml, thêm 5ml axit sunfuric loãng (1 + 3), dùng buyret chuẩn độ thêm đúng 10ml dung dịch Kali pecmanganat 0,01N. Đun sôi 10 phút. Nếu khi đun sôi màu hồng của dung dịch không bền thì làm lại thí nghiệm với thể tích nước kiểm nghiệm ít hơn và pha loãng đến 100ml.

Thêm vào dung dịch nóng đúng 10ml dung dịch axit oxalic 0,01N và chuẩn độ ngay bằng dung dịch Kali pecmanganat 0,01N đến khi xuất hiện màu hồng bền vững.

Nhiệt độ dung dịch khi chuẩn độ không được xuống dưới 50⁰C.

Đồng thời làm mẫu chứng. Thay nước kiểm nghiệm bằng nước cất và lần lượt làm như trên.

Chú thích: Nếu nước kiểm nghiệm có hàm lượng ion clorua trên 300 mg/l thì phải làm loãng. Nếu nước kiểm nghiệm chứa các chất vô cơ bị Kali pecmanganat oxy hóa (H₂S,

Fe^{2+} , NO_2^-) thì các chất này được xác định riêng và khi tính kết quả độ oxy hóa phải trừ đi lượng oxy tương ứng như sau:

- 1mg H_2S tương ứng 0,47mg O_2 ;

- 1mg NO_2 tương ứng 0,35mg O_2 ;

- 1mg Fe_{2+} tương ứng 0,14mg O_2

2.14.5 Tính kết quả

Độ oxy hóa mg (O_2/l) tính bằng công thức:

$$X_{12} = (V_2 - V_1).N.8. \frac{1000}{V}$$

Trong đó:

V_2 - thể tích dung dịch Kali pemanganat 0,01N dùng khi chuẩn độ mẫu nước kiểm nghiệm, bằng ml;

V_1 - thể tích dung dịch Kali pemanganat 0,01N dùng khi chuẩn độ mẫu chứng, tính bằng ml;

N - nồng độ đương lượng của dung dịch Kali pemanganat;

8 - đương lượng của oxy;

V - thể tích nước kiểm nghiệm, tính bằng ml

2.15 Hydro sunfua và các sunfua

2.15.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp áp dụng để xác định hydro và sunfua và các dạng ion sunfua trong nước với hàm lượng 1: 10 mg/l.

2.15.2 Bản chất của phương pháp

Phương pháp dựa trên sự chuẩn độ trực tiếp hydro sunfua và các dạng ion sunfua bằng dung dịch iot.

2.15.3 Hóa chất

+ Iot dung dịch 0,01N.

+ Hồ tinh bột, dung dịch 0,5% .

+ Axít axetic đặc.

2.15.4 Tiến hành thí nghiệm

Lấy 200ml nước kiểm nghiệm đã lọc đồ vào bình "chuẩn độ iot" dung tích 500ml, thêm 3 + 4 giọt axít axetic, 2 - 3 giọt dung dịch hồ tinh bột và chuẩn độ bằng dung dịch iot 0,01N đến khi có màu xanh nhạt.

Thí nghiệm được lập lại theo thứ tự sau:

Đổ vào bình chuẩn độ lượng dung dịch iot 0,01N đúng bằng lượng dung dịch dùng chuẩn độ lần thứ nhất sau đó đổ vào bình 200ml nước kiểm nghiệm, thêm vài giọt dung dịch hồ tinh bột 0,5% và chuẩn độ tiếp bằng dung dịch iot 0,01N đến khi có màu xanh nhạt.

Lấy kết quả trung bình của hai lần chuẩn độ.

2.15.5 Tính kết quả

Hàm lượng hydro sunfua và các ion sunfua (mg/l) tính bằng công thức:

$$X_{13} = V_1 \cdot N \cdot 0,017 \cdot 1000 \cdot \frac{1000}{V}$$

Trong đó:

V_1 thể tích dung dịch iot 0,010N dùng khi chuẩn, độ tính bằng ml;

N - Nồng độ đương lượng của dung dịch iot;

0,017 – miligam đương lượng của H_2S ,

V - thể tích nước kiểm nghiệm, tính bằng ml.

2.16 Nitrit (NO_2^-).

2.16.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp áp dụng để xác định nitrit trong nước không chứa các chất oxy hóa và chất khử mạnh. Nước đục và nước màu, các ion Fe^{3+} , Hg^{2+} , Ag^+ , Bi^{2+} , Pb^{2+} , Au^{3+} , cloplatinat, metavanadat cản trở xác định nitrit. Cu^{2+} làm kết quả thấp hơn thực tế.

