

NƯỚC UỐNG		TCVN 2662 - 78
Phương pháp xác định hàm lượng amoniac		
Вода питьевая Методы определения содержания аммиака	Drinking water Determination of ammoniacal content	Có hiệu lực từ 1-1-1980

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp so màu với thuốc thử Netsle để xác định hàm lượng nitơ dưới dạng amoniac.

1. LẤY MẪU

Lấy mẫu theo TCVN-2652 — 78.

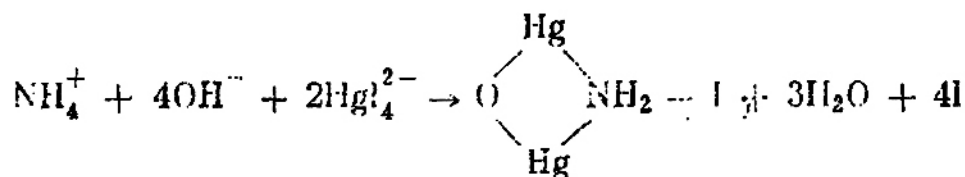
2. PHƯƠNG PHÁP THỬ

A. Phương pháp trực tiếp

2.1. Phương pháp này cho phép xác định hàm lượng amoni từ 0,01mg đến 5mg trong một lít nước. Khi nồng độ amoni lớn hơn giới hạn trên, phải pha loãng mẫu thử trước khi xác định.

2.2. Nguyên tắc

Dùng thuốc thử Netsle để xác định lượng amoni có trong mẫu thử dựa trên màu của sản phẩm tạo thành sau phản ứng. Sơ đồ phản ứng có thể biểu diễn theo phương trình dưới đây:



Có thể xác định ion amoni trực tiếp trong mẫu nước hoặc xác định sau khi đã cất mẫu nước. Khi nước bị bẩn, có màu, thường được cất trước khi đem xác định.

2.3. Ion sunfua cản trở phép xác định do tạo chất màu vàng. Để kiểm tra ion sunfua cho vào mẫu nước một lượng nhỏ axít

sunfuric (cứ 5ml nước thì cho 2ml axit sunfuric 1:3). Sau khi cho axit, mẫu nước bị đục là có sunfua. Trường hợp đó, phải cho vào 100ml mẫu thử 10 giọt dung dịch kẽm axetat 25%. Khi kết tủa lắng xuống, lấy phần nước trong để xác định.

Xác định amoniac trong phòng riêng để tránh amoniac có trong không khí xâm nhập vào làm sai kết quả thử. Để loại ion Ca^{2+} và Mg^{2+} , trước khi xác định cho thêm dung dịch muối Râynhét.

2.4. Thuốc thử

2.4.1. Dung dịch ion amoni tiêu chuẩn

Hòa tan 0,297g amoni clorua vào một lượng nước nhỏ, sau đó thêm nước đến 100ml, lắc đều.

1ml dung dịch này có 0,1mg NH_4^+

Pha loãng dung dịch trên 1g lần để có dung dịch có 0,01mg NH_4^+ trong 1ml.

2.4.2. Nước cất không chứa amoniac

Axit hóa nước cất bằng axit clohidric

Thêm Na_2CO_3 vào nước cất và đun sôi đến còn một phần tư.

2.4.3. thuốc thử Netsle

Nghiền 10g thủy ngân iodua (HgI_2) trong cối sứ với một lượng nhỏ nước cất, chuyển vào bình, thêm 5g kali hidroxit, hòa tan vào khoảng 50ml nước cất, trộn đều, thêm nước cất đến đủ 100ml. Để lắng dung dịch trong 3 ngày, trong chai màu sẫm và có nút kín.

2.4.4. Dung dịch muối Râynhét (natri - kali tacrat).

Cân 30g muối natri - kali tacrat đã được sấy khô ở 80 - 90°C từ 4 - 5 giờ (để loại hợp chất có amoni). Hòa tan lượng cân vào 70ml nước cất không chứa amoniac và lọc qua giấy lọc đã rửa sạch (hoặc lọc qua bông thủy tinh). Thêm 5ml thuốc thử Netsle để loại hết amoni. Đựng dung dịch trong chai thủy tinh màu.

2.4.5. Thang màu bèn

Cân 0,100g kali cromat hòa tan vào 1000ml nước cất hai lần, lắc đều dung dịch kali cromat.

Cân 72,000g coban nitrat $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, hòa tan vào 100ml dung dịch axit clohidric 1%, lắc đều - dung dịch coban.

Sau khi chuẩn bị các dung dịch trên, pha thang màu như quy định trong bảng.

Dung dịch kali cromat (ml)	Dung dịch coban nitrat (ml)	Nước cất hai lần (ml)	Lượng amoni NH_4^+ mg/l
4	0,0	100	0,05
8	0,0	100	0,1
19	0,6	100	0,2
27	0,6	100	0,3
30	0,7	100	0,4
35	1,2	100	0,5
42	1,5	100	0,6
50	1,8	100	0,7
57	2,1	100	0,8
64	2,3	100	0,9
72	2,5	100	1,0

2.5. Tiến hành xác định

Cho vào ống nghiệm Netsle 50 ml nước cần kiểm nghiệm, thêm 0,2 ml dung dịch muối Râynhet và 0,5 ml thuốc thử Netsle, lắc đều.

Sau 4 - 5 phút, đem ống nghiệm so màu với thang màu tiêu chuẩn. Nếu màu của mẫu thử đậm hơn màu các ống trong thang màu tiêu chuẩn, như vậy phải pha loãng mẫu thử bằng nước cất trước khi thử.

B. Xác định bằng phương pháp chung cất

Khi nước đem thử có màu, trước khi thử phải cất lại mẫu.

1. Nguyên tắc

Cất mẫu nước đem thử và xác định lượng amoni có trong phần dịch cất dưới dạng hợp chất amoni hidroxit với dung dịch axit sunfuric.

2. Thuốc thử và các dung dịch

Axit sunfuric, dung dịch 0,02 N.

Natri hydroxit, dung dịch 0,02 N.

Magiê oxyt tinh khiết.

Chỉ thị natri alizarinsunfonat.

3. Tiến hành xác định

Cho vào bình cầu chưng cất một lượng nước từ 50 — 500 ml tùy theo nồng độ amoniac, thêm 5 g magie oxyt, lắc đều.

Lắp bình cầu vào ống sinh hàn, thêm vào một vài viên bi thủy tinh, đun sôi nhẹ. Dung dịch cất chảy ra vào một bình nón dung tích 300 ml chứa 20 ml dung dịch axit sunfuric 0,02N, 5 giọt chỉ thị natri alizarinsunfonat. Thu lấy 150 — 200 ml dịch cất.

Dùng dung dịch natri hydroxit 0,02N chuẩn lượng axit sunfuric đến lúc chỉ thị chuyển màu từ vàng sang hồng.

4. Tính toán kết quả

Hàm lượng amoniac tính bằng mg/l (X) xác định theo công thức:

$$X = \frac{(20 - n) \cdot 0,34 \cdot 1000}{V},$$

Trong đó:

V — thể tích mẫu thử, tính bằng ml;

n — lượng natri hydroxit đúng 0,02N tiêu tốn lúc chuẩn độ, tính bằng ml;

0,34 — lượng amoniac tương ứng với 1 ml axit sunfuric 0,02N tính bằng mg.