

<b>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</b>	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</b>	Mã số: HD.TN.148 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 1/4
--	--	---

**XÁC ĐỊNH ĐỘ CỨNG TRONG NƯỚC**  
**BẢNG PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ EDTA**

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Trần Minh Thứ	Trần Thái Vũ	Trần Thái Vũ

**THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU**

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi
1		Thay đổi format SOP	29/12/2107

**A. TỔNG QUAN**

<b>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</b>	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</b>	Mã số: HD.TN.148 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 2/4
--	--	---

#### **I. Phạm vi áp dụng.**

- Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định độ cứng trong nước uống, nước mặt, nước ngầm bằng phương pháp chuẩn độ EDTA.
- Giới hạn phát hiện và định lượng của phương pháp:

STT	Kim loại	LOD, mg/L CaCO <sub>3</sub>	LOQ, mg/L CaCO <sub>3</sub>
1	Hardness	4	12

#### **II. Tài liệu tham khảo.**

- Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo: TCVN 6224:1996, SMEWW 2340C

#### **III. Nguyên tắc.**

Chuẩn độ tạo phức canxi và magie với EDTA ở pH 10. Dùng Eriomchrom T đen làm chỉ thị. Chỉ thị này tạo hợp chất màu đỏ hoặc tím với ion canxi và magie. Trong quá trình chuẩn độ EDTA trước hết phản ứng với các ion canxi và magie tự do, sau đó ở điểm tương đương phản ứng với các ion canxi và magie đã liên kết với chất chỉ thị giải phóng chỉ thị và làm màu dung dịch đổi từ đỏ sang xanh chàm.

#### **VI. Thông tin an toàn phòng thí nghiệm.**

- Các phương pháp an toàn phòng thí nghiệm cần phải được thực hiện nghiêm ngặt như sử dụng áo blouse, tủ hút, găng tay, khẩu trang, kính bảo hộ lao động khi cần thiết.
- Các hoá chất thải phải được thu gom vào các bình chứa riêng biệt, cụ thể và có dán nhãn nhận biết.

### **B. PHÂN TÍCH**

#### **I. Thiết bị và dụng cụ phân tích.**

- Erlen 100 mL, 250 mL
- Bình định mức 50, 100 mL
- Giấy lọc Whatman no.41
- Buret 25 mL, vạch chia nhỏ nhất 0.05.

#### **II. Hoá chất và chất chuẩn.**

##### **1. Hoá chất.**

- Nước cất khử ion
- Ammonium chloride - NH<sub>4</sub>Cl: tinh khiết phân tích
- Dung dịch Amoniac 25%: tinh khiết phân tích
- Eriomchrom T đen: tinh khiết phân tích
- Muối dinatri EDTA sấy khô ở 80°C trong 2 giờ: tinh khiết phân tích
- CaCO<sub>3</sub> sấy ở 150°C trong 2 giờ: tinh khiết phân tích
- Acid HCl: tinh khiết phân tích
- Methyl đỏ: tinh khiết phân tích
- Ethanol: tinh khiết phân tích

## 2. Dung dịch hóa chất

- **Dung dịch đệm  $pH=10 \pm 0.1$ :** hòa tan 1.179 g muối dinatri EDTA và 780 mg Magnesium sunfate ( $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ ) hoặc 644 mg Magnesium chloride ( $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ ) trong 50 mL nước cất, thêm 16.9 g  $NH_4Cl$  và 143 mL  $NH_4OH$ , định mức lên 250 mL bằng nước cất.
- **Dung dịch chuẩn EDTA 10mmol/L :** Muối dinatri EDTA sấy khô ở  $80^\circ C$  khoảng 2 giờ. Hòa tan 3.725g muối khô trong nước và pha thành 1000mL trong bình định mức.
- **Dung dịch chuẩn Canxi 25 mmol/L:** cân 2.5000g  $CaCO_3$  (đã sấy ở  $150^\circ C$  trong 2 giờ, để nguội đến nhiệt độ trong phòng hút ẩm) vào bình nón 500mL. Thêm từng giọt acid clohidric 4 mol/L đến tan hoàn toàn. Tránh thêm dư acid. Thêm 200mL nước và đun sôi vài phút để đuổi khí  $CO_2$ . làm nguội đến nhiệt độ phòng và thêm vài giọt dung dịch methyl đỏ. Thêm dung dịch amoniac 3 mol/L cho đến khi dung dịch chuyển sang màu da cam. Chuyển vào bình định mức 1000mL và định mức bằng nước.
- Eriomchrom T: 0.1% trong rượu etylic

