

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 5988:1995

CHẤT LƯỢNG NƯỚC - XÁC ĐỊNH AMONI - PHƯƠNG PHÁP CHƯNG CẤT VÀ CHUẨN ĐỘ Water quality - Determination of aminonium - Distillation and titration method

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chưng cất và chuẩn độ để xác định amoni trong nguồn nước chưa xử lý, nước uống và nước thải.

2. Lĩnh vực áp dụng

2.1. Khoảng nồng độ

Phương pháp cho phép xác định amoni tính theo nitơ tới hàm lượng 10mg trong mẫu thử. Nếu thể tích mẫu thử là 10ml thì hàm lượng này tương đương với nồng độ mẫu CN = 1000 mg/l.

2.2. Giới hạn phát hiện

Giới hạn phát hiện thực nghiệm (bậc tự do 4), dùng 250ml mẫu thử là CN = 0,2 mg/l.

2.3. Độ nhạy

Độ nhạy khi dùng 100ml mẫu thử, 1,0ml axit clohidric 0,02 mol/l tương đương với CN = 2,8 mg/l.

2.4. Các yếu tố cản trở

Chất cản trở chính là ure vì nó cũng bị chưng cất dưới dạng amoniac trong các điều kiện tương tự và làm cao kết quả. Các amin dễ bay hơi cũng bị chưng cất và phản ứng với axit trong quá trình chuẩn độ, và như vậy làm cao kết quả. Các cloramin có trong mẫu nước đã được clo hoá bị xác định bằng phương pháp tương tự.

3. Nguyên tắc

Điều chỉnh pH của phần mẫu thử đến khoảng 6,0 - 7,4. Thêm magiê oxit để tạo môi trường kiềm yếu, chưng cất amoniac được giải phóng và thu vào bình chứa có sẵn dung dịch boric. Chuẩn bị amoni trong phần cất được bằng dung dịch chuẩn axit boric/chỉ thị.

4. Thuốc thử

Trong phân tích chỉ dùng các thuốc thử tinh khiết phân tích và nước được chuẩn bị theo mục 4.1.

4.1. Nước không chứa amoni, điều chế bằng một trong các phương pháp sau:

4.1.1. Phương pháp trao đổi ion

Cho nước đã cất chảy qua cột nhựa cationit axit mạnh (dạng H⁺). Chứa nước thu được trong bình thủy tinh có nút thủy tinh kín. Thêm vào bình chứa khoảng 10g cationit cùng loại cho mỗi lít nước thu được (để bảo quản).

4.1.2. Phương pháp chưng cất

Thêm 0,01g ± 0,01ml axit sunfuric (d = 1,84g/ml) vào 1000 ± 10ml nước đã cất và cất lại trong máy hoàn toàn bằng thủy tinh. Nước thu được bỏ đi 50ml đầu tiên, sau đó chứa vào bình thủy tinh có nút thủy tinh kín. Thêm khoảng 10g cationit axit mạnh cho mỗi lít nước thu được.

4.2. Axit clohydric, d = 1,18g/ml.

4.3. Dung dịch axit clohydric tiêu chuẩn, c(HCl) = 0,10 mol/l.

Pha chế dung dịch này bằng cách pha loãng axit clohydric (4.2) và định chuẩn bằng phương pháp thông thường. Có thể dùng dung dịch chuẩn có bảo đảm trên thị trường.

4.4. Dung dịch axit clohydric tiêu chuẩn, c(HCl) = 0,02mol/l.

Pha chế dung dịch này bằng cách pha loãng axit clohydric (4.2) và định chuẩn bằng phương pháp thông thường. Cũng có thể pha loãng từ dung dịch 4.3 hoặc mua trên thị trường.

