

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.147 Lần ban hành: 04 Ngày ban hành: 12/04/2018 Trang: 1/7
---	----------------------------------	---

XÁC ĐỊNH ĐỘ KIỀM TỔNG VÀ ĐỘ KIỀM COMPOSITE TRONG NƯỚC BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ (DETERMINATION OF TOTAL AND COMPOSITE ALKALINITY IN WATER AND WASTEWATER BY TITRATION METHOD)

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Trần Thị Hằng	Phạm Thị Kim Cúc	Trần Thái Vũ

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi
1	Header	Thay đổi header	01/01/2017
2		Hoàn thiện SOP theo TCVN 6636-1:2000	30/06/2017
3		Thay đổi format SOP	12/04/2018
4	A.1	Sửa LOD, ĐKĐBĐ	12/04/2018

- A. TỔNG QUAN**
I. Phạm vi áp dụng.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.147 Lần ban hành: 04 Ngày ban hành: 12/04/2018 Trang: 2/7
---	----------------------------------	---

- Tiêu chuẩn này quy định phương pháp để xác định độ kiềm tổng và độ kiềm composite trong nước và nước thải.
- Giới hạn phát hiện của phương pháp: **6.1mg HCO₃/L**
- Độ không đảm bảo đo: 5.59% (với độ phủ 95%)

II. Tài liệu tham khảo.

- Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo: TCVN 6636-1-2000

III. Nguyên tắc.

- Độ kiềm được xác định bằng chuẩn độ với acid tới pH bằng 8.3 và 4.5.
- Do định nghĩa, độ kiềm composite là bằng không với những nước có độ pH nhỏ hơn hoặc bằng 8,3

VI. Định nghĩa.

- Độ kiềm (A): Dung lượng của môi trường nước phản ứng với ion hidro
- Độ kiềm ở điểm cuối theo metyl đỏ (metyl da cam): phép đo qui ước độ kiềm tổng số (AT) của nước bằng chuẩn độ đến điểm cuối chỉ thị metyl đỏ (metyl da cam) (pH 4,5) để đánh giá nồng độ hydro cacbonat, cacbonat và hydroxit trong nước.
- Độ kiềm theo phenolphthalein; độ kiềm composite (Ap): Chuẩn độ theo phenolphthalein (pH 8,3) cho biết phần của độ kiềm tạo nên bởi hydroxit và một nửa hàm lượng cacbonat trong nước

VII. 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.

- Buret 25ml.
- Erlen 250ml.
- pipet các loại
- bình định mức 100ml.
- Máy đo pH
- Máy khuấy từ, cá từ bọc nhựa.
- Bình định mức 100ml.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.147 Lần ban hành: 04 Ngày ban hành: 12/04/2018 Trang: 3/7
---	----------------------------------	---

h. Pipet 25mL

i. Buret 25ml và 50mL

II. Hoá chất và chất chuẩn.

1. Hóa chất

- HCl: Tinh khiết phân tích.
- Nước cất DI.
- Na_2CO_3
- Phenolphthalein.
- Bromocresol blue.
- Natri thiosulfate
- Methyl red
- Ethanol $\geq 99\%$

2. Dung dịch thuốc thử.

Tất cả các dung dịch hóa chất phải được pha bằng nước cất khử ion.

➤ Dung dịch Na_2CO_3 0.025mol/L:

- ✓ Sấy khô 3 g đến 5 g natri cacbonat (Na_2CO_3) ở $250^\circ\text{C} + 10^\circ\text{C}$ trong 4 h. Để nguội trong bình hút ẩm. Hòa tan 2,65 g $\pm 0,20$ g (m, cân chính xác đến 0,001 g) bằng nước trong bình định mức và làm đầy đến 1000 ml.
- ✓ Dung dịch này bền ít nhất 1 tháng nếu giữ ở 4°C đến 8°C

➤ Dung dịch HCl 0.1N: Hút 8.6ml HCl đd và pha loãng tới 1000ml.

