

Nước uống - Phương pháp xác định độ cứng tổng số*Drinking Water - Determination of Total of the Hardness*

Tiêu chuẩn này áp dụng cho nước uống và quy định phương pháp phức chất để xác định độ cứng tổng số.

Phương pháp dựa trên việc tạo hợp chất phức bền vững của trilon B với các ion canxi và magie.

Dùng trilon B để chuẩn mẫu thử ở pH = 10 với sự có mặt chỉ thị.

1. Lấy mẫu

- 1.1. Tiến hành lấy mẫu theo TCVN 2652 : 1978.
- 1.2. Thể tích nước để xác định độ cứng tổng số phải không được ít hơn 250ml.
- 1.3. Nếu không thể xác định độ cứng trong ngày lấy mẫu, thì phải dùng nước cất pha loãng một thể tích nước cần thử với tỉ lệ 1 : 1 và để đến ngày hôm sau mới xác định.
Mẫu nước dùng để xác định độ cứng tổng số không cần đóng kín.

2. Dụng cụ, vật liệu và thuốc thử

Dụng cụ thủy tinh chia độ có dung tích :

Pipet dung tích 10, 25, 50 và 100ml, buret dung tích 25ml ; bình nón dung tích 250 - 300ml ; ống nhỏ giọt.

Trilon B (complexon III, muối dinatri của axit etylendiamin - tetraxetic).

Amoni clorua.

Amoni hydroxit, dung dịch 25%.

Hydroxylamin hydroclorua.

Axit clohydric.

Natri sunfua.

Natri clorua.

Rượu etylic tinh cất.

Kẽm kim loại dạng hạt.

Magie sunfat - fixxanal.

Cromogen đen đặc biệt ET - 00 (chỉ thị).

Crom đen - xanh axit (chỉ thị).

Tất cả các thuốc thử dùng để phân tích đều phải có độ tinh khiết để phân tích.

3. Chuẩn bị để phân tích

3.1. Nước cất hai lần, cất trong dụng cụ thủy tinh, dùng để pha loãng mẫu nước.

3.2. Chuẩn bị dung dịch trilon B 0,05N

Hòa tan 9,31g trilon B vào nước cất và thêm nước đến 1l. Nếu dung dịch bị đục, phải đem lọc. Dung dịch bền trong khoảng vài tháng.

3.3. Chuẩn bị dung dịch đậm

Hòa tan 10g amoni clorua (NH_4Cl) vào nước cất, thêm 50ml dung dịch amoni hydroxit 25% và thêm nước cất đến 500ml. Để tránh amoniac bay hơi, phải giữ dung dịch trong bình thủy tinh đậy kín và chặt.

3.4. Chuẩn bị các chỉ thị

Hòa tan 0,5g chỉ thị vào 20ml dung dịch đậm và thêm rượu etylic đến 100ml. Dung dịch chỉ thị crom đen - xanh có thể giữ một thời gian dài mà không hề thay đổi. Dung dịch chỉ thị cromogen đen bền trong 10 ngày đêm. Cho phép dùng chỉ thị ở dạng khô. Muốn vậy, trộn 0,25g chỉ thị với 50g natri clorua đã được tán sơ bộ trong cối.

3.5. Chuẩn bị dung dịch natri sunfua

Hòa tan 5g natri sunfua $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ hoặc 3,7g natri sunfua $\text{Na}_2\text{S} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ vào 100ml nước cất. Giữ dung dịch trong bình thủy tinh có nút cao su.

3.6. Chuẩn bị dung dịch hydroxylamin hydroclorua

Hòa tan 1g hydroxylamin hydroclorua $\text{NH}_2\text{CH}_2\text{HCl}$ vào nước cất và thêm nước cất đến 100ml.

3.7. Chuẩn bị dung dịch kẽm clorua 0,1N

Hòa tan một lượng cân kẽm hạt đúng 3,269g vào 30ml axit clohydric pha loãng 1 : 1. Sau đó, thêm nước vào bình định mức cho đến 1 lít. Dung dịch thu được có nồng độ đúng 0,1N. Pha loãng dung dịch này ra hai lần sẽ thu được dung dịch 0,05N. Nếu lượng cân lấy không chính xác (lớn hơn hoặc nhỏ hơn 3,269), phải tính số ml dung dịch kẽm tiêu tốn để chuẩn bị dung dịch đúng 0,05N. Điều đó có nghĩa là trong 1 lít dung dịch phải có 1,6345g kẽm.

3.8. Chuẩn bị dung dịch magie sunfua 0,05N.

Chuẩn bị dung dịch này từ fixxanal đính kèm với các thuốc thử dùng để xác định độ cứng của nước và tính ra một lít dung dịch 0,01N. Để thu được dung dịch 0,05N, hòa tan lượng chứa trong ampun vào nước cất và thêm nước cất vào dung dịch này cho đến 200ml.