4.5. Dung dịch axit boric/ chỉ thị

4.5.1. Hoà tan 0,5 ± 0,1 g metyl đỏ loại tan trong nước vào khoảng 800ml nước rồi pha loãng thành 1 lít.

4.5.2. Hoà tan 1,5 ± 0,1 g xanh metylen vào khoảng 800 ml nước rồi pha loãng thành 1 lít.

4.5.3. Hoà tan 20 ± 0,1g axit boric (H₃BO₃) vào nước ấm. Để nguội đến nhiệt độ phòng. Thêm 10 ± 0,5ml dung dịch metyl đỏ (4.5.1) và 2,0 ± 0,1 ml dung dịch xanh metylen (4.5.2) rồi pha loãng thành 1 lít.

4.6. Dung dịch chỉ thị xanh bromothymol 0,5g/l

Hoà tan $0,5 \pm 0,02$ g xanh bromothyonol vào nước và pha loãng thành 1 lít.

4.7. Dung dịch axit clohydric 1% (theo thể tích).

Pha loãng 10 ± 1 ml axit clohydric (4.2) bằng nước thành 1 lít.

4.8. Dung dịch natri hydroxit 1mol/l

Hoà tan 40 ± 2 g natri hydroxit vào khoảng 500ml nước. Làm nguội đến nhiệt độ phòng và pha loãng thành 1 lít.

4.9. Magie oxit nhẹ không cacbonat

Nung magie oxit ở 5000C để đuổi hết cacbonat.

4.10. Hạt chống sôi bắn (đá bọt).

4.11. Chất chống tạo bọt, thí dụ các mảnh sáp parafin.

5. Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị thông thường trong phòng thí nghiệm, và các thiết bị, dụng cụ sau:

Máy chưng cất, gồm một bình cất dung tích 800 - 1000ml, nối với ống mao quản (capillave) và với một ống sinh hàn thẳng đứng, đầu ra của sinh hàn phải nhúng ngập vào dung dịch hấp thụ.

Chú thích về làm sạch máy chưng cất:

Cần làm sạch máy chưng cất bằng phương pháp sau đây mỗi khi máy ngừng làm việc trong ít ngày. Lấy khoảng 350ml nước không amoni (4.1) vào bình cất. Thêm vài hạt đá bọt (4.10), nối lắp máy và tiến hành cất đến khi thu được ít nhất 100ml nước. Đổ bỏ phần cất được và phần dư trong bình cất.

6. Lấy mẫu và mẫu

Lấy mẫu vào bình bằng polyetylen hoặc thuỷ tinh. Mẫu lấy xong cần phân tích càng sớm càng tốt, nếu lưu giữ cần để ở 2 - 50C. Axit hoá mẫu bằng axit sunfuric đến pH < 2 giúp cho lưu giữ mẫu tốt, nhưng phải hết sức tránh để mẫu đã axit hoá hấp thụ amoniac từ không khí.

7. Cách tiến hành

7.1. Chọn thể tích phần mẫu thử

Nếu biết sơ bộ hàm lượng amoni gần đúng trong mẫu, chọn thể tích phần mẫu thử theo bảng 1.

Bảng 1

Nồng độ amoni CN, mg/l	Thể tích phần mẫu thử * ml
cho đến 10	250
10 - 20	100
20 - 50	50
50 - 100	25

* Khi dùng dung dịch chuẩn axit clohydric (4.3) để chuẩn độ.

7.2. Xác định

7.2.1. Lấy 50 ± 5 ml dung dịch axit boric/ chỉ thị (4.5) vào bình hứng của máy chưng cất. Cần để đầu mút của ống chảy ra từ sinh hàn ngập trong dung dịch axit boric. Lấy phần mẫu thử (7.1) vào bình cất.

Chú thích: Nếu mẫu chứa clo, đuổi clo bằng cách thêm vài tinh thể natri thiosunfat.

Thêm vài giọt dung dịch chỉ thị xanh bromothymol (4.6), và nếu cần thì điều chỉnh pH đến khoảng từ 6,0 (chỉ thị có màu vàng) đến 7,4 (chỉ thị có màu xanh) bằng dung dịch natri hydroxyt (4.8) hoặc axit clohydric (4.7). Sau đó thêm nước không amoni (4.1) vào bình cất đến thể tích tổng cộng khoảng 350 ml.