Chuẩn hóa lại nồng độ: được thực hiện một trong hai cách sau

- Phát hiện bằng đo thế: Dùng pipet hút $25,0 \pm 0,1$ ml (V_1) dung dịch natri cacbonat Na_2CO_3 0.025M vào bình chuẩn độ và thêm $75 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$ nước DI. Đặt bình lên máy khuấy từ và cho con khuấy từ bọc nhựa cùng các điện cực đã nối trước vào pH mét đã hiệu chuẩn. Cho chạy máy khuấy từ ở mức vừa phải. Chuẩn độ bằng axit clohydric 0,10 mol/l đến khi kim chỉ pH $4,5 \pm 0,05$. Ghi thể tích V_2 , tính bằng mililit, của axit đã tiêu tốn.
- Phát hiện điểm cuối bằng mắt: Dùng pipet hút $25,0 \text{ ml} \pm 0,1 \text{ ml}$ (V_1) của khoảng 0,025 mol/l dung dịch natri cacbonat Na_2CO_3 (5.2) vào bình nón 250 ml, thêm $75 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$ nước và $0,1 \text{ ml} \pm 0,02 \text{ ml}$ bromocresol xanh-metyl đỏ. Chuẩn độ bằng axit clohydric 0,10 mol/l đến mất màu xanh. Ghi thể tích V_2 , tính bằng mililit, axit đã tiêu tốn.
- Xác định trắng: Dùng $100 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$ nước để xác định trắng theo qui trình thích hợp như trên và ghi thể tích V_3 tính bằng mililit, axit tiêu tốn.
- Tính nồng độ thực tế của axit clohydric

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.147 Lần ban hành: 04 Ngày ban hành: 12/04/2018 Trang: 4/7
---	----------------------------------	---

$$c(\text{HCl}, 1) \approx \frac{mV_1}{53,00(V_2 - V_3)}$$

Trong đó:

- o V_1 : Thể tích Na_2CO_3 0.025M lấy để chuẩn độ
- o m : khối lượng lấy để pha dung dịch Na_2CO_3 0.025M (g)
- o V_2 : Thể tích dung dịch HCl 0.1N để chuẩn dung dịch chuẩn Na_2CO_3 0.025M. (mL)
- o V_3 : Thể tích dung dịch HCl 0.1N để chuẩn mẫu Trắng. (mL)
- Chỉ thị phenolphthalein 1%: Hòa tan 1g chỉ thị phenolphthalein trong 100mL nước nóng
- Bromocresol xanh-methyl đỏ: hòa tan 0.2g bromocresol xanh và 0.015g methyl đỏ trong 100ml ethanol.
- Dung dịch natri thiosunfat, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3.5\text{H}_2\text{O}) \approx 0,1 \text{ mol/l}$: Hòa tan 2,5 g + 0,2 g natri thiosunfat ngâm năm phân tử nước ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3.5\text{H}_2\text{O}$) trong 100 ml \pm 5 ml nước. Giữ trong bình nâu và để trong tủ lạnh được 6 tháng.

III. Kiểm soát QA/QC.

Trong quá trình phân tích mẫu, nhân viên phân tích phải thực hiện các công việc sau để đảm bảo QA/QC

- Kiểm tra lại nồng độ dung dịch chuẩn HCl 0.1N
- Thực hiện phân tích mẫu Blank.
- Thực hiện phân tích mẫu lặp lại cho mỗi lần phân tích.

Mẫu nước phải được bảo quản ở nhiệt độ $< 4^\circ\text{C}$.

VI. Phân tích mẫu.

1. Bảo quản và chuẩn bị mẫu:

Mẫu được bảo quản ở $< 4^\circ\text{C}$ nhưng không để mẫu đông đá. Nên phân tích càng sớm càng tốt không nên để mẫu quá 4h từ khi nhận được mẫu.

Trước khi phân tích đưa mẫu về nhiệt độ phòng, lắc trộn đều mẫu.

2. Cách tiến hành

2.1. Phương pháp điện thế

Lưu ý: Chuẩn độ điện thế không bị ảnh hưởng bởi các chất oxi hóa mặc dầu khi có các chất hữu cơ thì khó phát hiện điểm cuối. Xà phòng dầu mỡ ... có thể bao phủ điện cực thủy tinh và làm phép đo bị chậm. Cần đo chậm để điện cực đạt cân bằng, và điện cực cần được làm sạch thường xuyên.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.147 Lần ban hành: 04 Ngày ban hành: 12/04/2018 Trang: 5/7
---	--	---

a. Độ kiềm Composite: Chuẩn độ đến pH 8.3 (độ kiềm Phenolphthalein)

Sự hấp thu cacbon dioxid CO_2 từ không khí trong khi chuẩn độ có thể làm thấp kết quả vì vậy cần chuẩn độ nhanh.

Dùng pipet hút $100\text{ ml} \pm 1\text{ ml}$ mẫu (thể tích V_4) vào bình chuẩn độ. Đặt bình lên máy khuấy từ, cho con khuấy và nhúng các điện cực vào dung dịch. Cho chạy máy khuấy ở tốc độ vừa phải. Đo pH của mẫu và nếu thấy nhỏ hơn hoặc bằng 8,3 thì ghi độ kiềm composit là không. Nếu độ kiềm là trong khoảng 4 mmol/l đến 20 mmol/l thì chuẩn độ bằng axit clohydric $0,1\text{ mol/l}$ (5.3). Nếu độ kiềm nằm ở khoảng $0,4\text{ mmol/l}$ đến 4 mmol/l thì dùng axit clohydric $0,02\text{ mol/l}$ (5.4). Chuẩn độ và ghi thể tích V_5 , tính bằng mililit, của axit tiêu tốn.

