



16900-08

Digital Titrator

Model 16900

MỤC LỤC

Thông số kỹ thuật	5
VẬN HÀNH	6
MÔ TẢ CHUNG	6
1.1 Giới thiệu	6
1.1.1 Thực hiện theo các bước sau cho lần sử dụng đầu tiên	7
1.2 Các bước thực hiện	8
1.3 Những gợi ý khi sử dụng	12
1.3.1 Sử dụng lại một phần Cartridge	12
1.3.2 Tính toán thể tích chất chuẩn đã sử dụng	12
1.3.3 Đổ đầy ống chuẩn độ	12
1.3.4 Kỹ thuật kiểm chứng	12
1.4 Lắp buret vào Digital titrator	15
1.5 Sử dụng các gói bột PermaChem®	16
1.6 Độ an toàn	17
CÁC PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ	18
AXIT – BAZƠ (10 đến 4000 mg/L hay meq/L)	18
ĐỘ AXIT	24
Phương pháp Metyl cam và Phenolphthalein (tổng) (10 đến 4000mg/L CaCO ₃)	24
ĐỘ KIỀM (10 đến 4000 mg/L CaCO ₃)	29
Phương pháp Phenolphthalein và phương pháp tổng	29
AMONIAC, KHOẢNG CAO (Amoni Hydroxit)	36
Phương pháp chuẩn độ ammonia	36
CACBON ĐIOXIT (10 – 100 mg/L CO ₂)	41
Sử dụng Natri hydroxit	41

CHELANT TỰ DO (0 – 20 mg/L CaCO_3)	45
Sử dụng Magie clorua.....	45
CHELANT TỔNG (0 – 40 mg/L Na_4EDTA).....	48
Sử dụng Bismuth Nitrate.....	48
COLORUA	51
Phương pháp Nitrat thủy ngân và phương pháp Nitrat bạc.....	51
COLORUA TỰ DO VÀ COLORUA TỔNG (0 – 3.0 mg/L Cl_2)	57
Phương pháp DPD-FEAS	57
CLO TỔNG	60
Phương pháp chuẩn độ Iod (1 – 400 mg/L Cl_2 sử dụng Natri thiosunfat)	60
Phương pháp chuẩn độ Iod (20 – 70000 mg/L Cl_2 sử dụng Natri thiosunfat).....	62
CLO TỰ DO (0 - 1000 $\mu\text{g/L}$ Cl_2)	67
Chuẩn độ thuận amperometric	67
CLO TỔNG (6 – 1000 $\mu\text{g/L}$ Cl_2).....	73
Chuẩn độ ngược Amperometric	73
CLO TỔNG (0 – 1000 $\mu\text{g/L-Cl}_2$) cho nước uống và nước thải.....	83
Chuẩn độ ngược Amperometric	83
CROMAT (20 đến > 400 mg/L CrO_4^{2-})	89
Sử dụng Natri thiosunfat.....	89
ĐỘ CỨNG CANXI (10 – 4000 mg/L CaCO_3)	94
Sử dụng EDTA.....	94
ĐỘ CỨNG TỔNG SỐ (10 – 4000 mg/L CaCO_3)	99
Sử dụng EDTA.....	99
ĐỘ CỨNG TỔNG SỐ, LIÊN TIẾP (10 – 4000 mg/L CaCO_3)	106
Phương pháp chuẩn độ liên tiếp (mẫu hạn chế)	106
HYPOCLORIT (chất tẩy trắng) (50 – 150 g/L (5 – 15 %) Cl_2)	113
Phương pháp chuẩn độ iod	113

SẮT (10 – 1000 mg/L Fe).....	116
Sử dụng Cartridge chuẩn độ TitraVer®	116
NITRIT (100 – 2500 mg/L NaNO ₂).....	119
Sử dụng dung dịch chuẩn Ceric.....	119
OXY HÒA TAN (1 đến lớn hơn 10 mg/L DO)	122
Phương pháp Azide Modification của Winkler.....	122
Sử dụng chai BOD 60 mL	124
ĐỘ MẶN (0 – 100 ppt độ mặn).....	127
Sử dụng Nitrat thủy ngân	127
SUNFIT (4 đến > 400 mg/L SO ₃ ²⁻)	129
Sử dụng iodat – ioda.....	129
CÁC DUNG DỊCH CHUẨN ĐỘ ĐỤC.....	133
Chuẩn bị nước không có độ đục	133
Chuẩn bị dung dịch chuẩn formazin 1 NTU.....	134
Chuẩn bị dung dịch chuẩn formazin bất kỳ.....	135
CÁC AXIT BAY HƠI.....	137
Sử dụng Natri hydroxit	137
PHỤ LỤC A.....	140
CÁC BỘ PHẬN THAY THẾ VÀ PHỤ KIỆN	149
CÁCH ĐẶT HÀNG	149
CHẾ ĐỘ BẢO HÀNH.....	151

Thông số kỹ thuật

Thiết bị chuẩn độ hiển thị số (digital titrator)

Dung tích: 800 số/mL hay 0.00125 mL/số

Độ chính xác*: $\pm 1\%$ đối với kết quả đọc trên 100 số (không chắc chắn đối với kết quả cho 1 con số. Hầu hết các mẫu yêu cầu lớn hơn 100 số)

Khối lượng: 132g (4.7 oz.)

Đầu cung cấp chất chuẩn (cartridge) cho digital titrator

Thể tích: 13 mL

Số lượng thí nghiệm: các thuốc thử được định lượng để dùng cho 100 lần chuẩn độ, số lượng thực hiện có thể khác đi tùy theo nồng độ của mẫu

Khối lượng: 56.75 g (2 oz.)

* Độ chính xác của phương pháp, ngoài thiết bị chuẩn độ kỹ thuật số, các nguồn gây sai số khác được kiểm soát bởi người phân tích. Các nguồn gây sai số khác bao gồm: việc lấy mẫu, thể tích mẫu, pha loãng (nếu yêu cầu), việc phát hiện điểm cuối, chất lượng thuốc thử và các chất gây nhiễu.

VẬN HÀNH

Nguy hiểm

Tiếp xúc các mẫu hóa chất, mẫu chuẩn, thuốc thử có thể gây độc hại. Xem lại Phiếu an toàn hóa chất và làm quen với các biện pháp an toàn trước khi tiếp xúc các hóa chất.

MÔ TẢ CHUNG

1.1 Giới thiệu

Digital titrator của Hach là một khái niệm mới trong phân tích theo phép chuẩn độ. Đây là một thiết bị định lượng chính xác dùng với các ống cartridge gọn có chứa chất chuẩn đậm đặc. Việc chuẩn độ chính xác được thực hiện mà không cần sử dụng số lượng lớn và dễ vỡ các buret thông thường.

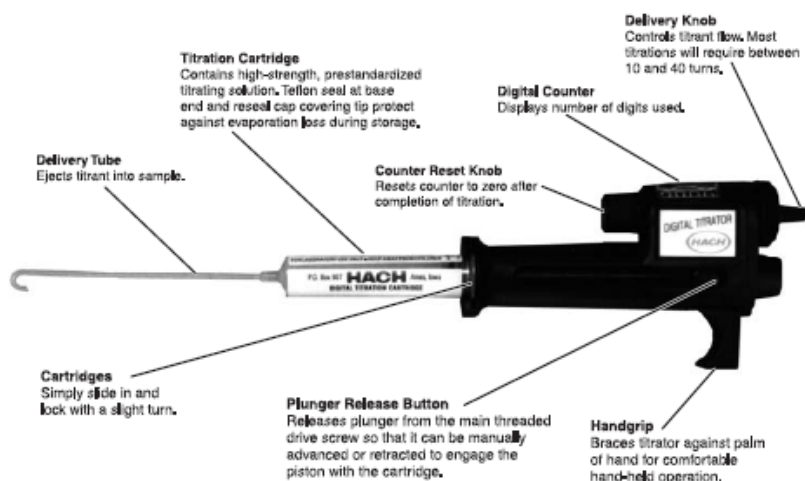
Đầu vận chính trong Digital Titrator điều khiển pittong để đẩy chất chuẩn đậm đặc từ ống cartridge ra thành dòng được điều chỉnh một cách cẩn thận. Thân của thiết bị chuẩn độ được cấu tạo bằng nhựa acetal với một khuôn mẫu chính xác, dày – chịu sức tải, hóa chất – và chịu được va đập, bền. Độ chuẩn xác đạt mức $\pm 1\%$ hay tốt hơn nữa nếu chuẩn độ lớn hơn 100 số. Đối với kết quả chuẩn độ nhỏ hơn 100 số, thì độ chính xác là ± 1 con số.

Dung dịch chuẩn độ (chất chuẩn) được đóng gói trong hộp chứa bằng polypropylen dùng một lần hay bình chứa Kynar® với nút bịt bằng cao su tổng hợp phủ vật liệu Teflon và nắp đậy kín bằng polypropylen để che phủ phần đầu hộp. Mỗi hộp chứa xấp xỉ 13mL dung dịch chuẩn độ, đủ cho 50 – 100 lần chuẩn độ. Dung dịch chuẩn được kiểm soát sai lệch nồng độ trong khoảng $\pm 0.5\%$ so với trạng thái bình thường và sai số cho phép được liệt kê trên nhãn. Nồng độ chất chuẩn được tính toán cho quá trình chuẩn độ từ 10 đến 40 vòng (100 đến 400 số) của nút phân phối. Đối với hầu hết các khoảng xác định đo nồng độ sử dụng thông thường thì những số xuất hiện trên cửa sổ bộ đếm tương ứng với nồng độ của mẫu.

Cả 2 quá trình chuẩn độ vị trí linh động hay cố định đều có thể thực hiện với Digital Titrator. Thiết bị đo có một tay nắm để điều khiển bằng tay hoặc có thể được gắn vào TitraStir® Stir Plate hay giá đỡ phòng thí nghiệm cho việc cài đặt cố định. Xem hình 1.

Mỗi Digital titrator đều kèm theo 5 ống phân phối và một cuốn sách hướng dẫn phương pháp thực hiện cho các thông số được kiểm tra thông dụng nhất và các chai dung dịch chuẩn tương ứng. Các ống phân phối dạng vuông góc (90 độ) dùng cho việc cài đặt cố định có thể đặt mua theo dạng phụ kiện.

Hình 1: Hach Digital Titrator



Giải thích:

Ống dẫn: đẩy chất chuẩn vào trong mẫu

Các ống: van trượt bên trong và chốt lại bằng một vòng xoay nhẹ

Nút nhả pittong: nhả pittong khỏi trục xoay chính có ren do đó nó có thể rút hoặc đẩy bằng tay để gài chặt pittong vào các ống.

Tay nắm: giúp giữ thiết bị chuẩn độ vào lòng bàn tay nhằm dễ dàng điều khiển bằng tay

Ống chuẩn độ: chứa dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn có độ bền cao. Miếng bịt bằng Teflon ở chân đế và lớp bịt che phủ ở phần đầu bảo vệ khỏi sự mất mát do bay hơi trong suốt quá trình lưu trữ.

Nút xác lập lại thiết bị đo: thiết lập lại Thiết bị đo về 0 sau khi hoàn tất quá trình chuẩn độ

Bộ đếm số: hiển thị số lượng con số đã sử dụng

Nút phân phối: điều khiển dòng dung dịch chuẩn. Hầu hết các quá trình chuẩn độ đòi hỏi trong khoảng 10 đến 40 lượt.

1.1.1 Thực hiện theo các bước sau cho lần sử dụng đầu tiên

Mỗi phương pháp được chia thành 5 phần gồm: Các bước thực hiện, Kiểm tra độ chuẩn xác, Các chất gây nhiễu, Tóm tắt phương pháp, Thuốc thử và dụng cụ. Để biết thêm thông tin về cách lựa chọn phương pháp hay để trả lời các câu hỏi về hóa chất xem Hach's *Water Analysis Handbook* (Lit 8376). Để biết thêm thông tin về cách đo Chlorine, xem cuốn *Current Technology of Chlorine Analysis for Water and Wastewater* (Lit 7019).

Phần **Các bước thực hiện** trình bày chi tiết từng bước thực hiện như thế nào. Để chọn một thể tích mẫu thích hợp và ống chuẩn độ dựa trên nồng độ mẫu dự đoán, sử dụng thông tin trong các bảng được cung cấp ở mỗi phương pháp. Nếu không dự đoán được nồng độ mẫu sẽ phân tích thì bắt đầu với một thể tích mẫu nhỏ hơn và xác định nồng độ xấp xỉ của mẫu. Thực hiện lại với thể tích mẫu thích hợp.