Các ảnh hưởng trên được loại trừ khi làm loãng nước kiểm nghiệm.

2.16.2 Bản chất phương pháp

Phương pháp dựa trên tác dụng diazo hóa trong môi trường axit của nitrit với hỗn hợp axit sunfanilic và - naftilamin tạo thành thuốc nhuộm màu hồng.

2.16.3 Hóa chất

- Axit sunfanilic, dung dịch 0,6%; hòa tan 6,0g axit sunfanilic loại tinh khiết phân tích, vào 750ml nước cất đun sôi, thêm 250ml axit axetic băng-Naftilamin, dung dịch 0,6%: hòa tan 1,2g - naftilamin, loại tinh khiết phân tích bằng nước cất, thêm 250ml axit axetic băng và pha nước cất cho đủ 250ml. Dung dịch dùng trong 2 - 3 tháng.

- Natritrit, dung dịch I: hòa tan 0,1497g $NaNO_2$ loại tinh khiết phân tích đã sấy khô ở $105^{\circ}C$ bằng nước cất và pha cho đủ 1l. Thêm 1ml clorofoc, bảo quản I nhiệt độ thấp và dùng trong 1 tháng, 1l dung dịch I chứa 0,100ml NO_2^-

Dung dịch II: lấy 100ml dung dịch I làm loãng đến 1l bằng nước cất 1ml dung dịch này chứa 0,010mg NO_2 . Dung dịch chỉ pha trước khi sử dụng.

Dung dịch III: lấy 50ml dung dịch II làm loãng đến 1l bằng nước cất, 1ml dung dịch này chứa 0,0005mg NO_2 . Dung dịch chỉ pha trước khi sử dụng.

2.16.4 Dụng đồ thị chuẩn

Lấy 0; 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5; 3ml dung dịch II làm loãng đến 50ml bằng nước cất. Dãy dung dịch nhận được có nồng độ tương ứng 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6 mg/l NO_2 . Từng dung dịch lần lượt làm như đối với mẫu nước kiểm nghiệm ở phần tiến hành thí nghiệm. Đo cường độ màu của từng dung dịch bằng máy đo màu quang điện.

Từ mật độ quang của các dung dịch đo được dựng đồ thị chuẩn. Trên trục dọc ghi mật độ quang, trên trục ngang ghi nồng độ dung dịch tương ứng (mg/l).

2.16.5 Pha thang màu tiêu chuẩn

Lấy 0; 0,2; 0,5; 1,00; 1,500; 2,00; 2,50; ml dung dịch III đổ vào bình trụ netle dung tích 50ml, làm loãng bằng nước cất đến 50ml. Từng dung dịch lần lượt làm như đối với mẫu nước ở phần tiến hành thí nghiệm. Dãy dung dịch nhận được có nồng độ tương ứng 0,000; 0,002; 0,003; 0,01; 0,015; 0,020; 0,025 mg/l NO II

2.16.6 Tiến hành thí nghiệm

Lấy 50ml nước kiểm nghiệm, nếu lượng nước lấy ít hơn thì làm loãng đến 50ml bằng nước cất đổ vào bình nón. Thêm 1ml dung dịch axit sunfanilic và lắc đều. Để yên năm phút sau đó thêm 1ml dung dịch a-naftilamin và lắc đều. Sau 40 phút kể từ khi thêm dung dịch a-naftilamin đo cường độ màu của dung dịch bằng máy đo màu quang điện, dùng kính lọc màu xanh lá cây ($\lambda = 520\text{mm}$, cuvet dày 1 - 5cm, hoặc so màu bằng mắt thường với thang màu tiêu chuẩn.

Chú thích: Nếu sau khi lọc nước kiểm nghiệm vẫn đục và nước nhiều bẩn có các chất keo lơ lửng thì làm như sau: lấy 100ml nước thêm 0,50g than hoạt tính, 1ml dung dịch 12,5% $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ và dung dịch amoniac đến pH = 5,8. Khuấy đều, để cặn kết tủa hết và nước lắng trong, sau đó lọc qua giấy lọc bằng xanh. Lấy một phần nước lọc để xác định nitrit. Nếu trong nước có các chất cản trở (xem mục 1.16.1) thì làm loãng nước kiểm nghiệm. Nếu nước kiểm nghiệm có màu thì đo mật độ quang và trừ đi khi tính kết quả.

