**XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ PECMANGANATE TRONG NƯỚC BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ**

**(DETERMINATION OF PECMANGANATE IN WATER BY TITRATION METHOD)**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Biên soan** | **Xem xét** | **Phe duyệt** |
| Trần Thái Vũ | Trịnh Thị Minh Nguyệt | Trịnh Thị Minh Nguyệt |

**THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU**

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

# GIỚI THIỆU

# Phạm vi áp dụng

* + Tiêu chuẩn này qui định phương pháp để xác định penmanganate 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.

# Tài liệu tham khảo

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

1. 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.

1. Nguyên tắc

Đun nóng mãu thử trong nối cách thủy với một lượng KMnO4 xác định và H2SO4 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 KMnO4.

# 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.

1. PHÂN TÍCH
2. **Thiết bị, dụng cụ**

Bếp đun cách thủy,

### Buret 25mL

### Bình định mức, erlen, pipet.

### Hóa chất và dung dịch hóa chất.

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

### Nước cất 2 lần khử ion.

### KMnO4

### Ống chuẩn H2C2O4 0.1N,

### H2SO4.

### Dung dịch hóa chất.

### Dung dịch H2C2O4 0.1N: Chuyên 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 vạch. Dung dịch được bảo quản trong chai nâu và bền 2 tuần.

### Dung dịch H2SO4 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 H2SO4 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 KmnO4 20mM: Hòa tan khoảng 3,2 g kali pemanganat trong nước và thêm nước cho tới 1 000 ml. Đun nóng dung dịch tới 90oC - 95oC 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 KmnO4 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.

### 

### **Tiến hành phân tích**

1. Chuẩn bị và bảo quản mẫu:

* Mẫu sau khi nhận được thêm 5ml H2SO4 7.5M cho 1L mẫu, nếu chưa phân tích ngay thì bảo quản trong chỗ tối ở nhiệt độ dưới 50C.
* Khi lấy phần mẫu thử để phân tích cần lắc chai đựng mẫu để đảm bảo mẫu đã đồng nhất.

1. Phân tích:

Dùng pipet hút 25 ml mầu 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 H2SO4 2M và trộn đều bằng cách lắc nhẹ erlen.

Đặt erlen trong nồi cách thủy ở nhiệt độ 960C-980C 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 (V0).

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

# F. KẾT QUẢ

- Xác định nồng độ chính xác của KMnO4 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 800C và chuẩn độ bằng dung dịch kali pemanganat 0.01N đến khi xuất hiện màu hồng bền vững trong khoảng 30 giây.

NKMnO4 = 

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

KMnO4 (mgO2/L) = 

V: mL KMnO4 chuẩn độ mẫu.

V0: mL KMnO4 chuẩn độ mẫu trắng.

N: nồng độ đương lượng của KMnO4.

*Vm*: mL mẫu

8000: đương lượng gam của O2 x 1000ml/L

**G. ĐẢM BẢO KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM**

1.Mẫu lặp lại được thực hiện ít nhất 1 lần cho một lô mẫu (≤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)