3.9. Thiết lập hệ số hiệu chỉnh độ chuẩn của dung dịch trilon B

Cho 10ml dung dịch kẽm clorua 0,05N hoặc 10ml dung dịch magie sunfat 0,05N vào bình nón dùng nước pha loãng đến 100ml. Thêm tiếp vào 5ml dung dịch đậm, 5 - 7 giọt chỉ thị và vừa lắc mạnh vừa chuẩn độ bằng dung dịch trilon B cho đến lúc làm thay đổi màu ở điểm tương đương. Màu phải xanh pha tím, khi dùng chỉ thị crom đen - xanh và xanh biển pha xanh lá cây, khi dùng chỉ thị cromogen đen.

Tiến hành chuẩn trên nền một mẫu kiểm tra, nghĩa là chuẩn lại một lần nữa trên dung dịch đã chuẩn.

Hệ số hiệu chỉnh của dung dịch trilon B tính theo công thức :

$$K = \frac{10}{v}$$

Trong đó :

v - lượng dung dịch trilon B tiêu tốn trong phép chuẩn, tính bằng ml.

4. Tiến hành xác định

- 4.1. Xác định độ cứng tổng số của nước bị các chất sau đây cản trở : đồng, kẽm, mangan và các muối cacbonat hydrocacbonat (bicacbonat) có hàm lượng cao. Quá trình phân tích dưới đây sẽ loại trừ các chất cản trở này.

Độ chính xác của phép xác định khi chuẩn 100ml mẫu lên tới 0,05 mg đương lượng/l.

Cho 100 ml nước cần thử, đã lọc sạch hoặc một thể tích nhỏ hơn của nước cần thử đã pha loãng bằng nước cất đến 100ml vào bình nón. Trong mẫu này phải đảm bảo hàm lượng tổng số các ion canxi và magie không được vượt 0,5mg đương lượng. Sau đó, thêm 5ml dung dịch đệm, 5 - 7 giọt chỉ thị hoặc khoảng 0,1g hỗn hợp khô của chỉ thị cromogen và natri clorua khô và ngay sau đó vừa lắc mạnh vừa dùng dung dịch trilon B 0,05 N chuẩn cho đến lúc biến đổi màu ở điểm tương đương (màu phải là xanh biển pha xanh lá cây).

Nếu trong phép chuẩn tiêu tốn trên 10ml dung dịch trilon B 0,05N, điều đó chứng tỏ rằng trong thể tích nước đã lấy hàm lượng tổng số của các ion canxi và magie lớn hơn 0,5mg đương lượng. Trong những trường hợp như vậy, phải tiến hành xác định lại và lấy một thể tích mẫu nhỏ hơn, cũng dùng nước cất pha loãng đến 100ml.

Tại điểm tương đương, thay đổi màu không rõ ràng chứng tỏ có đồng và kẽm. Để loại trừ những ảnh hưởng này, phải thêm 1 - 2ml dung dịch natri sunfua vào mẫu nước lấy để chuẩn và tiếp tục chuẩn như đã nói ở trên.

Nếu sau khi thêm dung dịch đệm và chỉ thị vào thể tích nước lấy để thử, dung dịch đem thử dần dần bị mất màu, có màu xám, điều đó chứng tỏ có mangan. Trong trường hợp đó phải thêm vào mẫu nước lấy để chuẩn, trước khi thêm thuốc thử vào, năm giọt dung dịch hydroxylamin hydroclorua 1% và tiếp tục xác định độ cứng như đã nói ở trên.

Nếu phép chuẩn về gần điểm tương đương có màu không bền, không rõ, chứng tỏ có tính bazơ cao. Để loại trừ ảnh hưởng này, trước khi thêm các thuốc thử, phải thêm vào mẫu nước lấy để thử một lượng dung dịch axit clohydric 0,1N đủ để trung hòa các bazơ, đồng thời phải đun sôi hoặc thổi không khí vào dung dịch trong 5 phút. Sau đó, thêm dung dịch đệm, chỉ thị và tiếp tục xác định độ cứng như đã nói ở trên.

5. Tính toán kết quả

- 5.1. Độ cứng tổng số của nước (X) tính bằng mg đương lượng/l theo công thức :

$$X = \frac{v \cdot 0,05 \cdot K \cdot 1000}{V}$$

Trong đó :

v - lượng dung dịch trilon B tiêu tốn trong phép chuẩn độ ; tính bằng ml ;

K - hệ số hiệu chỉnh về độ chuẩn của dung dịch trilon B ;

V - thể tích nước lấy để xác định, tính bằng ml.

Chênh lệch giữa các phép xác định lặp lại không được vượt 2% (tương đối).