2.16.7 Tính kết quả

Hàm lượng ion nitrit (NO_2), mg/l; tính bằng công thức:

$$X_{14} = \frac{C.50}{V}$$

Trong đó:

C - nồng độ ion nitrit đọc trên đồ thị chuẩn hoặc trên thang màu tiêu chuẩn, tính bằng mg/l

V - thể tích nước lấy kiểm nghiệm, tính bằng ml

50 - thể tích làm loãng nước kiểm nghiệm, tính bằng ml.

2.17 Nitrat (NO_3)

2.17.1 Phạm vi áp dụng.

Phương pháp áp dụng để xác định nitrat với hàm lượng đến 1 mg/l trong nước có hàm lượng clorua không quá 200 mg/l, sắt không quá 5 mg/l, nitrit không quá 2 mg/l.

2.17.2 Bản chất của phương pháp.

Phương pháp dựa trên phản ứng giữa nitrat và natri xalixilat trong môi trường axit sunfuric tạo thành muối của axit nitroxalixilic màu vàng.

2.17.3 Hóa chất.

+ Natri xalixilat, dung dịch 0,5% .

+Axit sunfuric đặc.

+ Natri hydroxyt, dung dịch 10N: hòa tan 400g NaOH loại tinh khiết phân tích bằng nước cất, sau khi nguội pha đủ 1l.

Kali nitrat, dung dịch I: hòa tan 0,1631g KNO_3 loại tinh khiết phân tích đã sấy khô ở 105°C bằng nước cất trong bình định mức, thêm 1ml clorofoc và pha cho đủ 1l.

Như vậy 1ml dung dịch I chứa 0,100mg NO_3

Dung dịch II: lấy 10ml dung dịch I làm loãng đến 100ml bằng nước cất, 1ml dung dịch II chứa 0,010mg NO_3 . Dung dịch chỉ pha trước khi sử dụng.

- 2.17.4 Dụng đồ thị chuẩn lấy 0, 0,5; 1; 2; 5; 10ml dung dịch II làm loãng đến 10ml bằng nước cất, cho bay hơi trong chén sứ trên bếp cách thủy đến khô và từng dung dịch lần lượt làm như đối với nước kiểm nghiệm ở phần tiến hành thí nghiệm. Dây dung dịch nhận được có nồng độ tương ứng 0; 0,1; 0,2; 0,4; 1,0; 2,0 mg/l NO_3^- . Đo cường độ màu của từng dung dịch bằng máy đo màu quang điện.

Từ mật độ quang của các dung dịch đo được dựng đồ thị chuẩn. Trên trục dọc ghi mật độ quang, trên trục ngang ghi nồng độ dung dịch tương ứng (mg/l).

- 2.17.5 Pha thang màu tiêu chuẩn.

Lấy 0; 0,2; 0,5 , 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0ml dung dịch III làm loãng đến 10ml bằng nước cất, cho bay hơi trong chén sứ trên bếp cách thủy đến khô và lần lượt làm như đối với nước kiểm nghiệm ở phần tiến hành thí nghiệm. Các dung dịch màu làm loãng bằng nước cất cho đủ 50ml trong bình trụ netle. Dây dung dịch nhận được có nồng độ tương ứng 0; 0,04; 0,1; 0,2; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6; 2,0 mg/l NO_3 .

- 2.17.6 Tiến hành thí nghiệm.

Lấy 10ml nước kiểm nghiệm, thêm 1ml dung dịch natri xalixilat và cho bay hơi trong chén sứ trên bếp cách thủy đến khô. Sau khi để nguội thêm 1l axit sunfuric. Dùng đũa thủy tinh khuấy đều theo thành và đáy chén cho cạn tan nết, để 10 phút. Đổ nước cất vào chén, khuấy đều và đổ sang bình đựng nước dung tích 50ml. Tráng chén nhiều lần bằng nước cất, nước tráng đổ vào bình đựng nước. Thêm 7ml dung dịch natri hydroxyt 10N, pha nước cất đến vạch và lắc đều. Sau 10 phút kể từ khi thêm dung dịch natri hydroxyt, màu của dung dịch không được thay đổi. Đo cường độ màu của dung dịch bằng máy đo màu quang điện, dùng kính lọc màu tím ($\lambda = 410\text{mm}$) cuvet dày 1 - 5cm hoặc so màu bằng mắt thường với thang màu tiêu chuẩn.

