

Nước uống - Phương pháp xác định hàm lượng bạc

Drinking Water - Determination of Silver Content

Tiêu chuẩn này áp dụng cho nước uống và quy định phương hướng xác định hàm lượng bạc.

1. Lấy mẫu

- 1.1. Lấy mẫu nước uống theo TCVN 2652 : 1978
- 1.2. Thể tích mẫu lấy để xác định hàm lượng bạc không được ít hơn 500ml. Đựng mẫu trong chai chất dẻo vì thủy tinh có khả năng hấp thụ bạc.
- 1.3. Bảo quản mẫu bằng cách thêm vào 5ml axit nitric vào một lít mẫu.
- 1.4. Những yêu cầu chung để chuẩn bị dụng cụ, thuốc thử cho phương pháp so màu theo điều 2 của TCVN 2665 : 1978.

2. Phương pháp thử

2.1. Nguyên tắc

Phương pháp dựa trên việc tạo hợp chất màu vàng của bạc và dithizon, dùng cacbon tetraclohua để tách bạc dithizonat ở pH từ 1,5 đến 2,0. Đo màu với dãy dung dịch có nồng độ bạc đã biết.

Độ nhạy của phương pháp (nếu thể tích mẫu nước - 200ml) - 1mkg/l.

2.2. Dụng cụ, vật dụng và thuốc thử

Dụng cụ thủy tinh phòng thí nghiệm : ống trụ chia độ dung tích 10 và 25ml ; pipet dung tích 1 và 5ml có chia độ đến 0,01 và 0,1ml ; buret dung tích 25ml có khóa kín.

Ống nghiệm so màu có nút mài ;

Phễu tách dung tích 250 - 300ml ;

Cái nhỏ giọt ;

Amoni pesunfat ;

Amoni hydroxit, dung dịch 25% ;

Dithizon (difenylthiocacbazon) ;

Axit nitric ;

Axit atscobic ;

Axit sunfuric ;

Chì axetat ;
Bạc nitrat ;
Trilon B ;
Cacbon tetraclorua ;
Natri dietyldithiocacbammat
Nước cất.

2.3 Chuẩn bị phân tích

2.3.1. Chuẩn bị dung dịch tiêu chuẩn chính của bạc nitrat

Hoà tan 0,157g bạc nitrat (AgNO_3) tinh khiết hóa học vào một lượng nước cất nhỏ, trong bình định mức dung tích 1 lít, dùng 2 - 3 giọt axit nitric đậm đặc để oxy hóa và thêm nước đến vạch mức, lắc đều. 1ml/ dung dịch có 100 mkg Ag.

2.3.2. Chuẩn bị dung dịch tiêu chuẩn làm việc của bạc nitrat

Điều chế bằng cách pha loãng dung dịch chính ra 1.000 lần (1.1000). Phải pha loãng ra 10, 100 lần và cuối cùng mới pha loãng 1000 lần. 1ml/ dung dịch có 0,1mkg Ag.

2.3.3. Chuẩn bị dung dịch axit atscobic 20%

Hoà tan 20g axit atscobic vào 80 ml nước cất.

2.3.4. Chuẩn bị dung dịch dithizon 0,01% .

Cho 0,05g dithizon đã làm sạch vào bình định mức dung tích 500ml, hòa tan trong một lượng cacbon tetraclorua nhỏ. Sau khi chất pha chế tan, thêm cacbon tetraclorua đến vạch mức, lắc đều.

2.3.5. Chuẩn bị dung dịch dithizon 0,0005% .

Pha loãng dung dịch dithizon 0,01% bằng cacbon tetraclorua cho đến 0,0005% .

2.3.6. Chuẩn bị dung dịch trilon B 0,2N.

Hoà tan 36g muối dinatri của axit etylendiamin - tetraaxetic vào nước cất và thêm nước cất đến 1 lít.

2.3.7. Chuẩn bị dung dịch amoni pesunfat 25%

Hoà tan 100g amoni pesunfat vào 300ml nước cất và làm sạch. Muốn vậy, lọc dung dịch vào phễu tách trong đó có thêm vài ml chì dietyldithiocacbammat (DK) trong cacbon tetraclorua, lắc mạnh 1 - 2 phút. Chiết lặp lại bằng chì dietyldithiocacbammat (DIK) cho đến khi lớp hữu cơ không còn màu.