Các Khoảng xác định đo trong bảng trùng lặp lên nhau để tạo sự linh động hơn. Trong hầu hết các bước, số lượng con số sử dụng cho mỗi Khoảng xác định nồng độ là từ 100 đến 400 số.

Để xác định nồng độ thực của mẫu, sử dụng hệ số nhân điều chỉnh theo thể tích mẫu và ống chuẩn độ được sử dụng.

Trong suốt phần thực hiện, các phần chú thích sẽ cung cấp thêm thông tin.

Phần **Kiểm tra độ chuẩn xác** cung cấp cách để kiểm tra độ chuẩn xác và xác định các yếu tố gây nhiễu hiện diện. Phần này cũng cung cấp phương pháp kiểm tra chất lượng thuốc thử, Digital Titrator và kỹ thuật vận hành. Ngoài ra, thông tin còn được cung cấp trong phụ lục A, Kiểm tra độ chuẩn xác và phương pháp bổ sung dung dịch chuẩn.

Phần **Các yếu tố gây nhiễu** xác định các yếu tố gây nhiễu phổ biến là nguyên nhân khiến kết quả không chính xác và mô tả cách loại trừ ảnh hưởng của chúng. Mức độ gây nhiễu dựa trên thể tích mẫu có hệ số nhân là 1. Mức gây nhiễu cao hơn có thể được cho phép nếu sử dụng một mẫu nhỏ hơn.

Phần **Tóm tắt phương pháp** bàn về phản ứng hóa học đang diễn ra và thông tin áp dụng cho toàn bộ quá trình.

Danh sách **Thuốc thử và dụng cụ** kết thúc phần phương pháp. Tất cả các mục đòi hỏi thực hiện thí nghiệm sẽ được liệt kê đầu tiên và được Hach cung cấp hướng dẫn. Các mục được liệt kê trong phần chú giải hay phần các yếu tố gây nhiễu sẽ có trong phần các mục cho tùy chọn.

1.2 Các bước thực hiện

1. Chọn một thể tích mẫu và ống chuẩn độ tương ứng nồng độ mẫu dự đoán theo bảng đưa ra ở mỗi phương pháp.

Nếu không biết nồng độ mẫu dự đoán bao nhiêu thì bắt đầu với một thể tích mẫu nhỏ hơn và xác định nồng độ tương ứng của nó. Kiểm tra lại với kích cỡ mẫu thích hợp.

2. Trượt ống cartridge vào chỗ nhận của thiết bị chuẩn độ và hãm nó vào đúng vị trí bằng một vòng xoay nhẹ. Xem hình 2.

Hình 2: Lắp ống cartridge vào vị trí

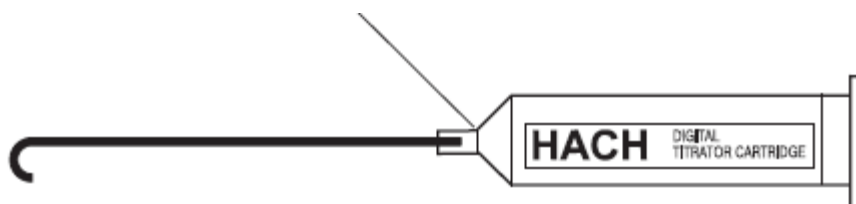


3. Tháo nắp polyetylen và gắn 1 ống dẫn sạch vào cuối ống chuẩn cho đến khi nó khớp. Xem hình 3. Dùng 1 ống thẳng có phần cuối uốn cong nếu chuẩn độ bằng tay. Sử dụng ống 90° có phần cuối uốn cong nếu sử dụng theo cách cài đặt cố định.

Không đưa ống vào quá phần mở rộng của ống; xem hình minh họa bên dưới. Trong một số trường hợp, có thể cần di chuyển cái gờ nhỏ trên mép trước của ống trước khi gắn vào.

Hình 3: Gắn ống dẫn vào

Không được đưa ống vào qua điểm này



4. Đối với các chuẩn độ cố định, sử dụng TitraStir Stir Plate hay một giá đỡ và giữ cố định thiết bị chuẩn độ trên bàn thí nghiệm. Xem hình 4 và hình 5.

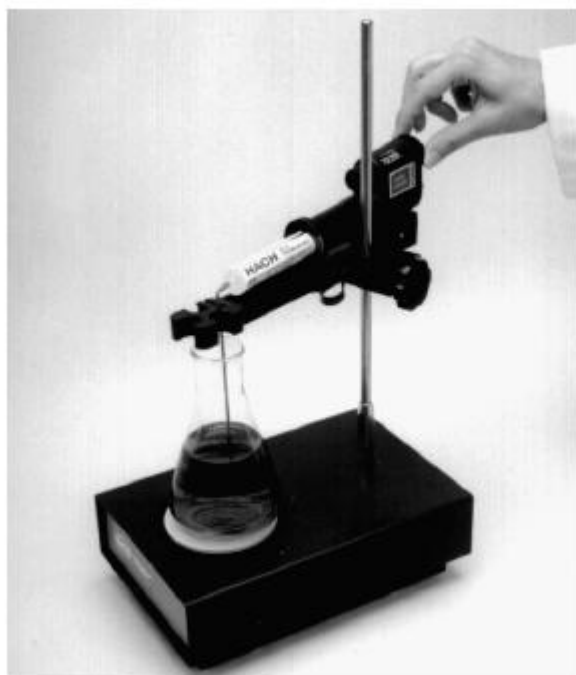
TitraStir Stir Plate giữ cố định Digital Titrator suốt quá trình chuẩn độ đồng thời khuấy trộn mẫu với một tốc độ không đổi, tạo điều kiện cho người phân tích có thể xác định điểm cuối một cách chuẩn xác. Khi sử dụng TitraStir Stir Plate có thể thay thế hoặc bổ sung các dụng cụ phụ sau đây:

Các dụng cụ

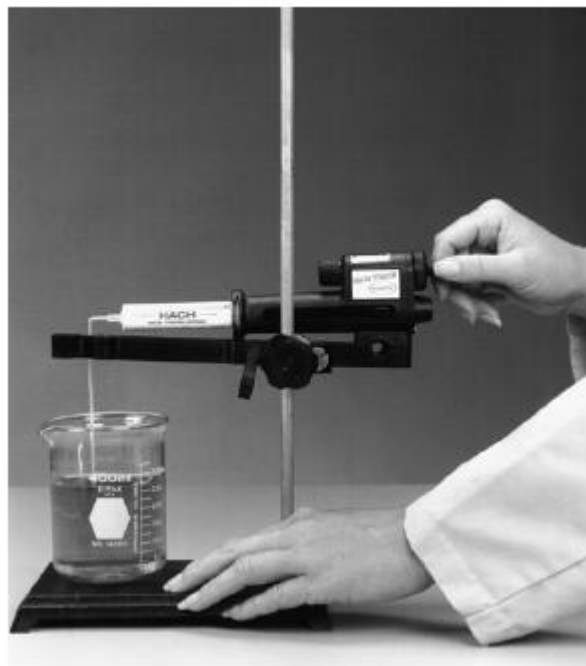
Mô tả	Số lượng/thí nghiệm	Đơn vị	Mã hàng
Delivery Tubes, 90° với khuôn kẹp TitraStir® Stir Plate	1	5/pkg	41578-00
Flask, Erlenmeyer, 125 mL	1	mỗi cái	505-43
Flask, Erlenmeyer, 250 mL	1	mỗi cái	505-46
Stir Bar, 28.6 x 7.9 mm	1	mỗi cái	20953-52
TitraStir® Stir Plate, 115 Vac	1	mỗi cái	19400-00
TitraStir® Stir Plate, 230 Vac	1	mỗi cái	19400-10

5. Để chất chuẩn ban đầu chảy tràn đều trong ống dẫn, giữ đầu ống hướng lên. Tịnh tiến nút nhả pittong để gài pittong vào ống (ấn nút vào trong và về phía ống). Không làm phun dung dịch khi đẩy pittong về phía ống. Xoay nút phân phối cho đến khi không khí phun ra và 1 vài giọt dung dịch chảy ra khỏi đầu ống. Khi xoay, nút vít truyền động đẩy pittong ngược vào nắp ống và ép dung dịch ra ngoài qua ống dẫn. Sau đó sử dụng nút xác lập lại thiết bị đo để quay bộ đếm số trở về 0 và làm sạch phần đầu. Nếu muốn phần đầu có thể được súc rửa bằng nước khử ion tốt hơn là lau chùi.

Hình 4: Sử dụng TitraStir® Stir Plate



Hình 5: Sử dụng chân đế để giữ thiết bị



Hình 6: Chuẩn độ mẫu



6. Sử dụng pipet hoặc ống chia độ thích hợp nhỏ nhất để đong thể tích mẫu theo bảng đã cho. Chuyển mẫu vào erlen 125mL hoặc 250mL. Pha loãng đến thể tích tổng thích hợp bằng nước khử ion nếu cần thiết.

Chú ý: Đo thể tích mẫu và pha loãng (nếu yêu cầu) phải chính xác. Tuy nhiên, tổng thể tích cuối cùng của dung dịch chuẩn độ không quan trọng.

7. Thêm các thuốc thử cần thiết vào mẫu và lắc để trộn đều.

8. Nhúng đầu ống dẫn vào dung dịch và lắc chai trong khi lúc chuẩn độ. Chuẩn độ bằng cách xoay nút phân phối. Xoay nút và lắc mẫu cho đến khi đạt được điểm cuối. Ghi lại con số xuất hiện trên màn hình của bộ đếm số. Xem hình 6.

Chú ý: Con số đạt yêu cầu thường nằm trong khoảng 100 đến 400. Hầu như tất cả các bước nếu con số nhỏ hơn 100 hoặc lớn hơn 400 nên thay đổi thể tích mẫu hoặc ống chuẩn độ.

Chú ý: Các kết quả không chính xác sẽ xảy ra nếu đầu ống dẫn nằm ở ngoài dung dịch hơn thay vì phải ở phía dưới bề mặt dung dịch.

9. Tính toán nồng độ mẫu bằng cách sử dụng công thức sau:

$$\text{Con số sử dụng} \times \text{Hệ số nhân} = \text{Nồng độ mẫu}$$

Trong đó:

Con số sử dụng = con số xuất hiện trên màn hình bộ đếm số ở bước 8

Hệ số nhân = số lấy từ bảng đã cho theo phương pháp đó. Cần tính vào cả hệ số nhân khi có pha loãng mẫu và nồng độ của dung dịch chuẩn

10. Sau khi hoàn thành thí nghiệm, ấn nút nhả pittong và dùng tay kéo pittong vào trong thân thiết bị chuẩn độ. Tháo ống ra. Tháo ống dẫn và miếng bịt ống với nắp polyetylen. Xem hình 7.

Hình 7: Kéo pittong lại



11. Bỏ hoặc làm sạch ống dẫn ngay sau khi sử dụng. Để làm sạch, dùng ống bơm hoặc bình rửa đầy nước vào trong ống và sau đó là không khí.

1.3 Những gợi ý khi sử dụng

1.3.1 Sử dụng lại một phần Cartridge

1. Khi pittong rút lại hoàn toàn, cố định ống vào thiết bị chuẩn độ.
2. Ấn pittong nhả ra, sau đó dùng tay đẩy pittong ngược lại phía nắp ống.
3. Gắn ống dẫn vào. Giữ cho đầu ống hướng lên. Đẩy không khí và một vài giọt dung dịch chuẩn ra ngoài, chỉnh thiết bị đếm về 0 và vệ sinh đầu ống dẫn.
4. Chuẩn độ như thường lệ.

1.3.2 Tính toán thể tích chất chuẩn đã sử dụng

Thông thường các dung dịch trong ống chuẩn độ của Hach được thiết kế sao cho con số sử dụng trong quá trình chuẩn độ tương ứng với nồng độ của mẫu (mg/L). Để xác định thể tích mẫu (mL) đã sử dụng, chia giá trị đọc Digital Titrator cho 800.