Chú thích: Nếu nước kiểm nghiệm có hàm lượng clorua cao, lấy 100ml nước thêm lượng dung dịch bạc sunfat tương đương với hàm lượng clorua đã biết (4,40g Ag_2SO_4 loại tinh khiết phân tích hòa tan trong 1l nước cất; 1ml dung dịch tương ứng 1mg Cl^-), lọc kết tủa bạc clorua, nước lọc dùng xác định nitrat. Nếu hàm lượng sắt lớn, thêm vào nước kiểm nghiệm 8 - 10 giọt kali - natri tatrát 20%. Nếu hàm lượng ion nitrit lớn hơn 2mg/l, lấy 20ml nước kiểm nghiệm thêm 0,05g amoni sunfat, cho bay hơi đến khô trên bếp cách thủy, hòa tan cạn, lọc lấy nước trong để xác định nitrat.

- 2.17.7 Tính kết quả

Hàm lượng ion nitrat (NO_3), mg/l; tính bằng công thức:

$$X_{15} = \frac{C50}{V}$$

Trong đó:

C - nồng độ ion nitrat, đọc trên đồ thị chuẩn hoặc trên thang màu tiêu chuẩn, tính bằng mg/l;

V - thể tích nước lấy kiểm nghiệm, tính bằng ml;

50 - thể tích nước kiểm nghiệm đã hiện màu, tính bằng ml,

2.18 Amoniac và amoni

2.18.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp áp dụng để xác định amoniac và ion amoni trong nước không chứa các amin, clo, cloamin, axeton, rượu và các chất hữu cơ tác dụng với thuốc thử Netle. Nước có độ đục, hàm lượng sắt và sunfua cao cản trở xác định amoniac và amom.

2.18.2 Bản chất của phương pháp

Amomac và ion amoni tác dụng với Kali iodua thủy ngân (thuốc thử Netle) trong môi trường kiềm tạo thành tủa màu vàng nâu.

2.18.3 Hóa chất

+ Nước cất không chứa amomac.

+ Thuốc thử netle: Hòa tan 100g.

Hg₂I loại tinh khiết phân tích và 70g K.I. loại tinh khiết phân tích và trộn với dung dịch natri hydroxyt. Dung dịch natri hidroxyt pha như sau: hòa tan 160g NaOH loại tinh khiết phân tích trong 500ml nước cất. Hỗn hợp dung dịch pha nước cất cho đủ 1l. Sử dụng phần dung dịch trong, sau khi để lắng ít nhất 4 giờ.

Natri kali tatrat, dung dịch 50%: hòa tan 50g KNC₄H₄O₆.4H₂O loại tinh khiết phân tích bằng nước cất, làm loãng đến 100ml, thêm 0,2 - 0,5ml thuốc thử Netle. Dung dịch sử dụng sau khi để lắng trong.

Komplexon III, dung dịch 50%: hòa tan 10g natri hidroxyt loại tinh khiết phân tích vào 60ml nước cất, sau đó hòa tan 50g komplexon III vào dung dịch natri hidroxyt vừa pha. Thêm nước cất cho đủ 100ml.

+ Natri hidroxyt, dung dịch 15% .

+ Amoni clorua.

Dung dịch I: hòa tan 0,2965g NH₄Cl loại tinh khiết phân tích bằng nước cất và pha cho đủ 1l. Như vậy 1ml dung dịch này chứa 0,100mg NH₄ Dung dịch chỉ pha trước khi sử dụng.

Dung dịch II: lấy 50ml dung dịch I làm loãng đến 1l bằng nước cất. Như vậy 1ml dung dịch này chứa 0,005mg NH₄⁺. Dung dịch chỉ pha trước khi sử dụng.

2.18.4 Dụng đồ thị chuẩn

Lấy 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10; ... 40ml dung dịch II làm loãng đến 50ml bằng nước cất và từng dung dịch lần lượt làm như đối với nước kiểm nghiệm ở phần tiến hành thí nghiệm. Dãy dung dịch nhận được có nồng độ tương ứng 0; 0,05; 0,10; 0,20; 0,40; 0,60; 0,80; 1,00; ...; 4,00 mg/l NH₄⁺ Đo cường độ màu của từng dung dịch bằng máy đo màu quang điện.

Từ mật độ quang của các dung dịch đo được dựng đồ thị chuẩn. Trên trục dọc ghi mật độ quang, trên trục ngang ghi nồng độ dung dịch tương ứng (mg/l).

