

<b>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</b>	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</b>	Mã số: HD.TN.166 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 20/04/2017 Trang: 1/4
--	----------------------------	---

**XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ PECMANGANATE TRONG NƯỚC BẰNG  
PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ  
(DETERMINATION OF PECMANGANATE IN WATER BY  
TITRATION METHOD)**

<b>Biên soạn</b>	<b>Xem xét</b>	<b>Phe duyệt</b>
Trần Thái Vũ	Trịnh Thị Minh Nguyệt	Trịnh Thị Minh Nguyệt

**THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU**

<b>STT</b>	<b>Vị trí</b>	<b>Nội dung sửa đổi</b>	<b>Ngày sửa đổi</b>
<b>1</b>	<b>Header</b>	Đổi “ Trung tâm phân tích công nghệ cao Hoàn Vũ” thành “ Công ty TNHH MTV Khoa học công nghệ Hoàn Vũ”	<b>20/04/2017</b>

<p><b>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</b></p>	<p><b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</b></p>	<p>Mã số: HD.TN.166 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 20/04/2017 Trang: 2/4</p>
---	-----------------------------------	---

## A. GIỚI THIỆU

### I. Phạm vi áp dụng

- Tiêu chuẩn này qui định phương pháp để xác định pemanganate trong nước uống, nước sinh hoạt.
- Phương pháp này áp dụng cho mẫu có hàm lượng ion clorua nhỏ hơn 300mg/L và hàm lượng pecmanganate lớn hơn 0.5mg/L. Nhưng nếu hàm lượng pecmanganate lớn hơn 10mg/L thì phải pha loãng mẫu.

### II. Tài liệu tham khảo

Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo: TCVN 6186:1996

### III. Định nghĩa.

Chỉ số pemanganat (của nước) là nồng độ khối lượng của oxi tương đương với lượng ion pemanganat được sử dụng khi mẫu nước được xử lý bị oxi hóa dưới các điều kiện xác định.

### IV. Nguyên tắc

Đun nóng mẫu thử trong nối cách thủy với một lượng  $\text{KMnO}_4$  xác định và  $\text{H}_2\text{SO}_4$  trong 10 phút. Khử phần pecmanganate bằng chất có khả năng oxi hóa trong mẫu và xác định lượng pecmanganate đã dùng bằng việc thêm dung dịch oxalate dư, sau đó chuẩn độ lại lượng dư bằng  $\text{KMnO}_4$ .

### V. 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, dụng cụ

Bếp đun cách thủy,

Buret 25mL

Bình định mức, erlen, pipet.

### II. Hóa chất và dung dịch hóa chất.

#### 1. Hóa chất: tất cả hóa chất sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích.

- ✓ Nước cất 2 lần khử ion.
- ✓  $\text{KMnO}_4$
- ✓ Ống chuẩn  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  0.1N,
- ✓  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

#### 2. Dung dịch hóa chất.

- Dung dịch  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  0.1N: Chuyển toàn bộ ống chuẩn vào bình định mức 1L, tráng lại ống chuẩn nhiều lần bằng nước cất DI cho vào bình định mức 1L, định mức lên đến

<p><b>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</b></p>	<p><b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</b></p>	<p>Mã số: HD.TN.166 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 20/04/2017 Trang: 3/4</p>
---	-----------------------------------	---

vạch. Dung dịch được bảo quản trong chai nâu và bền 2 tuần.

- Dung dịch  $H_2SO_4$  7.5M: Vừa thêm từ từ vừa khuấy liên tục 420 ml axit sunfuric vào 500 ml nước. Để nguội và pha loãng tới 1 lít.
- Dung dịch  $H_2SO_4$  2M: Vừa thêm từ từ vừa khuấy liên tục 110 ml axit sunfuric vào khoảng 500 ml nước. Thêm từ từ dung dịch kali pemanganat 2mmol/L đến màu hồng nhạt bền. Làm nguội, pha loãng với nước tới 1 lít và lắc đều.
- Dung dịch  $KmnO_4$  20mM: Hòa tan khoảng 3,2 g kali pemanganat trong nước và thêm nước cho tới 1 000 ml. Đun nóng dung dịch tới  $90^{\circ}C - 95^{\circ}C$  trong 2 giờ, làm nguội và bảo quản không ít hơn 2 ngày. Gạn lấy dung dịch trong và bảo quản trong chai màu tối.
- Dung dịch  $KmnO_4$  1mM: Dùng pipet lấy 50 ml dung dịch gốc kali pemanganat (5.6) cho vào bình định mức dung tích 1000 ml. Thêm nước cho tới vạch và lắc đều.