2.3.8. Chuẩn bị dung dịch chì dietyldithiocacbammat

Hoà tan 0,10g $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ vào 50 - 100ml nước cất, thêm 0,10g natri dietyldithiocacbammat. Khi đó sẽ tạo ra kết tủa trắng (DIK) của chì. Chuyển dung dịch và kết tủa vào phễu tách, thêm 250ml CCl_4 và lắc đều. Hoà tan kết tủa vào cacbon tetraclorua. Vớt bỏ lớp nước, lọc lớp CCl_4 qua giấy lọc khô, cho dịch lọc chảy vào bình định mức dung tích 500ml, thêm CCl_4 đến vạch mức, lắc đều, dung dịch bên trong 3 tháng.

2.4. Tiến hành phân tích

Phép xác định chịu ảnh hưởng của đồng và thủy ngân clorua với nồng độ đến 300mg/l không ảnh hưởng phép xác định. Dùng trilon B để liên kết đồng thành phức để loại trừ ảnh hưởng của nó, còn thủy ngân phải khử đến thủy ngân I (Hg^+). Dùng axit

atscobic làm chất khử. Quá trình khử diễn ra trong môi trường nitrat. Phản ứng khử (Hg^{2+} đến Hg^+) bằng axit atscobic xảy ra trong một lúc. Dùng bạc làm chất xúc tác (đối với nước đem thử phải dùng 0,5mkg dung dịch tiêu chuẩn bạc). Thủy ngân hóa trị một không ảnh hưởng đến phép xác định bạc.

Cho vào bình nón dung tích 300ml: 200ml nước đã lọc sơ bộ, 10ml axit sunfuric (1:1) đã được làm sạch, 1ml dung dịch amoni pesunfat 25%. Đun sôi mẫu trong 10 phút (tính từ lúc bắt đầu sôi), dùng nước làm nguội vào thêm nước cất hai lần, đựng trong ống trụ chia độ, với lượng 200ml. Chuyển dung dịch sang phễu tách dung tích 250 - 300ml, thêm 5ml dung dịch trilon B 0,2N, lắc đều và dùng buret thêm vào 2ml dung dịch dithizon 0,0005% trong cacbon tetraclorea lắc mạnh trong 1 phút. Nếu có bạc, màu dithizon sẽ biến đổi từ xanh sang vàng. Sau khi để yên, rót lớp nhuộm màu bên dưới (chứa bạc dithizonat) vào ống nghiệm so màu có nút mài, lắc đều và so màu với thang mẫu tiêu chuẩn.

Để chuẩn bị thang các dung dịch tiêu chuẩn, cho vào các ống đong hình trụ dung tích 250ml lần lượt : 0,0 ; 2,0 ; 3,0 ; 5,0 ; 7,0 và 10ml dung dịch tiêu chuẩn làm việc của bạc nitrat, thêm nước cất vào từng ống cho đến 200ml. Như vậy sẽ thu được thang dung dịch mẫu có hàm lượng tương ứng : 0,0 ; 0,2 ; 0,3 ; 0,5 ; 0,7 và 1,0mkg trong 200ml dung dịch. Chuyển các dung dịch sang bình cầu dung tích 300ml. Thêm vào mỗi bình cầu 10ml axit sunfuric (1 : 1). 1ml dung dịch amoni pesunfat 25%. Tiếp tục phân tích như đã nói ở trên. Thang bền trong một ngày đêm nếu cất giữ ở chỗ tối.

Nếu nước đem thử có thủy ngân thì phải loại trừ ảnh hưởng của nó. Muốn vậy, thêm vào nước đem thử, đã chuyển vào phễu tách, sau khi phá hủy các chất hữu cơ bằng amoni pesunfat, 2 giọt axit nitric (1 :1) đã được làm sạch, 0,5ml bạc nitrat có 1 mkg/ml (làm xúc tác) 5ml dung dịch axit atscobic 20% mới chuẩn bị. Lắc đều dung dịch và để 20 - 30 phút. Tiếp tục phân tích như đã nói ở trên.

Khi tính toán kết quả phải nhớ đã thêm vào mẫu 0,5mkg bạc.

2.5. Tính toán kết quả

Hàm lượng bạc (x) tính bằng mg/l theo công thức :

$$x = \frac{a \cdot 1000}{V \cdot 1000} = \frac{a}{V}$$

Trong đó :

a - hàm lượng bạc tìm được theo thang dung dịch tiêu chuẩn, tính bằng mkg ;

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

Chênh lệch cho phép giữa các kết quả xác định lặp lại 25% (tương đối).