2.18.5 Pha thang màu tiêu chuẩn

Lấy 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; ...; 20ml dung dịch II làm loãng đến 50ml bằng nước cất trong bình trụ Nettle. Từng dung dịch lần lượt làm như đối với nước kiểm nghiệm ở phần tiến hành thí nghiệm. Dãy dung dịch nhận được có nồng độ tương ứng 0; 0,05; 0,10; 0,20; 0,40; 0,60; 0,80; 1,00; ...; 2,00 mg/l NH_4^+ .

2.18.6 Tiến hành thí nghiệm.

Lấy 50ml nước kiểm nghiệm, thêm 1 - 2 giọt dung dịch Komplexon III hoặc dung dịch natri kali tatrát và lắc đều. Nếu nước có độ cứng cao, thêm 0,5 - 1ml, dung dịch natri Kali tatrát hoặc dung dịch komplexon III. Thêm 1ml thuốc thử Nettle và lắc đều. Sau 10 phút đo cường độ màu của dung dịch bằng máy đo màu quang điện, dùng kính lọc màu tím ($\lambda = 400: 425\text{mm}$), cuvet dày 1 - 5cm hoặc so màu bằng mắt thường với thang màu tiêu chuẩn. Sau 30 phút kể từ khi hiện màu, màu của dung dịch không được thay đổi. Khi đo cường độ màu bằng máy đo màu quang điện, nếu nồng độ ion amoni lớn hơn 6 mg/l thì phải làm loãng rồi mới đo.

2.18.7 Tính kết quả

Hàm lượng ion amoni (NH_4^+), mg/l; tính bằng công thức:

$$X_{16} = \frac{C50}{V}$$

Trong đó:

C - nồng độ ion amoni đọc trên đồ thị chuẩn hoặc trên thang màu tiêu chuẩn, tính bằng mg/l;

V - thể tích nước kiểm nghiệm, tính bằng ml;

50 - thể tích làm loãng nước kiểm nghiệm, tính bằng ml.

2.19 Tính cận sấy khô ở 105°C

2.19.1 Tiến hành thí nghiệm

Lấy 200ml nước kiểm nghiệm đã lọc, cho bay hơi dần trong chén sứ đã sấy ở 105°C và cân đến trọng lượng không đổi trên bếp cách thủy đến khô. Chén sứ chứa cận sấy 2 giờ ở 105°C, ổn nhiệt trong bình hút ẩm và cân nhanh đến trọng lượng không đổi

2.19.2 Tính kết quả

Tính cận sấy khô ở 150°C (mg/l) tính bằng công thức:

$$X_{17} = G.100. \frac{1000}{V}$$

Trong đó:

G - khối lượng cận sấy ở 105°C, tính bằng g;

V - thể tích nước kiểm nghiệm, tính bằng ml.

2.20 Hàm lượng cặn không tan sấy khô ở 105⁰C

2.20.1 Tiến hành thí nghiệm

Lấy 200ml nước kiểm nghiệm lọc bằng giấy lọc đã sấy ở 105⁰C và cân đến trọng lượng không đổi. Giấy lọc chứa cặn sấy 2 giờ ở 105⁰C, ổn nhiệt trong bình hút ẩm và cân đến trọng lượng không đổi.

2.20.2 Tính kết quả

Hàm lượng cặn không tan sấy khô ở 105⁰C (mg/l) tính bằng công thức:

$$X_{18} = G.1000. \frac{1000}{V}$$

Trong đó:

G - khối lượng cặn khô sấy ở 105⁰C, tính bằng g;

V - thể tích nước kiểm nghiệm, tính bằng ml.

2.21 Hàm lượng cặn không tan cháy ở 600⁰C ,

2.21.1 Tiến hành thí nghiệm

Giấy lọc chứa cặn không tan sấy khô ở 105⁰C (mục 2.20) bỏ vào chén sứ đã biết trọng lượng và đem nung ở 600⁰C trong 1 giờ, ổn nhiệt trong bình hút ẩm và cân đến trọng lượng không đổi.

2.21.2 Tính kết quả

Hàm lượng cặn không tan cháy ở 600⁰C (mg/l) tính bằng công thức:

$$X_{19} = G.1000. \frac{1000}{V}$$

Trong đó:

G - Hiệu khối lượng cặn không tan sấy khô ở 105⁰C và cặn còn lại sau khi nung ở 600⁰C, tính bằng g;

V - thể tích nước kiểm nghiệm, tính bằng ml.

Chú thích: Các đơn vị đo lường kí hiệu trong tiêu chuẩn này dựa theo bảng đơn vị đo lường hợp pháp hiện hành.