1.3.3 Đổ đầy ống chuẩn độ

Ống có thể được làm sạch và châm mới trở lại, hoặc dùng các ống trống mới, mã hàng là 14495-01, có thể mua từ Hach. Xem hình 8. Khi chuẩn bị đổ đầy lại các ống cũ, đẩy nắp chai ra khỏi chai bằng áp lực không khí được cung cấp qua phần đầu chai. Đẩy nắp, đổ đầy dung dịch và gắn lại nắp ống cẩn thận để tránh làm nứt vỏ Teflon. Việc đổ đầy cũng có thể thực hiện bằng một ống bơm.

Hình 8: Các ống cartridge của Digital titrator



1.3.4 Kỹ thuật kiểm chứng

Khi thay đổi phương pháp hay sử dụng một thiết bị mới, tốt hơn nên dùng mẫu có nồng độ đã biết. Kỹ thuật này giúp người vận hành biết được mình thao tác và tuân thủ đúng theo các bước phân tích, để thiết bị mới hoạt động tốt. Mục tiêu quan trọng đối với Hach đó là người sử dụng có thể tự kiểm chứng các thí nghiệm thực hiện. Có nghĩa là Hach tạo ra những công cụ có sẵn giúp người vận hành có thể kiểm tra công việc của chính họ cho các kết quả chính xác hay không mà không cần dựa vào nhà hóa học hay phòng thí nghiệm kiểm chứng bên ngoài.

Đối với hầu hết các thí nghiệm trong tài liệu hướng dẫn sử dụng này, bảng 1 liệt kê từng quy trình phân tích, các dung dịch chuẩn sử dụng, thể tích dung dịch chuẩn cần dùng, ống cartridge cần sử dụng và con số dự đoán khi

thực hiện phân tích một cách đúng đắn. Dung dịch chuẩn được đề xuất là Voluette® hay PourRite™ Ampules vì có thể dùng ở bất cứ đâu do độ ổn định và tính chuẩn xác cao của chúng.

Để sử dụng các dung dịch chuẩn độ, thực hiện theo các bước sau:

1. Chọn phương pháp thích hợp và đặt mua dung dịch chuẩn tương ứng. Sử dụng mã sản phẩm được cung cấp
2. Xác định thể tích của dung dịch chuẩn được sử dụng khi mẫu trong phương pháp sử dụng pipet TenSette® hay Pipet Class A.
3. Thực hiện phương pháp chuẩn độ theo hướng dẫn, thêm nước khử ion nếu cần thiết.
4. Sau khi chuẩn độ, con số sử dụng nên xấp xỉ với con số dự đoán.

Gọi đến Dịch vụ khách hàng và hỗ trợ kỹ thuật của Hach (1-800-227-442) để hỗ trợ thêm.

Bảng 1: Các dung dịch chuẩn chuẩn độ

Phương pháp (Thông số)	Mô tả dung dịch chuẩn (Mã hàng)	Thể tích dung dịch chuẩn (mL)	Ống chuẩn độ (Mã hàng)	Con số dự đoán
Axit – Bazơ: Acid	0.500 N H ₂ SO ₄ (2121-26)	1.0	600 N NaOH (14379-01)	250
		5.0	1.00 N NaOH (14381-01)	250
Bazơ	0.500 N Na ₂ CO ₃ (14278-10)	1.0	1.600 N H ₂ SO ₄ (14389-01)	250
		5.0	8.00 N H ₂ SO ₄ (14391-01)	250
Độ axit	0.500 N H ₂ SO ₄ (2121-26)	0.1	1600 N NaOH (14377-01)	250
		1.0	600 N NaOH (14379-01)	250
Độ kiềm	0.500 N Na ₂ CO ₃ (14278-10)	0.1	0.1600 N H ₂ SO ₄ (14388-01)	250
		1.0	1.600 N H ₂ SO ₄ (14389-01)	250
Canxi*: mg/L CaCO ₃	10,000 mg/L CaCO ₃ (2187-10)	0.1	0.800 M EDTA (14364-01)	100
		1.0		100
	10,000 mg/L CaCO ₃ (2187-10)	0.2	1428 M EDTA (14960-01)	112
		1.0	714 M EDTA (14959-01)	112
Carbon đioxit	10,000 mg/L CO ₂ (14275-10)	0.2	3636 N NaOH (14378-01)	100
		2.0	636 N NaOH (14380-01)	

Clo	12,500 mg/L Cl (14250-10)	0.1	0.2256 N Hg(NO ₃) ₂ (14393-01)	125
		0.1	0.2256 N AgNO ₃ (14396-01)	125
		1.0	1.128 N AgNO ₃ (14397-01)	250
		1.0	2.256 N Hg(NO ₃) ₂ (921-01)	125

Bảng 1: Các dung dịch chuẩn chuẩn độ (tiếp theo)

Phương pháp (Thông số)	Mô tả dung dịch chuẩn (Mã hàng)	Thể tích dung dịch chuẩn (mL)	Ống chuẩn độ (Mã hàng)	Con số dự đoán
Clo	~50 mg/L Cl ₂ (14268-20) (xem trong giấy chứng nhận)	2.0	0.02256 N Na ₂ S ₂ O ₃ (24091-01)	Đa dạng**
	~25 mg/L Cl ₂ (26300-20)	0.5	0.00564 N FEAS (22923- 01)	Đa dạng***
Crom	1000 mg/L Cr (2231 mg/L CrO ₄) (14664-42)	1.0	0.2068 N Na ₂ S ₂ O ₃ (22676-01)	223
Độ cứng: mg/L CaCO ₃	10,000 mg/L CaCO ₃ (2187-10)	0.1	0.0800 M EDTA (14364- 01)	100
G.d.h.	10,000 mg/L CaCO ₃ (2187-10)	0.1	0.0800 M CDTA (14402- 01)	100
		1.0	0.800 M EDTA (14399-01)	100
		1.0	0.800 M CDTA (14403-01)	100
		0.2	0.1428 M EDTA (14960- 01)	112
		1.0	0.714 M EDTA (14959-01)	112
Fe	50 mg/L Fe (14254-10) 1000 mg/L Fe (2271- 42)	10.0	0.0716 M TitraVer (20817-01)	200
		10.0	0.716 M TitraVer (20818-01)	100
Oxy hòa tan****	mg/L as DO (401-11)	100	0.2000 N Na ₂ S ₂ O ₃ (22675-01)	500
		200	2.00 N Na ₂ S ₂ O ₃ (14401-01)	100
Sunfit	5000 mg/L SO ₃ (22674-10)	1.0	998 N KIO ₃ -KI (14961-01)	250

* 1 đến 2 giọt dung dịch Magie tiêu chuẩn (10g/L như CaCO₃) phải được thêm vào để có được điểm cuối rõ nét. Những giọt được thêm vào này sẽ không làm thay đổi kết quả.

** Giá trị mong đợi bằng với thể tích dung dịch chuẩn nhân với nồng độ trong chứng nhận (ví dụ: 2mL x 50mg/L = 100 giá trị).

*** Con số dự đoán bằng với thể tích dung dịch chuẩn nhân với nồng độ trong chứng nhận nhân với hằng số 4 (ví dụ: 0.5mL x 50mg/L x 4 = 100 giá trị).

**** Thêm 1 Sulfamic Acid Powder Pillow vào dung dịch chuẩn và làm theo các bước 10 đến 12 trong phương pháp Oxy hòa tan. Không cần thiết thêm 2 chai thuốc thử đầu tiên.

1.4 Lắp buret vào Digital titrator

Lắp buret vào Digital titrator của phương pháp chuẩn độ tiêu chuẩn bất kỳ bằng cách thực hiện theo các bước sau:

1. Xác định gần đúng con số sử dụng. Digital Titrator phân phối 1mL/800 con số trên bộ đếm. Sử dụng công thức sau, xác định số lượng con số cần thiết cho phương pháp buret của bạn:

$$\text{Số đơn vị cần thiết} = \frac{N_t \times mL_t \times 800}{N_c}$$

Trong đó:

- N_t = nồng độ đương lượng dung dịch chuẩn buret thông thường
 mL_t = số mL dung dịch chuẩn buret yêu cầu cho 1 lần chuẩn độ trung bình
 N_c = nồng độ đương lượng ống chuẩn độ

2. Nếu con số sử dụng nằm trong khoảng 70 đến 350, bạn có thể sử dụng phương pháp như đã viết, thay thế Digital Titrator trực tiếp cho buret. Hoặc nếu số con số nằm ngoài khoảng này thì làm theo sự thay đổi sau:

a. Nếu số con số cần thiết lớn hơn 350 thì giảm kích cỡ mẫu để tiết kiệm dung dịch chuẩn.

b. Nếu số con số cần thiết nhỏ hơn 70 thì tăng kích cỡ mẫu để tăng tính chính xác.

c. Nếu kích cỡ mẫu bị thay đổi thì điều chỉnh lượng đệm hay chất chỉ thị với cùng tỉ lệ.

3. Khi sử dụng Digital Titrator cho phương pháp buret của bạn, chú ý số lượng con số cần thiết cho 1 phép chuẩn độ mẫu. Để biến đổi số con số cần thiết thành 1 lượng mL tương đương nếu phương pháp buret được sử dụng, tính toán theo công thức sau:

$$\text{Số mL buret đương lượng} = \text{Số đơn vị cần thiết} \times \frac{N_c}{800 \times N_t}$$

Nếu kích cỡ mẫu bị thay đổi, thay đổi số mL buret đương lượng 1 cách phù hợp. Nếu kích cỡ mẫu bị tăng, giảm số mL buret đương lượng; nếu kích cỡ mẫu bị giảm, tăng số mL buret đương lượng. Nhân số mL buret đương lượng với hằng số đã dùng bất kỳ để tính toán nồng độ bằng oz/gal, g/L, v.v...

Ví dụ: Lắp buret (theo yêu cầu thông thường khoảng 20mL chất chuẩn 0.4N) vào Digital Titrator. Dùng thử ống chuẩn độ 8.0N. Theo công thức đầu tiên đưa ra ở trên ta có:

$$\text{Số đơn vị cần thiết} = \frac{0.4 \times 20 \times 800}{8.0} = 800 \text{ đơn vị}$$

Vì điều này sẽ sử dụng thừa dung dịch chuẩn nên phải giảm kích cỡ mẫu bằng $\frac{1}{4}$ kích cỡ thông thường để giảm số con số cần thiết còn 200, như vậy sẽ nằm trong khoảng đã nêu ở trên.

Khi hoàn tất việc chuẩn độ sử dụng kích cỡ mẫu nhỏ hơn, tính toán số mL buret đương lượng bằng công thức thứ 2 ở trên. Nếu số con số cần thiết là 205 thì:

$$\text{Số mL buret đương lượng} = 205 \times \frac{8.0}{800 \times 0.4} = 5.13 \text{ mL}$$

Nhân 5.13mL với 4 để tính toán việc giảm kích cỡ mẫu nhằm đưa ra số mL buret đương lượng thực là 20.5mL. Nếu phương pháp buret yêu cầu nhân số mL dung dịch chuẩn với 1 hằng số để tính toán nồng độ của 1 thành phần trong mẫu, thì sau đó nhân 20.5 với hằng số đó.

1.5 Sử dụng các gói bột PermaChem®

1. **Đập nhẹ** PermaChem vào một bề mặt cứng để gom bột thuốc thử xuống đáy.



2. **Xé ngang** qua dòng có dấu chấm cách được đánh dấu chữ “TEAR”, giữ gói cách xa mặt.



3. Dùng hai tay, **đẩy** cả 2 bên về phía nhau cho đến khi các ngón tay cái và ngón tay trỏ tạo thành một hình thoi. Chắc chắn rằng tạo thành 1 **nếp gấp** từ gói giấy kim loại để tạo thành miệng rót.



4. **Đổ** lượng chứa trong gói vào mẫu. Lớp vỏ polyfilm được thiết kế đặc biệt chuyển toàn bộ lượng bột cần thiết cho kết quả chính xác (do đó không cần thiết gõ vào mép vỏ bao).



1.6 Độ an toàn

An toàn là trách nhiệm của mỗi cá nhân khi thực hiện quá trình phân tích, người phân tích phải phát triển và duy trì các thói quen an toàn tốt. Bởi vì nhiều bước thực hiện phân tích trong cuốn sách hướng dẫn các phương pháp này sử dụng các hóa chất và thiết bị nguy hiểm tiềm tàng, rất quan trọng để các nhà phân tích luyện tập các biện pháp kỹ thuật tốt trong phòng thí nghiệm nhằm giảm thiểu các sự cố. Phần sau trình bày về một số kỹ thuật chung có thể áp dụng để phân tích nước trong phòng thí nghiệm và tại hiện trường. Dĩ nhiên, các kỹ thuật này không bao hàm tất cả hoặc không áp dụng với các phương pháp được cung cấp trong tài liệu hướng dẫn này. Các kỹ thuật khá chung chung trong thực tế nhưng nhấn mạnh việc luyện tập, đó mới chính là những nhân tố quan trọng giúp tránh các sự cố gây tổn thương cho bản thân.