Thêm vào bình cất $0,25 \pm 0,05$ g magie oxit nhẹ (4.9) và vài hạt đá bọt (4.10). [Thêm chất chống tạo bọt (4.11) có thể cần với một số mẫu nước thải]. Lắp ngay bình cất vào máy.

7.2.2. Đun nóng bình cất sao cho tốc độ chảy vào bình hứng khoảng 10ml/ phút. Dừng cất khi đã thu được khoảng 200ml ở bình hứng.

7.2.3. Chuẩn độ dung dịch trong bình hứng bằng axit clohydric chuẩn (4.4) đến màu hồng. Ghi thể tích HCl đã dùng.

Chú thích:

1) axit clohydric tiêu chuẩn (4.3) có thể dùng để chuẩn độ mẫu có hàm lượng amoni cao.

2) Amoniac có thể được chuẩn độ khi cất vào bình hứng. Nếu việc cất amoniac cần phải kéo dài chứng tỏ có những chất ngăn cản đang bị thủy phân chậm tạo ra amoniac.

7.3. Thử trắng

Tiến hành thử trắng như mục 7.2 nhưng thay mẫu thử bằng 250ml nước không chứa amoni (4.1).

8. Thể hiện kết quả

Nồng độ amoni tính theo nitơ, CN, tính bằng mg/l, được tính theo công thức:

$$C_N = \frac{V_1 - V_2}{V_0} \times c \times 14,01 \times 1000$$

Trong đó:

V₀ là thể tích của mẫu thử (7.1), ml;

V₁ là thể tích của axit clohydric chuẩn tiêu tốn trong chuẩn độ mẫu, ml;

V₂ là thể tích của axit clohydric chuẩn tiêu tốn trong chuẩn độ mẫu trắng (7.3), ml;

C là nồng độ chính xác của dung dịch axit clohydric dùng để chuẩn độ, mol/l;

= 14,01 là khối lượng nguyên tử của nitơ, g/mol.

Kết quả có thể thể hiện bằng nồng độ khối lượng (miligam trong lít) của nitơ CN, của amoniac

C_{NH_4} hoặc bằng micromol trong lít của ion amoni, $C_{(NH_4^+)}$. Hệ số chuyển đổi giữa các nồng độ này được trình bày ở Bảng 2.

Bảng 2

	C_N , mg/l	C_{NH_3} , mg/l	$C_{NH_4^+}$, mg/l	$c_{(NH_4^+)}$, µg/l
$C_N = 1$ mg/l	1	1,216	1,288	71,4
$C_{NH_3} = 1$ mg/l	0,823	1	1,059	58,7
$C_{NH_4^+} = 1$ mg/l	0,777	0,944	1	55,4
$c_{(NH_4^+)} = 1$ µg/l	0,014	0,017	0,018	1

Thí dụ:

Nồng độ ion amoniac C_{NH_4} 1mg/l tương ứng với nồng độ nitơ là 0,777 mg/l.

8.2. Độ lặp lại

Độ lệch chuẩn đã được xác định như nêu ở bảng 3.

Bảng 31)

Mẫu	Hàm lượng amoni, C_N , mg/l	Thể tích phân mẫu thử, ml	Độ lệch chuẩn mg/l	Bậc tự do
Dung dịch chuẩn	4,0	205	0,23	10
Dung dịch chuẩn	40	250	0,56	11
Nước cống để lắng	35	100	0,70	16
Nước cống chảy	1,8	25	0,16	11

1) Số liệu từ Vương quốc Anh

9. Báo cáo kết quả

Trong báo cáo kết quả cần có những thông tin sau:

- a) Trích dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Mọi chi tiết nhận dạng mẫu;
- c) Cách lưu giữ mẫu trước khi phân tích;
- d) Độ lặp lại ở phòng thí nghiệm khi dùng phương pháp này;
- e) Kết quả và phương pháp thể hiện kết quả;
- f) Chi tiết về những khác biệt so với cách làm trong tiêu chuẩn này, hoặc những bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả.