

Nước uống - Phương pháp xác định hàm lượng chất hữu cơ***Drinking Water - Determination of Content of the Organic Substance***

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp kali pemanganat và kali bicromat để xác định hợp chất hữu cơ trong nước uống.

1. Lấy mẫu

Lấy mẫu nước theo TCVN 2652 : 1978

2. Phương pháp thử**2.1. Phương pháp kali pemanganat****2.1.1. Nguyên tắc**

Dựa vào khả năng oxy hóa mạnh của kali pemanganat cho mẫu thử tác dụng với kali pemanganat để oxy hóa mẫu thử. Dựa vào lượng kali pemanganat cho vào mẫu thử và lượng còn lại sau khi ôxy hóa có thể tính được lượng chất hữu cơ.

2.1.2. Các ion cản trở và cách khử (che)

Sắt cũng phản ứng với kali pemanganat, do đó phải lọc kĩ mẫu nước có sắt (II) trước khi xác định tạp chất hữu cơ.

Muối amoni hoặc amoniac hoà tan cũng cản trở phép xác định. Muốn loại amoniac đem đun nóng mẫu thử trước khi xác định.

Clorua được loại bằng cách thêm bạc oxit (cho 10ml/ natri hydroxit 0,1N vào 10ml/ dung dịch bạc nitrat 0,1 N sẽ thu được bạc oxit, lọc kết tủa tạo ra trên giấy lọc, dùng nước cất rửa sạch).

Cho lượng bạc oxit thu được vào 110ml/ mẫu thử, để yên hai giờ và lọc. Hứng lấy dịch lọc để xác định tạp chất hữu cơ.

2.1.3. Thuốc thử và các dung dịch

Axit oxalic, nồng độ 0,1N.

Hòa tan 4,5g axit oxalic vào một ít nước cất hai lần, lắc cho tan, sau đó thêm nước cất đến 1000ml/. Khi cần để lâu cho thêm một ít thủy ngân iodua.

Kali pemanganat, dung dịch 0,1N.

Cân chính xác 3,160g kali pemanganat, hòa tan lượng cân vào một ít nước cất, thêm nước đến 1000ml/, lắc đều. Đun sôi dung dịch trong một giờ, để yên một tuần và lọc qua màng lọc thủy tinh xốp.

Xác định và hiệu chỉnh nồng độ dung dịch kali pemanganat theo dung dịch axit oxalic 0,1N.

Cho 10ml/ dung dịch axit oxalic 0,1N vào bình nón dung tích 250ml, thêm 100ml nước cất hai lần và 2ml/ axit sunfuric đậm đặc ($d = 1,84$). Đun sôi lượng chứa trong bình và giữ sôi 10 phút. Dùng buret đựng dung dịch kali pemanganat 0,1N để chuẩn độ. Khi dung dịch trong bình nón có màu phớt hồng thì dừng lại. Nếu lượng dung dịch kali pemanganat hết đúng 10ml, thì dung dịch có nồng độ đúng 0,1N.

Axit sunfuric đậm đặc ($d = 1,84$).

2.1.4. Tiến hành xác định

Cho vào bình nón dung tích 500ml đã được rửa sạch và sấy khô 100ml nước cần thử (khi nồng độ chất hữu cơ quá lớn, phải giảm bớt lượng mẫu thử), thêm vào 2ml/ axit sunfuric đậm đặc ($d = 1,84$), cho thêm đúng 10ml/ dung dịch kali pemanganat. Sau đó, đun sôi 10 phút, thêm vào 10ml/ dung dịch axit oxalic 0,1N, lắc đều. Sau đó, khi dung dịch còn nóng, dùng pipet đựng dung dịch kali pemanganat 0,1N để chuẩn độ và ghi lấy lượng kali pemanganat đã tiêu tốn (V_1).

Thay mẫu nước đem thử bằng 100ml nước cất hai lần để thực hiện một thí nghiệm trắng và ghi lấy lượng dung dịch kali pemanganat đã tiêu tốn (V_2). Lượng kali pemanganat tiêu tốn thực là hiệu số giữa hai thể tích kali pemanganat tiêu tốn.

2.1.5. Tính toán kết quả

1ml/ dung dịch kali pemanganat 0,1N tương ứng với 8mg oxy.

Lượng oxy cần để oxy hóa các chất hữu cơ trong một lít nước (X) tính theo công thức :

$$X = \frac{(N - n) \cdot 8 \cdot a \cdot 1000}{100}$$

Trong đó :

a - độ chuẩn của dung dịch kali pemanganat ;

N - lượng dung dịch kali pemanganat 0,1 N tiêu tốn lúc chuẩn mẫu thử, tính bằng ml ;

n - lượng dung dịch kali pemanganat 0,1 N tiêu tốn lúc chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng ml.

2.2. Phương pháp kali bicromat (phương pháp trọng tài)

2.2.1. Nguyên tắc

Cho các chất hữu cơ trong mẫu thử tác dụng với hỗn hợp axit cromic và axit sunfuric lúc đun sôi. Đun mẫu thử với thuốc thử trong ống sinh hàn hồi lưu và chuẩn độ lượng bicromat dư với sắt - amoni sunfat.