- Đọc các nhãn bên ngoài một cách cẩn thận. Không bao giờ bóc nhãn khỏi chai thuốc thử. Khi chuẩn bị thuốc thử hoặc dung dịch chuẩn, phải chắc chắn rằng nhãn chai rõ ràng và hạn sử dụng của nó.
- Phải có Phiếu an toàn hóa chất (MSDS) cho mỗi chai thuốc thử. Tờ này chứa các thông tin hữu ích trong việc hỗ trợ ban đầu, phương pháp thải bỏ và phương pháp tiêu hủy, các biện pháp phòng ngừa và nên đọc trước khi sử dụng sản phẩm.
- Nhãn cảnh báo cũng phải có mặt trong một số thiết bị được sử dụng trong quá trình thí nghiệm.
- Mặc đồ bảo hộ khi cầm các chai hóa chất vì chúng có thể gây kích ứng hoặc cháy.
- Bảo vệ mắt trong các trường hợp là rất quan trọng để tránh sự vung vãi và bắn tóe từ các sự cố làm đổ hóa chất khi mà các vật liệu có tính ăn mòn được sử dụng.
- Sử dụng kẹp hoặc các đồ bảo vệ ngón tay khi di chuyển các thiết bị nóng.
- Sử dụng các pipet kỹ thật: Miệng pipet có thể bị ăn mòn bởi các hóa chất nguy hại, tạo thói quen sử dụng bộ lọc pipet kỹ thuật cho tất cả quá trình nhỏ giọt. Điều này có thể tránh được các lỗi gây ra các thiệt hại nghiêm trọng.
- Đặc biệt thận trọng với các thiết bị và hóa chất nguy hại.
- Tuân theo các bước của quá trình thí nghiệm một cách cẩn thận và chú ý tất cả các biện pháp phòng ngừa. Đọc toàn bộ phương pháp một cách cẩn thận là một thói quen tốt trước khi bắt đầu phương pháp. Sử dụng các thiết bị an toàn như các bộ lọc pipet, đồ bảo hộ, hệ thống thông gió, phù hợp cho thí nghiệm được thực hiện. Lau sạch nếu có chảy tràn ngay lập tức. Không hút thuốc hoặc ăn trong khu vực nơi mà các hóa chất độc hại hay gây kích ứng được sử dụng. Sử dụng thuốc thử và thiết bị chỉ khi chúng được dành để sử dụng và chỉ khi được hướng dẫn trong quá trình thí nghiệm. Không sử dụng các thiết bị bị lỗi hoặc đã hỏng.

CÁC PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ

AXIT – BAZƠ (10 đến 4000 mg/L hay meq/L)

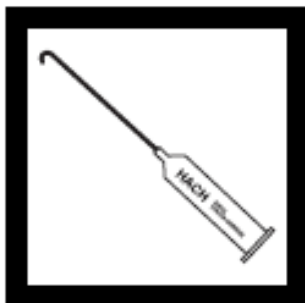
Phương pháp 8200

Xác định axit



1. Chọn thể tích mẫu tương ứng với nồng độ acid dự đoán bằng mili đương lượng (meq/L) hoặc nồng độ đương lượng (N) tra từ bảng 1.

Lưu ý: Xem cách lấy mẫu và lưu trữ mẫu theo các bước này.



2. Gắn một ống dẫn sạch vào ống chuẩn độ Natri hydroxit tương ứng. Gắn cố định ống vào thân titrator. Xem phần mô tả chung từng bước, để có hướng dẫn lắp ráp.



3. Làm đầy ống dẫn bằng cách xoay nút phân phối để đẩy một vài giọt dung dịch chuẩn ra ngoài. Xác lập lại Thiết bị đo về 0 và lau sạch phần đầu.

Lưu ý: Để tiện lợi hơn nên sử dụng TitraStir® Stir Plate. Xem phần mô tả chung, bước 3 trong từng bước.



4. Sử dụng ống đong có chia vạch hoặc pipet để đo thể tích mẫu từ bảng 1. Chuyển mẫu vào một erlen 250mL sạch. Pha loãng đến vạch 100mL bằng nước khử ion nếu cần.



5. Thêm vào một gói bột chỉ thị Phenolphthalein và lắc đều. Dung dịch sẽ không có màu.

Lưu ý: 4 giọt dung dịch chỉ thị Phenolphthalein có thể thay thế cho một gói bột chỉ thị



6. Đặt đầu ống dẫn vào trong dung dịch và lắc bình trong lúc chuẩn độ với NaOH cho đến khi có màu hồng nhạt xuất hiện và tiếp tục khoảng 30 giây. Ghi lại số con số cần thiết.



7. Tính toán: Số con số cần thiết x hệ số = meq/L của axit

Lưu ý: Để xác định nồng độ đương lượng của mẫu, chia meq/L cho 1000.

Bảng 1

Khoảng xác định meq/L	Khoảng xác định N	Thể tích mẫu (mL)	Ống chuẩn độ	Mã hàng	Hệ số nhân
1-4	0.001-0.004	100	1.6 N NaOH 1.6 N H ₂ SO ₄	14379-01 14389-01	0.02
4-10	0.004-0.01	50	1.6 N NaOH 1.6 N H ₂ SO ₄	14379-01 14389-01	0.04
10-40	0.01-0.04	100	8 N NaOH 8 N H ₂ SO ₄ 8 N HCl	14381-01 14391-01 14390-01	0.1
20-80	0.02-0.08	50	8 N NaOH 8 N H ₂ SO ₄ 8 N HCl	14381-01 14391-01 14390-01	0.2
50-200	0.05-0.2	20	8 N NaOH 8 N H ₂ SO ₄ 8 N HCl	14381-01 14391-01 14390-01	0.5
100-400	0.1-0.4	10	8 N NaOH 8 N H ₂ SO ₄ 8 N HCl	14381-01 14391-01 14390-01	1.0
200-800	0.2-0.8	5	8 N NaOH 8 N H ₂ SO ₄ 8 N HCl	14381-01 14391-01 14390-01	2.0
500-2000	0.5-2	2	8 N NaOH 8 N H ₂ SO ₄ 8 N HCl	14381-01 14391-01 14390-01	5.0
1000-4000	1-4	1	8 N NaOH 8 N H ₂ SO ₄ 8 N HCl	14381-01 14391-01 14390-01	10.0

Xác định bazơ



1. Chọn thể tích mẫu tương ứng với nồng độ bazơ mong muốn bằng mili đương lượng (meq/L) hoặc nồng độ đương lượng (N) từ bảng 1.



2. Gắn ống dẫn sạch vào ống chuẩn độ axit H_2SO_4 hoặc axit HCl tương ứng. Gắn cố định ống vào thân Thiết bị chuẩn độ. Xem phần mô tả chung, từng bước, để hướng dẫn lắp ráp, nếu cần thiết.



3. Làm đầy ống dẫn bằng cách xoay nút phân phối để đẩy một vài giọt dung dịch chuẩn ra ngoài. Xác lập lại Thiết bị đo về 0 và lau sạch phần đầu.

Lưu ý: Để tiện lợi hơn nên sử dụng TitraStir® Stir Plate. Xem phần mô tả chung, bước 3 trong từng bước.



4. Sử dụng ống đong có chia vạch hoặc pipet để đo thể tích mẫu từ bảng 1. Chuyển mẫu vào một erlen 250mL sạch. Pha loãng đến vạch 100mL bằng nước đã khử ion nếu cần.



5. Thêm vào một gói bột chỉ thị Phenolphthalein và lắc đều. Dung dịch sẽ có màu hồng.

Lưu ý: 4 giọt dung dịch chỉ thị Phenolphthalein có thể thay thế cho một gói bột chỉ thị Phenolphthalein.



6. Chuẩn độ bằng axit H_2SO_4 hoặc axit HCl 8.00 N cho đến khi dung dịch mất màu. Ghi lại số con số cần thiết.



7. Tính toán: Số con số cần thiết x hệ số = meq/L của bazơ

Lưu ý: Để xác định nồng độ đương lượng của mẫu, chia meq/L cho 1000.

Lấy mẫu và lưu trữ mẫu

Thu thập mẫu trong các chai nhựa hoặc chai thủy tinh sạch. Đổ đầy hoàn toàn và đậy nắp chặt. Tối thiểu hóa sự xáo trộn hay tiếp xúc lâu dài với không khí. Mẫu có thể được bảo quản ít nhất 24 giờ bằng cách làm lạnh ở nhiệt độ 4°C (39°F) hoặc thấp hơn nếu chúng không được phân tích ngay. Làm ấm đến nhiệt độ phòng trước khi phân tích.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Sử dụng pipet Class A 20.00mL sạch, chuyển 20mL chất chuẩn NaOH 0.100 N (để xác định bazơ) hoặc 20mL chất chuẩn axit H₂SO₄ 0.100 N (để xác định axit) vào erlen 250mL sạch. Pha loãng đến khoảng 100mL bằng nước khử ion.

Tuân theo phương pháp xác định bazơ sử dụng ống chuẩn độ H₂SO₄ hoặc HCl 8.00 N hoặc xác định axit sử dụng ống chuẩn độ NaOH. Khoảng 200 con số dung dịch chuẩn được cần thiết.

Các yếu tố gây nhiễu

Các mẫu bị đục hay có màu sẫm có thể che mất sự thay đổi màu tại điểm cuối. Sử dụng máy đo pH cho những mẫu này.

Tóm tắt phương pháp

Lượng mẫu được xử lý bằng chất chỉ thị màu sau đó chuẩn độ với một axit hoặc bazơ mạnh. Tổng lượng dung dịch chuẩn đã dùng lấy theo tỉ lệ mili đương lượng của axit hoặc bazơ trong mẫu. Phép chuẩn độ này cũng có thể được thực hiện bằng cách sử dụng máy đo pH thay thế cho chất chỉ thị màu. Trong trường hợp này, chuẩn độ đến pH bằng 7 hoặc đến pH theo yêu cầu.

Các thuốc thử cần thiết (khác nhau với đặc tính của mẫu)

Mô tả	Mã hàng	
Nhóm các thuốc thử xác định axit (khoảng 100 thí nghiệm)		
1-10 meq/L gồm: (1) 942-99, (1) 14379-01	24459-00	
10-4,000 meq/L gồm: (1) 942-99, (1) 14381-01	24460-00	
Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Hydrochloric Acid Titration Cartridge, 8.00 N	mỗi cái	14390-01
Phenolphthalein Indicator Powder Pillows	100/pkg	942-99
Sodium Hydroxide Titration Cartridge, 1.600 N	mỗi cái	14379-01
Sodium Hydroxide Titration Cartridge, 8.00 N	mỗi cái	14381-01
Sulfuric Acid Titration Cartridge, 1.600 N	mỗi cái	14389-01
Sulfuric Acid Titration Cartridge, 8.00 N	mỗi cái	14391-01
Water, deionized	4 L	272-56

Các dụng cụ cần thiết

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Digital Titrator	mỗi cái	16900-01
Flask, Erlenmeyer, 250-mL	mỗi cái	505-46
Chọn 1 hoặc nhiều hơn dựa trên nồng độ mẫu:		
Cylinder, graduated, 5-mL	mỗi cái	508-37
Cylinder, graduated, 10-mL	mỗi cái	508-38
Cylinder, graduated, 25-mL	mỗi cái	508-40
Cylinder, graduated, 50-mL	mỗi cái	508-41
Cylinder, graduated, 100-mL	mỗi cái	508-42

Các thuốc thử tùy chọn

Phenolphthalein Indicator Solution, 5 g/L	100 mL *	162-32
Sodium Hydroxide Standard Solution, 0.100 N	1000 mL	191-53
Sulfuric Acid Standard Solution, 0.100 N	1000 mL *	202-53

Các dụng cụ tùy chọn

Bottle, wash, poly, 500-mL	mỗi cái	620-11
Clamp, 2-prong, extension, 38-mm	mỗi cái	21145-00
Clamp Holder	mỗi cái	326-00
Demineralizer Assembly, 473-mL	mỗi cái	21846-00
Delivery Tubes, with 180° hook	5/pkg	17205-00
Delivery Tubes, 90° with hook for TitraStir® Stir Plate	5/pkg	41578-00
Pipet, volumetric, Class A, 1-mL	mỗi cái	14515-35
Pipet, volumetric, Class A, 2-mL	mỗi cái	14515-36
Pipet, volumetric, Class A, 5-mL	mỗi cái	14515-37
Pipet, volumetric, Class A, 10-mL	mỗi cái	14515-38
Pipet, volumetric, Class A, 20-mL	mỗi cái	14515-20
Pipet, volumetric, Class A, 50-mL	mỗi cái	14515-41

* Liên hệ Hach khi cần thể tích lớn hơn

Pipet, volumetric, Class A, 100-mL	mỗi cái	14515-42
Support Ring Stand	mỗi cái	563-00
TitraStir® Stir Plate, 115 Vac	mỗi cái	19400-00

ĐỘ AXIT

Phương pháp Metyl cam và Phenolphthalein (tổng) (10 đến 4000mg/L CaCO₃)

Phương pháp 8201 và 8202

Phương pháp Metyl cam (8201)



1. Chọn thể tích mẫu và ống chuẩn độ NaOH tương ứng với nồng độ axit mong muốn tính bằng mg/L CaCO₃ từ bảng 1.

Lưu ý: Xem lấy mẫu và lưu trữ mẫu theo các bước này.

2. Gắn ống dẫn sạch vào ống chuẩn độ axit H₂SO₄ hoặc axit HCl tương ứng. Gắn cố định ống vào thân Thiết bị chuẩn độ. Xem phần mô tả chung, từng bước, để hướng dẫn lắp ráp, nếu cần thiết.

3. Xoay nút phân phối để đẩy một vài giọt dung dịch chuẩn ra ngoài. Xác lập lại Thiết bị đo về 0 và lau sạch phần đầu.

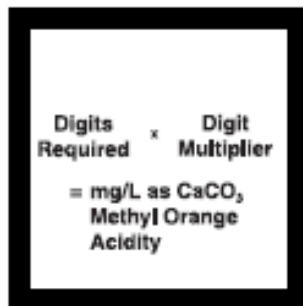
Lưu ý: Để tiện lợi hơn nên sử dụng TitraStir® Stir Plate. Xem phần mô tả chung, bước 3 trong từng bước.

4. Sử dụng ống đong có chia vạch hoặc pipet để đo thể tích mẫu từ bảng 1. Chuyển mẫu vào một erlen 250mL sạch. Pha loãng đến vạch 100mL bằng nước đã khử ion hóa nếu cần.

Lưu ý: Tối thiểu hóa sự xáo trộn vì các khí hòa tan có trong mẫu như CO₂, H₂S và NH₃ có thể mất đi khiến kết quả không chính xác.

Bảng 1

Khoảng xác định (mg/L CaCO ₃)	Thể tích mẫu (mL)	Ống chuẩn độ (NaOH)	Mã hàng	Hệ số
10-40	100	0.1600	14377-01	0.1
40-160	25	0.1600	14377-01	0.4
100-400	100	1.600	14379-01	1.0
200-800	50	1.600	14379-01	2.0
500-2000	20	1.600	14379-01	5.0
1000-4000	10	1.600	14379-01	10.0



5. Thêm 1 gói bột chỉ thị Bromphenol Xanh và lắc đều.

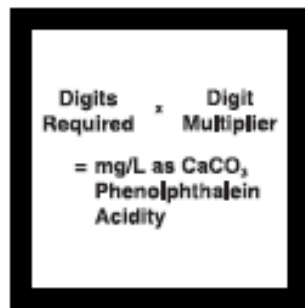
Lưu ý: 6 giọt dung dịch chỉ thị Bromphenol Xanh có thể được thay thế trong bước này.

6. Đặt đầu ống dẫn vào trong dung dịch và lắc bình trong lúc chuẩn độ với NaOH cho đến khi màu vàng chuyển thành màu xanh tím (pH 3.7). Ghi lại số con số cần thiết.

Lưu ý: 1 dung dịch cần 1 gói bột đệm pH 3.7 và 1 gói bột chỉ thị Bromphenol Xanh trong 50mL nước khử ion theo khuyến cáo để xác định chính xác màu của điểm kết thúc.

7. Tính toán: Số con số cần thiết x hệ số = mg/L CaCO₃ (phương pháp Metyl cam)

Phương pháp Phenolphthalein Tổng (8202)



1. Xác định phần thứ 2 của mẫu đã chọn từ bước 1 trang 22 cho vào erlen 250mL sạch. Pha loãng đến vạch 100mL với nước khử ion nếu cần thiết.

2. Thêm 1 gói bột chỉ thị Phenolphthalein và lắc đều.

Lưu ý: 4 giọt dung dịch chỉ thị Phenolphthalein có thể thay thế cho 1 gói bột chỉ thị Phenolphthalein.

3. Chuẩn độ với NaOH đến khi dung dịch chuyển từ không màu sang màu hồng nhạt và tiếp tục khoảng 30 giây. Ghi lại số con số cần thiết.

Lưu ý: 1 dung dịch cần 1 gói bột đệm pH 8.3 và 1 gói bột chỉ thị

4. Tính toán: Số con số cần thiết x hệ số = mg/L CaCO₃ (phương pháp Phenolphthalein)

*Phenolphthalein trong
50mL nước khử ion theo
khuyến cáo để xác định
chính xác màu của điểm
kết thúc.*

Lấy mẫu và lưu trữ mẫu

Thu thập mẫu trong các chai nhựa hoặc chai thủy tinh sạch. Đổ đầy hoàn toàn và đậy nắp chặt. Tối thiểu hóa sự xáo trộn hay tiếp xúc lâu dài với không khí. Mẫu có thể được bảo quản ít nhất 24 giờ bằng cách làm lạnh ở nhiệt độ 4°C (39°F) hoặc thấp hơn nếu chúng không được phân tích ngay. Làm ấm đến nhiệt độ phòng trước khi phân tích.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp thêm chuẩn

Việc kiểm tra độ chính xác này được thực hiện khi nghi ngờ có các yếu tố gây nhiễu hoặc kiểm tra lại kỹ thuật phân tích.

1. Bể gây đầu ống của Acidity Voluette® Ampule Standard 0.500 N.
2. Sử dụng pipet TenSette® để lấy 0.1mL chất chuẩn vào mẫu đã chuẩn độ ở bước 6 của phương pháp Metyl cam hay bước 3 của phương pháp Phenolphthalein tiếp tục chuẩn độ lại đến điểm cuối tương tự. Ghi lại số con số cần thiết.
3. Lặp lại thao tác và thêm 2 lần 0.1mL. Chuẩn độ đến điểm kết thúc sau mỗi lần thêm.
4. Mỗi 0.1mL thêm vào dung dịch chuẩn đòi hỏi 25 con số tăng thêm của dung dịch chuẩn 1.600 N hay 250 con số của dung dịch chuẩn 0.1600 N. Nếu sự gia tăng đồng nhất này không xảy ra, tham chiếu phụ lục A: Kiểm tra độ chính xác và thêm chuẩn.

Các yếu tố gây nhiễu

- Các mẫu bị đục hay có màu sẫm có thể che mất sự thay đổi màu tại điểm cuối. Sử dụng máy đo pH cho các mẫu này.
- Clo có thể làm nhiễu các chất chỉ thị. Thêm 1 giọt Natri thiosunfat để loại bỏ ảnh hưởng này.
- Để xác định tính axit bằng phương pháp Phenolphthalein của các mẫu có chứa các chất khử có khả năng thủy phân như sắt, mangan, hoặc nhôm, sử dụng phương pháp sau:
 - a. Hiệu chỉnh mẫu ở bước 1 của phương pháp Phenolphthalein đến pH bằng 4 hoặc nhỏ hơn (nếu cần) bằng cách sử dụng Digital Titrator với 1 ống chuẩn độ axit có nồng độ đương lượng giống với ống chuẩn độ NaOH đã dùng, ghi lại số con số đã thêm vào để làm giảm pH.
 - b. Thêm 5 giọt dung dịch Hydro peroxit và đun sôi dung dịch 2 – 5 phút.
 - c. Làm lạnh đến nhiệt độ phòng. Chuẩn độ theo phương pháp Phenolphthalein ở bước 2 và 3. Lấy số con số axit thêm vào để làm giảm pH trừ cho số con số cần thiết ở bước 3 của phương pháp Phenolphthalein. Tiếp tục với bước 4.

Tóm tắt phương pháp

Chỉ thị Bromphenol Xanh (pH 3.7) hay Phenolphthalein (pH 3.8) được sử dụng để chuẩn độ mẫu với NaOH đến điểm cuối bằng phép đo màu. Chỉ thị Bromphenol Xanh cho ra điểm cuối tốt hơn Metyl cam. Chuẩn độ đến pH

3.7 để xác định tính axit của các axit vô cơ mạnh (cũng có thể dùng phương pháp Metyl cam). Trong khi điểm cuối xác định bằng phương pháp Phenolphthalein pH 8.3 bao gồm các loại axit yếu hơn, và là kết quả của độ axit tổng số. Các kết quả biểu diễn bằng mg/L CaCO_3 ở 1 pH cụ thể.

Các thuốc thử cần thiết (đa dạng với các đặc tính của mẫu)

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Nhóm các thuốc thử xác định tính axit (khoảng 100 thí nghiệm)		22728-00
Bao gồm: (1) 942-99, (1) 14377-01, (1) 14379-01, (1) 14550-99		
Bromphenol Blue Powder Pillows	100/pkg	14550-99
Phenolphthalein Powder Pillows	100/pkg	942-99
Sodium Hydroxide Titration Cartridge, 0.1600 N	mỗi cái	14377-01
Sodium Hydroxide Titration Cartridge, 1.600	mỗi cái	14379-01
Water, deionized	4 L	272-56

Các dụng cụ cần thiết

Digital Titrator	mỗi cái	16900-01
Flask, Erlenmeyer, 250-mL	mỗi cái	505-46
Select one or more based on sample concentration:		
Cylinder, graduated, 10-mL	mỗi cái	508-38
Cylinder, graduated 25-mL	mỗi cái	508-40
Cylinder, graduated 50-mL	mỗi cái	508-41
Cylinder, graduated, 100-mL	mỗi cái	508-42

Các thuốc thử tùy chọn

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Acidity Standard Solution, Voluette® Ampules,		
0.500 N H_2SO_4 , 10 mL	16/pkg	14330-10
Bromphenol Blue Indicator Solution	100 mL MDB	14552-32
Buffer Powder Pillows, pH 3.7	25/pkg	14551-68
Buffer Powder Pillows, pH 8.3	25/pkg	898-68
Hydrogen Peroxide Solution, 30%	200 mL MDB	144-45
Phenolphthalein Indicator Solution, 5 g/L	100 mL MDB*	162-32
Sodium Thiosulfate Standard Solution, 0.1 N	100 mL MDB*	323-32

Các dụng cụ tùy chọn

Bottle, wash, poly, 500-mL	mỗi cái	620-11
Clamp, 2-prong extension, 38-mm	mỗi cái	21145-00
Clamp Holder	mỗi cái	326-00
Demineralizer Assembly, 473-mL	mỗi cái	21846-00
Delivery Tubes, with 180° hook	5/pkg	17205-00
Delivery Tubes, 90° with hook for TitraStir® Stir Plate	5/pkg	41578-00
Hot Plate, 3½-inch circular, 115 V	mỗi cái	12067-01
Hot Plate, variable control, 4-inch circular, 230 V	mỗi cái	12067-02
Pipet, TenSette®, 0.1 to 1.0 mL	mỗi cái	19700-01
Pipet Tips for 19700-01 TenSette® Pipet	50/pkg	21856-96
Pipet, volumetric, Class A, 10-mL	mỗi cái	14515-38
Pipet, volumetric, Class A, 20-mL	mỗi cái	14515-20
Pipet, volumetric, Class A, 25-mL	mỗi cái	14515-40
Pipet, volumetric, Class A, 50-mL	mỗi cái	14515-41
Pipet, volumetric, Class A, 100-mL	mỗi cái	14515-42
Pipet Filler, safety bulb	mỗi cái	14651-00
sension™1 Basic Portable pH Meter with electrode	mỗi cái	51700-10
Support Ring Stand	mỗi cái	563-00
TitraStir® Stir Plate, 115 Vac	mỗi cái	19400-00
TitraStir® Stir Plate, 230 Vac	mỗi cái	19400-10
Voluette® Ampule Breaker Kit	mỗi cái	21968-0

ĐỘ KIỀM (10 đến 4000 mg/L CaCO₃)

Phương pháp Phenolphthalein và phương pháp tổng Phương pháp 8203



1. Chọn thể tích mẫu và ống chuẩn độ axit sunfuric tương ứng với nồng độ độ kiềm mong muốn tính bằng mg/L CaCO₃ từ bảng 1.

Lưu ý: Xem cách lấy mẫu và lưu trữ mẫu theo các bước này.

2. Gắn 1 ống dẫn sạch vào ống chuẩn độ axit H₂SO₄ hoặc axit HCl tương ứng. Gắn cổ định ống vào thân Thiết bị chuẩn độ, xem phần mô tả chung, từng bước, để hướng dẫn lắp ráp, nếu cần thiết.

3. Xoay nút phân phối để đẩy một vài giọt dung dịch chuẩn ra ngoài. Xác lập lại Thiết bị đo về 0 và lau sạch phần đầu.

Lưu ý: Để tiện lợi hơn nên sử dụng TitraStir® Stir Plate. Xem phần mô tả chung, bước 3 trong từng bước.

4. Sử dụng ống đong có chia vạch hoặc pipet để đo thể tích mẫu từ bảng 1. Chuyển mẫu vào một erlen 250mL sạch. Pha loãng đến vạch 100mL bằng nước đã khử ion hóa nếu cần.

Lưu ý: Tối thiểu hóa sự xáo trộn vì các khí hòa tan có trong mẫu như CO₂, H₂S và NH₃ có thể mất đi khiến kết quả không chính xác.

Bảng 1

Khoảng xác định đo (mg/L CaCO ₃)	Thể tích mẫu (mL)	Ống chuẩn độ (H ₂ SO ₄)	Mã hàng	Hệ số nhân
10-40	100	0.1600	14388-01	0.1
40-160	25	0.1600	14388-01	0.4
100-400	100	1.600	14389-01	1.0
200-800	50	1.600	14389-01	2.0
500-2000	20	1.600	14389-01	5.0
1000-4000	10	1.600	14389-01	10.0



5. Thêm 1 gói bột chỉ thị Phenolphthalein và lắc đều.

Lưu ý: 1 dung dịch cần 1 gói bột đệm pH 8.3 và 1 gói bột chỉ thị Phenolphthalein trong 50mL khử ion hóa theo khuyến cáo để xác định màu của điểm cuối 1 cách chính xác.

Lưu ý: 4 giọt dung dịch chỉ thị Phenolphthalein có thể thay thế cho 1 gói bột chỉ thị Phenolphthalein.



6. Nếu dung dịch chuyển sang màu hồng, chuẩn độ đến điểm cuối không màu. Đặt đầu ống dẫn vào trong dung dịch và lắc bình trong lúc chuẩn độ với axit sunfuric cho đến khi màu vàng chuyển thành màu xanh tím (pH 3.7). Ghi lại số con số cần thiết.

Lưu ý: Nếu dung dịch bị mất màu trước khi chuẩn độ với axit sunfuric thì độ kiềm Phenolphthalein bằng 0, tiếp tục với bước 8.



7. Tính toán: Số con số cần thiết x hệ số = mg/L CaCO_3 độ kiềm Phenolphthalein



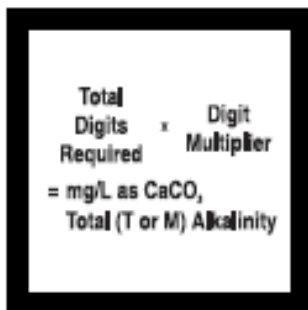
8. Thêm 1 gói bột chỉ thị Metyl đỏ - Bromcresol xanh vào trong bình và lắc đều.

Lưu ý: 4 giọt dung dịch chỉ thị Metyl tím có thể thay thế cho 1 gói bột chỉ thị Metyl đỏ - Bromcresol xanh. Chuẩn độ từ màu xanh đến điểm cuối màu xám (pH 5.1).

Lưu ý: 4 giọt dung dịch chỉ thị Metyl đỏ - Bromcresol xanh có thể thay thế cho 1 gói bột chỉ thị Metyl đỏ - Bromcresol xanh.



9. Tiếp tục chuẩn độ với axit sunfuric đến màu xanh xám hơi lục (pH 5.1), màu tím xám nhạt (pH 4.8), hoặc màu hồng hồng nhạt (pH 4.5), như yêu cầu bởi các thành phần của mẫu, xem bảng



10. Tính toán: Tổng Số con số cần thiết x hệ số = mg/L CaCO_3 độ kiềm (T hoặc M) tổng.

Lưu ý: Cacbonat, Bicacbonat và Hydroxit có thể được biểu diễn riêng

2. Ghi lại số con số cần thiết. *lễ sử dụng các mối liên quan đã được đưa ra ở bảng 3.*

Lưu ý: 1 dung dịch cần 1 gói bột chỉ thị Metyl đỏ - Bromcresol xanh và 1 gói bột đệm pH tương ứng trong 50 mL nước khử ion theo khuyến cáo để phân đoán chính xác màu của điểm cuối. nếu điểm cuối pH 3.7 được sử dụng, dùng 1 gói bột chỉ thị Bromphenol xanh thay thế cho 1 gói bột chỉ thị Metyl đỏ - Bromcresol xanh và chuẩn độ đến điểm cuối màu lục.

Lưu ý: meq/L Độ kiềm = mg/L CaCO₃ ÷ 50.

Bảng 2

Thành phần mẫu	Điểm cuối
Độ kiềm khoảng 30 mg/L	pH 4.9
Độ kiềm khoảng 150 mg/L	pH 4.6
Độ kiềm khoảng 500 mg/L	pH 4.3
Silicat hoặc Photphat hiện diện	pH 4.5
Chất thải công nghiệp hay khu liên hợp	pH 4.5

Lấy mẫu và lưu trữ mẫu

Thu thập mẫu trong các chai nhựa hoặc chai thủy tinh sạch. Đổ đầy hoàn toàn và đậy nắp chặt. Tối thiểu hóa sự xáo trộn hay tiếp xúc lâu dài với không khí. Mẫu có thể được bảo quản ít nhất 24 giờ bằng cách làm lạnh ở nhiệt độ 4°C (39°F) hoặc thấp hơn nếu chúng không được phân tích ngay. Làm ấm đến nhiệt độ phòng trước khi phân tích.

Bảng mối tương quan độ kiềm

Độ kiềm tổng cơ bản bao gồm độ kiềm hyrdoxit, cacbonat và bicacbonat. Nồng độ của các độ kiềm này trong mẫu có thể được xác định khi biết được độ kiềm Phenolphthalein và độ kiềm tổng (xem bảng 3).

Bảng 3: Mối tương quan độ kiềm

Dòng	Kết quả chuẩn độ	Độ kiềm Hydroxit bằng:	Độ kiềm Cacbonat bằng:	Độ kiềm Bicarbonate bằng:
1	Độ kiềm Phenolphthalein = 0	0	0	Độ kiềm tổng
2	Độ kiềm Phenolphthalein bằng độ kiềm tổng	Độ kiềm tổng	0	0
3	Độ kiềm Phenolphthalein nhỏ hơn 1 nửa độ kiềm tổng	0	2 lần độ kiềm Phenolphthalein	Độ kiềm tổng trừ đi 2 lần độ kiềm Phenolphthalein
4	Độ kiềm Phenolphthalein bằng 1 nửa độ kiềm tổng	0	Độ kiềm tổng	0
5	Độ kiềm Phenolphthalein lớn hơn 1 nửa độ kiềm tổng	2 lần độ kiềm Phenolphthalein trừ đi Độ kiềm tổng	2 lần sự khác biệt giữa Độ kiềm tổng và Độ kiềm Phenolphthalein	0

Để dùng bảng trên làm theo các bước sau:

- Độ kiềm Phenolphthalein có bằng 0? Nếu có, sử dụng dòng số 1.
- Độ kiềm Phenolphthalein có bằng Độ kiềm tổng? Nếu có, sử dụng dòng số 2.
- Nhân Độ kiềm Phenolphthalein cho 2.
- Chọn dòng 3, 4 hay 5 dựa trên việc so sánh kết quả của bước c với độ kiềm tổng số.
- Thực hiện các phép tính yêu cầu trong các dòng tương ứng.
- Kiểm tra các kết quả của bạn. Tổng của 3 loại độ kiềm sẽ bằng độ kiềm tổng.

Ví dụ: 1 mẫu có độ kiềm Phenolphthalein là 170mg/L CaCO_3 và độ kiềm tổng là 250mg/L CaCO_3 . Độ kiềm hydroxit, cacbonat và bicacbonat là bao nhiêu?

Độ kiềm Phenolphthalein không bằng 0 (bằng 170mg/L), xem bước a.

Độ kiềm Phenolphthalein không bằng Độ kiềm tổng (170mg/L và 250mg/L), xem bước b.

Độ kiềm Phenolphthalein x 2 = 340mg/L, xem bước c.

Vì 340mg/L lớn hơn 250mg/L, chọn dòng 5, xem bước d.

Độ kiềm hydroxit bằng: (xem bước e)

$340 - 250 = 90$ mg/L Độ kiềm hydroxit

Độ kiềm cacbonat bằng:

$250 - 170 = 80$

$80 \times 2 = 160$ mg/L Độ kiềm cacbonat

Độ kiềm bicarbonat bằng 0.

Kiểm tra: (xem bước f)

90 mg/L Độ kiềm hydroxit + 160 mg/L Độ kiềm cacbonat + 0 mg/L Độ kiềm bicarbonat = 250 mg/L

Đáp án trên là chính xác; tổng của mỗi loại độ kiềm bằng với độ kiềm tổng.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm chuẩn

Việc kiểm tra độ chính xác này được thực hiện khi nghi ngờ có các yếu tố gây nhiễu hoặc kiểm tra lại kỹ thuật phân tích.

1. Bẻ gãy đầu ống của Acidity Voluette® Ampule Standard 0.500 N.
2. Sử dụng pipet TenSette® để lấy 0.1mL chất chuẩn vào mẫu đã chuẩn độ ở bước 6 của phương pháp Metyl cam hay bước 3 của phương pháp Phenolphthalein tiếp tục chuẩn độ lại đến điểm cuối tương tự. Ghi lại số con số cần thiết.
3. Lặp lại thao tác và thêm 2 lần 0.1mL. Chuẩn độ đến điểm kết thúc sau mỗi lần thêm.
4. Mỗi 0.1mL thêm vào dung dịch chuẩn đòi hỏi 25 con số tăng thêm của dung dịch chuẩn 1.600 N hay 250 con số của dung dịch chuẩn 0.1600 N. Nếu sự gia tăng đồng nhất này không xảy ra, tham chiếu phụ lục A: Kiểm tra độ chính xác và thêm chuẩn.

Các yếu tố gây nhiễu

- Các mẫu bị đục hay có màu sẫm có thể che mất sự thay đổi màu tại điểm cuối. Sử dụng máy đo pH cho các mẫu này.
- Clo có thể làm nhiễu các chất chỉ thị. Thêm 1 giọt Natri thiosunfat để loại bỏ ảnh hưởng này.

Tóm tắt phương pháp

Mẫu được chuẩn độ bằng axit sunfuric để điểm cuối xác định bằng phép đo màu tương ứng với một pH cụ thể. Độ kiềm Phenolphthalein được xác định bằng phép chuẩn độ đến pH 8.3, bằng chứng là sự thay đổi màu của chỉ thị Phenolphthalein và chỉ ra hydroxit tổng số bằng một nửa cacbonat hiện diện. Độ kiềm M (metyl cam) hay T (tổng) được xác định bằng phép chuẩn độ đến pH trong khoảng 3.7 đến 5.1, bao gồm cacbonat, bicarbonat và hydroxit.