## 3. Chất chuẩn.

- Trước khi chuẩn độ mẫu, cần kiểm tra lại nồng độ dung dịch chuẩn độ EDTA, tiến hành như sau:
  - Rút khoảng 2 mL dung dịch chuẩn Canxi 25mmol/L, vào erlen 250mL, thêm nước cất đến 100mL và 5mL dung dịch KOH 20%, thêm khoảng 30mg chỉ thị Flourexon. Sau mỗi lần cho thuốc thử nhớ lắc kĩ. Tiến hành chuẩn độ bằng EDTA, đến hết ánh huỳnh quang.
  - Nồng độ của EDTA được tính theo công thức:

$$C = \frac{C_1 * V_1}{V}$$

Trong đó:

- C: nồng độ EDTA, mmol/L
- C1: nồng độ canxi, mmol/L
- V1: thể tích dung dịch chuẩn Canxi lấy chuẩn độ, mL
- V: thể tích dung dịch EDTA chuẩn độ, mL

## III. Kiểm soát QA/QC.

- Trong mỗi đợt phân tích, nhân viên phân tích thực hiện các mẫu sau để kiểm soát chất lượng phân tích.
  - Mẫu Blank hóa chất: thực hiện song song với mẫu phân tích
  - Mẫu Blank matrix: Mẫu blank phù hợp với nền mẫu phân tích.
  - Mẫu QC phòng thí nghiệm do trưởng nhóm quyết định.

## VI. xử lý mẫu.

### 1. Chuẩn bị mẫu.

- Đồng nhất và bảo quản mẫu theo hướng dẫn thí nghiệm “HD.KT.022” mục 4.3

### 2. Phương pháp tiến hành.

<b>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</b>	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</b>	Mã số: HD.TN.148 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 4/4
--	--	---

Lấy khoảng 50 – 100 mL mẫu vào erlen 250mL, thêm 1mL dung dịch đệm, pH của dung dịch phải nằm trong khoảng  $10 \pm 0.1$ , sau đó thêm 2-3 giọt chỉ thị Eriomchrom T đen. Tiến hành chuẩn độ bằng dung dịch EDTA tới khi màu chuyển từ đỏ nho sang xanh chàm.

### C. **TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.**

Kết quả được tính theo công thức sau:

$$C(\text{mg/L CaCO}_3) = \frac{C_1 \times V_1 \times 100}{V}$$

Trong đó:

- o C: nồng độ độ cứng trong mẫu, mg/L
- o  $C_1$ : nồng độ EDTA, mmol/L
- o  $V_1$ : thể tích dung dịch chuẩn EDTA, mL
- o V: thể tích mẫu chuẩn độ, mL

### D. **KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC**

- Mẫu lặp lại được thực hiện ít nhất 1 lần cho một lô mẫu ( $\leq 20$  mẫu). Độ lệch tương đối giữa hai mẫu lặp lại không quá  $\pm 10\%$ .
- Mẫu QC phòng thí nghiệm: nồng độ nằm trong giới hạn biểu đồ kiểm soát (control chart)

### E. **BÁO CÁO KẾT QUẢ.**

- Kết quả báo cáo phân tích được ghi nhận lại trong Biểu mẫu BM.15.04b và BM.15.06