Giữ dung dịch để dùng xác định độ kiềm tổng số.

b. Xác định độ kiềm tổng số

Tiếp tục chuẩn độ bằng dung dịch axit clohydric thích hợp cho đến giá trị pH $4,5 \pm 0,05$ (ở gần pH 4,5 chuẩn độ từng giọt và để ít nhất 30 s để điện cực đạt cân bằng với dung dịch). Ghi tổng thể tích V_6 , tính bằng mililit, axit đã dùng.

2.2. Phương pháp bằng mắt

Loại hết vết clo tự do bằng cách thêm $0,1\text{ ml}$ dung dịch natri thiosunfat $Na_2S_2O_3$ vào 200 ml mẫu. Cách này loại được $1,8\text{ mg/l}$ clo.

- Dùng pipet hút $100\text{ ml} + 1\text{ ml}$ mẫu (thể tích V_4) cho vào bình nón 250 ml , thêm $0,1\text{ ml} \pm 0,02\text{ ml}$ chỉ thị phenolphthalein 1%.
 - Nếu màu hồng không xuất hiện thì độ kiềm composit đến pH 8,3 bằng không.
 - Nếu có màu hồng, Chuẩn độ mẫu có màu hồng bằng axit đến khi màu hồng biến mất. Nếu độ kiềm là trong khoảng 4 mmol/l đến 20 mmol/l thì dùng axit clohydric $0,1N$. Nếu độ kiềm nằm trong khoảng $0,4\text{ mmol/l}$ đến 4 mmol/l thì dùng axit clohydric $0,01N$. Ghi thể tích V_5 , tính bằng mL axit tiêu tốn.
 - Giữ dung dịch để xác định độ kiềm tổng số.
- c. Độ kiềm tổng:**
- Thêm tiếp vài giọt chỉ thị bromocresol xanh-methyl đỏ vào dung dịch trên, tiếp tục chuẩn độ bằng HCl $0.1N$ đến khi dung dịch chuyển từ xanh nhạt sang xám (hoặc pH = 4.5) ghi nhận thể tích sử dụng V_6 .

3. Mẫu trắng:

Thay dung dịch thử bằng nước cất và tiến hành như mục B.IV.2

C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.147 Lần ban hành: 04 Ngày ban hành: 12/04/2018 Trang: 6/7
---	----------------------------------	---

1. Độ kiềm composite (pH = 8.3) tính bằng mmol/L:

$$A_c = \frac{C \cdot V_5 \cdot 1000}{V_4}$$

2. Độ kiềm tổng số (pH=4.5) tính bằng mmol/L:

$$A_t = \frac{C \cdot V_6 \cdot 1000}{V_4}$$

Trong đó:

- A_c : Độ kiềm composite.
 - A_t : Độ kiềm tổng.
 - V_4 : Thể tích mẫu lấy chuẩn độ. mL
 - V_5 : Thể tích axit HCl dung để chuẩn độ với chỉ thị Phenolphthalein. mL
 - V_6 : Thể tích axit HCl dung để chuẩn độ với chỉ thị Bromocresol xanh – methyl đỏ. mL
3. Hệ số chuyển đổi đơn vị tính:

Các đơn vị khác nhau để biểu thị kết quả	Hệ số chuyển
mmol/l CaCO_3	0,50
mg/l CaCO_3	50
mg/l H CO_3^-	61
Phần/100 000	5,0
Độ Anh (= 1 độ Clark)	3,50
Độ Đức	2,80
Độ Pháp	5,0
Độ Mỹ	2,90

D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

- Mẫu Blank không phát hiện hoặc phát hiện < 0.4mmol. Nếu mẫu Blank phát hiện > 0.4mmol thì phải pha lại tất cả dung dịch thuốc thử.
- Mẫu lặp lại được thực hiện ít nhất 1 lần cho một lô mẫu (≤ 5 mẫu). Độ lệch tương đối giữa hai mẫu lặp lại không quá 10%

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ.

- ✓ Kết quả phân tích được báo cáo theo biểu mẫu:

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.147 Lần ban hành: 04 Ngày ban hành:12/04/2018 Trang: 7/7
---	---	--

- BM.15.04b
- BM.15.06