Các thuốc thử cần thiết (đa dạng với các đặc tính của mẫu)

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Nhóm các thuốc thử xác định độ kiềm (khoảng 100 thí nghiệm)		22719-00
Bao gồm: (1) 942-99, (1) 943-99, (1) 14388-01, (1) 14389-01		
Bromcresol Green-Methyl Red Powder Pillows	100/pkg	943-99

Phenolphthalein Powder Pillows	100/pkg	942-99
Sulfuric Acid Titration Cartridge, 1.600 N	mỗi cái	14389-01
Sulfuric Acid Titration Cartridge, 0.1600 N	mỗi cái	14388-01
Water, deionized	4 L	272-56

Các dụng cụ cần thiết

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Digital Titrator	mỗi cái	16900-01
Flask, Erlenmeyer, 250-mL	mỗi cái	505-46
Chọn 1 hay nhiều hơn dựa trên nồng độ mẫu:		
Cylinder, graduated, 10-mL	mỗi cái	508-38
Cylinder, graduated, 25-mL	mỗi cái	508-40
Cylinder, graduated, 50-mL	mỗi cái	508-41
Cylinder, graduated, 100-mL	mỗi cái	508-42

Các thuốc thử tùy chọn

Alkalinity Standard Solution Voluette® Ampules,		
0.500 N Na ₂ CO ₃ , 10-mL	16/pkg	14278-10
Bromcresol Green-Methyl Red Indicator Solution	100 mL MDB	23292-32
Bromphenol Blue Indicator Solution	100 mL MDB	14552-32
Bromphenol Blue Powder Pillows	100/pkg	14550-99
Buffer Powder Pillows, pH 3.7	25/pkg	14551-68
Buffer Powder Pillows, pH 4.5	25/pkg	895-68
Buffer Powder Pillows, pH 4.8	25/pkg	896-68
Buffer Powder Pillows, pH 5.1	25/pkg	897-68
Buffer Powder Pillows, pH 8.3	25/pkg	898-68
Methyl Purple Indicator Solution	100 mL MDB	21934-32
Phenolphthalein Indicator Solution, 5 g/L	100 mL MDB*	162-32
Sodium Thiosulfate Standard Solution, 0.1 N	100 mL MDB	323-32

* Liên hệ với Hach để có cỡ lớn hơn.

Các Thiết bị tùy chọn

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Bottle, wash, poly, 500-mL	mỗi cái	620-11
Clamp, 2-prong extension, 38-mm	mỗi cái	21145-00
Clamp Holder	mỗi cái	326-00
Demineralizer Assembly, 473-mL	mỗi cái	21846-00
Delivery Tubes, with 180° hook	5/pkg	17205-00
Delivery Tubes, 90° with hook for TitraStir® Stir Plate	5/pkg	41578-00
Pipet, TenSette® 0.1 to 1.0 mL	mỗi cái	19700-01
Pipet Tips for 19700-01 TenSette® Pipet	50/pkg	21856-96
Pipet, volumetric, Class A, 10-mL	mỗi cái	14515-38
Pipet, volumetric, Class A, 20-mL	mỗi cái	14515-20
Pipet, volumetric, Class A, 25-mL	mỗi cái	14515-40
Pipet, volumetric, Class A, 50-mL	mỗi cái	14515-41
Pipet, volumetric, Class A, 100-mL	mỗi cái	14515-42
Pipet Filler, safety bulb	mỗi cái	14651-00
sension™1 Basic Portable pH Meter with electrode	mỗi cái	51700-10
Support Ring Stand	mỗi cái	563-00
TitraStir® Stir Plate, 115 Vac	mỗi cái	19400-00
TitraStir® Stir Plate, 230 Vac	mỗi cái	19400-10
Voluette® Ampule Breaker Kit	mỗi cái	21968-00

AMONIAC, KHOẢNG CAO (Amoni Hydroxit)

Phương pháp chuẩn độ ammonia

5 – 35 % (50 – 350 g/L) NH_3 hay 5 – 60% (50 – 600 g/L) NH_4OH

Phương pháp 10222

Phương pháp chuẩn độ axit

Sử dụng Digital Titrator Test Kit, Model NI-HRDT (Mã hàng 29304-00)

Phạm vi ứng dụng: Xác định mức cao của dung dịch amonic (amonihydroxit) trong các dung dịch sử dụng cho sự cloramin nước uống, xác định tỉ lệ bơm cấp dung dịch amoniac hay các ứng dụng đòi hỏi xác định nồng độ cao (g/L) của dung dịch amoniac.

Chú ý:

Tiếp xúc các chất hóa học, chất chuẩn, và thuốc thử có thể gây nguy hiểm. Xem lại Phiếu an toàn hóa chất (MSDS) trước khi tiếp xúc hóa chất. Mang kính bảo vệ mắt và đeo găng tay bảo vệ khi lấy mẫu.

Các gợi ý cách đo và thông tin thí nghiệm chung

- Rửa sạch các Thiết bị phòng thí nghiệm giữa các lần thí nghiệm. Sự nhiễm bẩn có thể làm thay đổi kết quả thí nghiệm. Súc rửa bằng nước sạch (tốt nhất là nước khử ion).
- Hach khuyến cáo nên dùng dung dịch chuẩn để kiểm tra độ chính xác của thuốc thử và kỹ thuật phân tích. Sử dụng dung dịch Amonihydroxit nêu ở trang 37 và làm theo các phương pháp trong phần Kiểm tra độ chuẩn xác ở trang 38.

Phương pháp chuẩn độ Amoni

Để đảm bảo các kết quả chính xác, đọc kỹ trước khi tiến hành:



1. Gắn 1 ống dẫn sạch vào ống chuẩn độ axit sunfuric 8.00 N. Gắn cổ định chai vào thân Thiết bị chuẩn độ.

Lưu ý: Xem phần 1.2 để có hướng dẫn cụ thể.

2. Làm đầy ống dẫn bằng cách xoay nút phân phối để đẩy 1 vài giọt dung dịch chuẩn ra ngoài. Xác lập lại Thiết bị đo về 0 và lau sạch phân đầu ống.

3. Đổ vào erlen 125mL sạch đến vạch 75mL bằng nước khử ion.

4. Chọn thể tích mẫu ứng với khoảng nồng độ mong muốn từ bảng 1 – bảng 4 trang 51.

Lưu ý: Xem cách lấy mẫu và lưu trữ mẫu theo các bước này.

Lưu ý: Để thuận lợi hơn,

sử dụng *TitraStir® Stir Plate*. Xem phần 1.2, bước 4



5. Gắn cố định 1 đầu sạch vào pipet Thiết bị và lấy 100 μ L (0.100 mL) mẫu dung dịch amoniac.

Lưu ý: Có thể sử dụng pipet TenSette® (Mã hàng 19700-01) với 1 đầu sạch.



6. Phân phối mẫu vào phía dưới mức dung dịch trong bình. Phân phối 100 μ L 1 mẫu khác vào trong bình (kích cỡ mẫu là 200 μ L). Đối với các cỡ mẫu khác, lặp lại cho đến khi thể tích mẫu yêu cầu từ bước 4 được thêm vào.

Lưu ý: Xem lại hướng dẫn được cung cấp kèm theo pipet Thiết bị 100 μ L trước khi sử dụng. Ấn pittong xuống đến điểm dừng đầu tiên để hút đầy. Ấn xuống hoàn toàn để phân phối mẫu.



7. Thêm 1mL (1 ống nhỏ giọt đầy) dung dịch chỉ thị khoảng rộng pH vào bình.



8. Lắc đều, dung dịch sẽ chuyển sang màu tím.



9. Đặt đầu ống dẫn vào trong dung dịch. Lắc bình trong lúc chuẩn độ với dung dịch chuẩn axit sunfuric cho đến khi màu dung dịch chuyển từ màu tím thành màu cam đỏ.

10. Tìm hệ số nhân từ bảng 1 – bảng 4 trang 38.

11. Tính toán: Số con số đã dùng x hệ số = nồng độ.

Lưu ý: Xem ví dụ trang 38

Ghi lại số con số đã dùng.

Ví dụ:

Một khối dung dịch amoniac thường bị phân tán thành từng phần với nồng độ kỳ vọng là 19% (19% NH₃). Một phần mẫu được chuẩn độ để xác định nồng độ.

Thể tích mẫu tra từ bảng 1 là 0.2mL (200μL). Sử dụng phương pháp chuẩn độ axit và 218 con số được dùng để đạt đến điểm cuối. Hệ số nhân từ bảng 1 là 0.085. Nồng độ amoniac là 18.5%.

$$\% \text{NH}_3 = 218 \text{ con số} \times 0.085$$

$$\% \text{NH}_3 = 18.5\%$$

Bảng thể tích mẫu và hệ số nhân

Tìm nồng độ mẫu mong đợi từ 1 trong các bảng của amoniac (% hoặc g/L) hay amoni hydroxit (% hoặc g/L). Sau đó tìm thể tích mẫu và hệ số nhân tương ứng:

Bảng 1: Amoniac (%)

% NH ₃ mong đợi	Thể tích mẫu (mL)	Hệ số nhân
5–15	0.5	0.034
10–35	0.2	0.085

Bảng 2: Amoniac (g/L)

g/L NH ₃ mong đợi	Thể tích mẫu (mL)	Hệ số nhân
50–150	0.5	0.34
100–350	0.2	0.85

Bảng 3: Amoni hydroxit (%)

% NH ₄ OH mong đợi	Thể tích mẫu (mL)	Hệ số nhân
5–15	1	0.035
10–30	0.5	0.070
25–60	0.2	0.175

Bảng 4: Amoni hydroxit (g/L)

g/L NH ₄ OH mong đợi	Thể tích mẫu (mL)	Hệ số nhân
50–150	1	0.35
100–300	0.5	0.70
250–600	0.2	1.75

Lấy mẫu và lưu trữ mẫu

Thu thập mẫu trong các chai thủy tinh sạch và đầy nắp chặt. Bảo quản nơi mát mẻ. Phân tích ngay khi có thể.

Các yếu tố gây nhiễu

Các bazơ mạnh khác như NaOH, KOH sẽ gây ra sai số dương trong thí nghiệm. Các chất kiềm khác như Cacbonat sẽ phản ứng với chất chuẩn axit mạnh. Tuy nhiên, khối lượng các hợp chất này không đáng kể trong dung dịch amoniac và không ảnh hưởng đến kết quả thí nghiệm. Độ kiềm ở mức cao trong nước pha loãng sẽ làm kết quả cao. Phải chắc chắn là sử dụng nước khử ion ở bước 3.

Kiểm tra độ chính xác

1. Đổ vào erlen xấp xỉ 75mL nước khử ion.
2. Sử dụng pipet 1.0 mL loại A để chuyển 1.0 mL dung dịch Amonihydroxit 10% vào erlen.
3. Thêm 1mL (1 ống nhỏ giọt đầy) dung dịch chỉ thị khoảng rộng pH vào erlen. Dung dịch sẽ chuyển sang màu tím.
4. Chuẩn độ mẫu sử dụng Digital Titrator đến điểm cuối màu đỏ cam với axit sunfuric 8.00 N. Phép chuẩn độ sẽ dùng 270 – 300 con số axit sunfuric 8.00 N để đạt đến điểm cuối.

Lưu ý: Nếu số con số đã dùng để đạt đến điểm cuối không nằm trong khoảng 270 - 300 con số, phải chắc chắn rằng nước pha loãng không chứa độ kiềm dư thừa và 1.0mL Amonihydroxit được đo 1 cách chính xác. Dung dịch Amonihydroxit tiếp xúc với khí quyển sẽ thất thoát amoniac và sẽ cho kết quả thấp. Bảo quản dung dịch trong chai đã đầy nắp chặt.

Độ chụm

Trong phòng thí nghiệm độc lập sử dụng dung dịch Amonihydroxit 9.71%. Người thao tác thu được độ lệch chuẩn của NH_4OH là $\pm 0.1\%$.

Tóm tắt phương pháp

Amoniac hiện diện trong nước dưới dạng amoni hydroxit. Các ion hydroxit được chuẩn độ với axit sunfuric đến điểm cuối xác định bằng phép đo màu tương ứng với giá trị pH trong khoảng 4.4 và 6.2. Nồng độ hydroxit hoàn toàn tương ứng với thể tích của dung dịch chuẩn axit đã dùng.