### III. Tiến hành phân tích

#### 1. Chuẩn bị và bảo quản mẫu:

- ✓ Mẫu sau khi nhận được thêm 5ml  $H_2SO_4$  7.5M cho 1L mẫu, nếu chưa phân tích ngay thì bảo quản trong chỗ tối ở nhiệt độ dưới  $5^{\circ}C$ .
- ✓ Khi lấy phần mẫu thử để phân tích cần lắc chai đựng mẫu để đảm bảo mẫu đã đồng nhất.

#### 2. Phân tích:

Dùng pipet hút 25 ml mẫu thử đã được đồng nhất (hoặc mẫu đã pha loãng nếu mẫu có hàm lượng lớn hơn 10 mg/L) cho vào erlen. Thêm 5ml  $H_2SO_4$  2M và trộn đều bằng cách lắc nhẹ erlen.

Đặt erlen trong nồi cách thủy ở nhiệt độ  $96^{\circ}C - 98^{\circ}C$  trong khoảng 10 phút. Thêm 5ml dung dịch kali pemanganat 2mM (tương đương 0.01N). Sau 10 phút, thêm 5ml dung dịch natri oxalat 5mM (tương đương 0.01N) và đợi đến khi dung dịch không màu. Chuẩn độ khi còn nóng với dung dịch kali pemanganat 0.01N tới màu hồng nhạt bền trong 30 giây (V).

Tiến hành làm song song mẫu trắng theo cùng một quy trình nhưng thay phần mẫu thử bằng 25ml nước cất ( $V_0$ ).

Lưu ý: Phải kiểm tra tất cả dụng cụ như pipét, bình định mức, erlen dùng trong quá trình phân tích phải thật sạch.

<b>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</b>	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</b>	Mã số: HD.TN.166 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 20/04/2017 Trang: 4/4
--	----------------------------	---

## F. KẾT QUẢ

- Xác định nồng độ chính xác của  $\text{KMnO}_4$  0.01N: Thêm 5ml dung dịch chuẩn natri oxalate 0.01N vào dung dịch đã chuẩn độ ở mẫu trắng, đun nóng lại dung dịch tới khoảng  $80^\circ\text{C}$  và chuẩn độ bằng dung dịch kali pemanganat 0.01N đến khi xuất hiện màu hồng bền vững trong khoảng 30 giây.

$$N_{\text{KMnO}_4} = \frac{V_{\text{C}_2\text{O}_4^{2-}} * N_{\text{C}_2\text{O}_4^{2-}}}{V_{\text{KMnO}_4}}$$

- Chỉ số pemanganat được xác định theo công thức sau:

$$\text{KMnO}_4 (\text{mgO}_2/\text{L}) = \frac{(V - V_0) * N * 8.000}{Vm}$$

V: mL  $\text{KMnO}_4$  chuẩn độ mẫu.

$V_0$ : mL  $\text{KMnO}_4$  chuẩn độ mẫu trắng.

N: nồng độ đương lượng của  $\text{KMnO}_4$ .

Vm: mL mẫu

8000: đương lượng gam của  $\text{O}_2 \times 1000\text{ml/L}$

## G. ĐẢM BẢO KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM

1. 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 10 %.

## H. BÁO CÁO KẾT QUẢ

Kết quả báo cáo phân tích được ghi nhận lại trong phiếu phân tích, bao gồm:

- Mã số mẫu, ngày phân tích, thiết bị phân tích...
- Kết quả của mẫu thử
- Những ghi nhận hay thay đổi khác (nếu có)