2.2.2. Các ion cản trở và cách khử (che)

Khi không có chất xúc tác các hợp chất hydrocabua thơm, pyridin ít bị oxy hóa.

Nếu có ion clorua, thêm chất xúc tác bạc sunfat sẽ tạo kết tủa AgCl. Tạo kết tủa bạc clorua sẽ không cần dựa vào hệ số hiệu chỉnh, ngược lại khi không cho kết tủa trước ion clo thì phải trừ vào kết quả 1mg clorua, 0,23mg oxy.

2.2.3. Thuốc thử và các dung dịch

Dung dịch kali bicromat 0,25N.

Sấy kali bicromat (12,259g) ở 105°C trong 2 giờ. Hòa tan lượng cân vào một ít nước và thêm nước đến 1000ml.

Axit sunfuric đậm đặc ($d = 1,84$)

Sắt - amoni sunfat 0,25N.

Hòa tan 98g sắt - amoni sunfat $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ vào 20ml axit sunfuric đậm đặc, thêm nước cất đến 1000ml, lắc đều.

Sau khi pha phải hiệu chỉnh dung dịch theo dung dịch kali bicromat theo phương pháp sau đây :

Cho 25ml dung dịch kali bicromat 0,25N vào bình nón dung tích 500ml, thêm nước cất hai lần đến 250ml lắc đều, thêm tiếp 20 ml axit sunfuric đậm đặc. Sau đó thêm 3-4 giọt chỉ thị và dùng dung dịch sắt - amoni sunfat để chuẩn độ.

Chuẩn bị chất chỉ thị

Cân 1,585g chỉ thị fenolftalein và 0,695g sắt (II) sunfat $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Hòa tan hỗn hợp trên vào một ít nước, sau đó thêm nước cất cho đủ 100ml.

Difenylamin dung dịch 1% trong axit sunfuric đậm đặc. Các dung dịch chỉ thị đều phải sử dụng loại mới chuẩn bị.

Bạc sunfat tinh thể

2.2.4. Tiến hành xác định

Lấy 50ml nước cân thử, cho vào bình nón dung tích 250ml, thêm 20ml dung dịch kali dicromat (khi lượng chất hữu cơ quá lớn, phải giảm bớt thể tích mẫu). Thêm vào bình rất cẩn thận từng lượng nhỏ axit sunfuric đậm đặc cho đến hết 75ml, chuyển toàn lượng chứa vào bình cầu đáy tròn. Sau mỗi lần cho axit sunfuric đậm đặc vào đều phải lắc đều bình. Cuối cùng cho thêm vài viên đá bọt. Đậy nút vào bình, nút có cắm ống làm lạnh hồi lưu, đun sôi nhẹ và giữ sôi trong hai giờ. Làm nguội bình, dùng 25ml nước cất rửa thành ống sinh hàn, chuyển dung dịch vào bình nón dung tích 500ml và tráng bình vài ba lần bằng nước cất. Sau đó, thêm nước cất cho đủ 250ml, thêm 3-4 giọt chỉ thị màu và dùng dung dịch sắt - amoni sunfat chuẩn lượng dicromat dư.

Tiến hành một thí nghiệm trắng với 50ml nước cất hai lần và tiến hành như trên.

Để oxy hóa các chất hữu cơ bền với tác nhân oxy hóa như axit hoặc rượu mạch thẳng, phải thêm chất xúc tác bạc sunfat. Trước khi đun thêm vào 1g bạc sunfat.

Nếu trong nước đem phân tích có các chất hữu cơ khó oxy hóa, thêm chất xúc tác bạc sunfat. Khi mẫu nước có hàm lượng clorua cao, phải tiến hành xác định theo phương pháp sau.

Lấy 50ml nước cân phân tích (tính toán sao cho có 40mg ion clorua), thêm vào mẫu 1g thủy ngân (II) sunfat, 5ml axit sunfuric đậm đặc để hòa tan muối thủy ngân, thêm 25ml kali dicromat, thêm cẩn thận 70ml axit sunfuric đậm đặc, 0,75g bạc sunfat, đun sôi nhẹ bình có lắp ống sinh hàn hồi lưu trong hai giờ. Sau đó tiếp tục xử lý như quy trình trên.

2.2.5. Tính toán kết quả

Hàm lượng các chất hữu cơ (X) tính bằng mg/l theo công thức :

$$X = \frac{(a - b) N \cdot 8 \cdot 1000}{V}$$

Trong đó :

a - thể tích dung dịch sắt - amoni sunfat tiêu tốn lúc chuẩn, mẫu trắng, tính bằng ml ;

b - thể tích dung dịch sắt - amoni sunfat tiêu tốn lúc chuẩn mẫu thử, tính bằng ml ;

N - nồng độ đương lượng của dung dịch sắt - amoni sunfat.

V - thể tích mẫu, tính bằng ml ;

8 - đương lượng gam của oxy, tính bằng g.