Các thuốc thử cần thiết

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Nhóm thuốc thử dung dịch amoniac HR (khoảng 100 thí nghiệm)		29305-00
Bao gồm: (1) 14391-01, (1) 23293-32		
Sulfuric Acid Titration Cartridge, 8.00 N	mỗi cái	14391-01
Wide Range pH Indicator Solution	100 mL	23293-32
Water, deionized	4 L	272-56

Các dụng cụ cần thiết

Digital Titrator Assembly	mỗi cái	16900-01
Delivery Tubes, J hook	5/pkg	17205-00
Flask, Erlenmeyer, 125-mL	mỗi cái	505-43
Pipettor, 100 μL	mỗi cái	22753-00
Pipettor Tips, for 22753-00	10/pkg	22754-10

Các thuốc thử hoặc dụng cụ tùy chọn

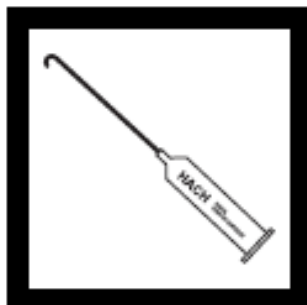
Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Ammonium Hydroxide Solution, 10%	500 mL	14736-49
Bottle, sampling, square glass 118 mL	3/pkg	21631-03
Bottle, wash, poly, 500-mL	mỗi cái	620-11
Demineralizer Bottle, 473-mL	mỗi cái	21846-00
Delivery Tubes, 90° with hook for TitraStir® Stir Plate	5/pkg	41578-00
Gloves, chemical resistant, size 9–9½*	1 cặp	24101-04
Goggles, safety	mỗi cái	25507-00
Hypochlorite, HR (Bleach) Digital Titrator Kit	mỗi cái	26871-00
Notebook, field	mỗi cái	20918-00
Pipet, TenSette, 0.1–1.0 mL	mỗi cái	19700-01
Pipet, volumetric, Class A, 1.0 mL	mỗi cái	14515-35
Pipet Bulb	mỗi cái	14651-00
Pipet Tips, for TenSette Pipet 19700-01	50/pkg	21856-96
Tech Board with built-in calculator	mỗi cái	27473-00
TitraStir® Stir Plate, 115 VAC	mỗi cái	19400-00
TitraStir® Stir Plate, 230 VAC	mỗi cái	19400-10
Pipettor Tips, for 22753-00	1000/pkg	22754-00

* Có sẵn các kích cỡ khác.

CACBON ĐIOXIT (10 – 100 mg/L CO₂)

Phương pháp 8205

Sử dụng Natri hydroxit



1. Chọn kích cỡ mẫu và ống chuẩn độ NaOH tương ứng với nồng độ CO₂ mong muốn; xem bảng 1.

Lưu ý: Xem cách lấy mẫu và lưu trữ mẫu theo các bước này.

2. Gắn ống dẫn sạch vào ống chuẩn độ. Gắn cố định ống vào thân Thiết bị chuẩn độ, xem phần mô tả chung, từng bước, để hướng dẫn cụ thể nếu cần thiết.

3. Xoay nút phân phối để đẩy một vài giọt dung dịch chuẩn ra ngoài. Xác lập lại Thiết bị đo về 0 và lau sạch phần đầu.

Lưu ý: Để tiện lợi hơn nên sử dụng TitraStir® Stir Plate. Xem phần mô tả chung, bước 3 trong từng bước.

4. Lấy trực tiếp một mẫu nước vào erlen chuẩn độ bằng cách đổ đầy đến vạch tương ứng.

Lưu ý: Tối thiểu hóa sự xáo trộn vì CO₂ có thể bị thất thoát.

Lưu ý: Để có kết quả chính xác nhất, kiểm tra sự chuẩn hóa của erlen bằng cách đo thể tích chính xác trong ống đong có chia vạch. Đánh dấu thể tích chính xác trong erlen bằng 1 cái dấu cố định.

Bảng 1

Khoảng xác định (mg/L CO ₂)	Thể tích mẫu (mL)	Ống chuẩn độ (N NaOH)	Mã hàng	Hệ số nhân
10-50	200	0.3636	14378-01	0.1
20-100	100	0.3636	14378-01	0.2
100-400	200	3.636	14380-01	1.0
200-1000	100	3.636	14380-01	2.0



5. Thêm 1 gói bột chỉ thị Phenolphthalein và lắc đều.

Lưu ý: 4 giọt dung dịch chỉ thị Phenolphthalein có thể thay thế cho 1 gói bột chỉ thị Phenolphthalein.

Lưu ý: Nếu màu hồng tạo thành thì không có CO_2 hiện diện.

6. Đặt đầu ống dẫn vào trong dung dịch và lắc nhẹ erlen trong lúc chuẩn độ với NaOH cho đến khi dung dịch không màu chuyển thành màu hồng nhạt và tiếp tục khoảng 30 giây. Ghi lại số con số cần thiết.

7. Tính toán: Tổng số con số cần thiết x hệ số = mg/L CO_2 .

Lấy mẫu và lưu trữ mẫu

Thu thập mẫu trong các chai nhựa hoặc chai thủy tinh sạch. Đổ đầy hoàn toàn và đậy nắp chặt. Tối thiểu hóa sự xáo trộn hay tiếp xúc lâu dài với không khí. Mẫu có thể được bảo quản ít nhất 24 giờ bằng cách làm lạnh ở nhiệt độ 4°C (39°F) hoặc thấp hơn nếu chúng không được phân tích ngay. Làm ấm đến nhiệt độ phòng trước khi phân tích.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm chuẩn

Việc kiểm tra độ chính xác này được thực hiện khi nghi ngờ có các yếu tố gây nhiễu hoặc kiểm tra lại kỹ thuật phân tích.

1. Bẻ gãy đầu ống của Carbon Dioxide Standard Solution Voluette® Ampule 10,000mg/L CO_2 .
2. Sử dụng pipet TenSette® để lấy 0.1mL chất chuẩn vào mẫu đã chuẩn độ ở bước 6. Nếu dùng dung dịch chuẩn 0.3636 N thì sử dụng 1.0mL chất chuẩn. Tiếp tục chuẩn độ lại đến điểm cuối tương tự. Ghi lại số con số cần thiết.
3. Lặp lại thao tác và thêm 0.2mL và 0.3mL (2.0 và 3.0). Chuẩn độ đến điểm kết thúc tương tự sau mỗi lần thêm.
4. Mỗi lần thêm chất chuẩn đòi hỏi 50 con số tăng thêm của dung dịch chuẩn. Nếu sự gia tăng đồng nhất này không xảy ra, tham chiếu phụ lục A: Kiểm tra độ chính xác và thêm chuẩn.

Các yếu tố gây nhiễu

- Các hợp phần axit khác trong mẫu sẽ được chuẩn độ gây nhiễu trực tiếp trong cách xác định này.
- Chất chuẩn NaOH có xu hướng giảm độ mạnh 1 cách chậm rãi theo thời gian nên phải được kiểm tra một cách định kỳ bằng cách chuẩn độ với 1 chất chuẩn đã biết nồng độ. Kiểm tra các dung dịch thường xuyên (hàng tháng) bằng cách chuẩn độ 50mL chất chuẩn Kali axit Phtalat, 100mg/L CO₂, dùng dung dịch chỉ thị phenolphthalein. Phép chuẩn độ yêu cầu 5.00mL dung dịch chuẩn. Nếu thể tích yêu cầu cho phép chuẩn độ này lớn hơn 5.25mL cần loại bỏ NaOH và thay thế nó bằng 1 dung dịch NaOH mới.

Tóm tắt phương pháp

Tính axit do cacbondioxit trong mẫu được chuẩn độ với NaOH đến điểm cuối bằng chỉ thị Phenolphthalein. Các axit mạnh được giả định không có mặt hay có nồng độ không đáng kể. Đặt mua cuốn *Water Analysis Handbook* của Hach, tài liệu xuất bản Lit 8376, để có thêm thông tin về việc xác định CO₂.

Các thuốc thử cần thiết (đa dạng với các đặc tính của mẫu)

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Nhóm thuốc thử cacbon dioxit (khoảng 100 thí nghiệm)		22727-00
Bao gồm: (1) 942-99, (1) 14378-01, (1) 14380-01		
Phenolphthalein Powder Pillows	100/pkg	942-99
Sodium Hydroxide Titration Cartridge, 0.3636 N	mỗi cái	14378-01
Sodium Hydroxide Titration Cartridge, 3.636 N	mỗi cái	14380-01
Water, deionized	4 L	272-56

Các dụng cụ cần thiết

Digital Titrator	mỗi cái	16900-01
Chọn một hay nhiều hơn dựa trên nồng độ mẫu		
Flask, Erlenmeyer, 250 mL	mỗi cái	505-46
Flask, Erlenmeyer, 125 mL	mỗi cái	505-43

Các thuốc thử tùy chọn

Carbon Dioxide Standard Solution Voluette® Ampules,		
10,000 mg/L as CO ₂ , 10 mL	16/pkg	14275-10
Phenolphthalein Indicator Solution, 5 g/L	100 mL MDB*	162-32

* Liên hệ với Hach để có kích cỡ lớn hơn.

Potassium Acid Phthalate Standard Solution, 100 mg/L as CO ₂	100 mL	2261-42
Potassium Acid Phthalate Standard Solution, 400 mg/L as CO ₂	500 mL	1885-49

Các dụng cụ tùy chọn

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Clamp, 2-prong extension, 38 mm	mỗi cái	21145-00
Clamp Holder	mỗi cái	326-00
Delivery Tubes, with 180° hook	5/pkg	17205-00
Delivery Tubes, 90° with hook for TitraStir® Stir Plate	5/pkg	41578-00
Pipet, TenSette®, 0.1 to 1.0 mL	mỗi cái	19700-01
Pipet Tips for 19700-01 TenSette® Pipet	50/pkg	21856-96
Pipet Filler, safety bulb	mỗi cái	14651-00
sension™ 1 Basic Portable pH Meter with electrode	mỗi cái	51700-10
Support Ring Stand	mỗi cái	563-00
TitraStir® Stir Plate, 115 Vac	mỗi cái	19400-00
TitraStir® Stir Plate, 230 Vac	mỗi cái	19400-10
Voluette® Ampule Breaker Kit	mỗi cái	21968-00

CHELANT TỰ DO (0 – 20 mg/L CaCO_3)

Phương pháp 8352

Sử dụng Magie clorua



1. Gắn ống dẫn sạch vào ống chuẩn độ Magie clorua. Gắn cổ định ống vào thân Thiết bị chuẩn độ, xem phần mô tả chung, step by step, để có hướng dẫn cụ thể.



2. Giữ Digital Titrator với đầu ống chuẩn độ hướng lên. Xoay nút phân phối cho đến khi 1 vài giọt dung dịch chuẩn rơi ra ngoài. Xác lập lại titrator về 0 và lau sạch đầu ống.

Lưu ý: Để tiện lợi hơn sử dụng TitraStir® Stir Plate. Xem phần mô tả chung, bước 3 trong từng bước.



3. Sử dụng ống đong có chia vạch để đo 100mL mẫu vào một erlen 125mL.

Lưu ý: Lọc mẫu nếu cần thiết. Nếu mẫu là nước nổi hơi hoặc độ kiềm cao, xem phần các yếu tố gây nhiễu theo các bước này.



4. Sử dụng 1 ống nhỏ giọt 1mL đã hiệu chuẩn thêm 2mL dung dịch đệm độ cứng 1 vào erlen và lắc đều



5. Thêm 1 gói bột chỉ thị độ cứng ManVer® 2 vào erlen và lắc đều. Nếu dung dịch chuyển sang màu xanh lam thì có chelant tự do hiện diện. Tiếp tục với bước 6, nếu dung dịch chuyển sang màu đỏ tức là chelant thiếu.



6. Đặt đầu ống dẫn vào trong dung dịch. Trong khi lắc bình, chuẩn độ cho đến khi màu đỏ tím xuất hiện. Ghi lại số con số cần thiết.



7. Tính toán: Số con số cần thiết x 0.10 = mg/L CaCO_3 chelant tự do.

Lưu ý: Kết quả có thể biểu diễn bằng mg/L $\text{EDTA}-(\text{Na})_4$ (Số con số cần thiết x 0.38 = mg/L Na_4EDTA).

Lưu ý: 4 giọt dung dịch chỉ thị độ cứng ManVer hay 1 muỗng 0.1g bột chỉ thị độ cứng ManVer 2 có thể được thay thế trong bước này.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm chuẩn

Việc kiểm tra độ chính xác này nên được thực hiện khi nghi ngờ có các yếu tố gây nhiễu hoặc kiểm tra lại kỹ thuật phân tích.

1. Sử dụng pipet TenSette® và 0.4mL chất chuẩn EDTA 0.035N vào dung dịch được chuẩn độ ở bước 6. Tiếp tục chuẩn độ lại đến điểm cuối tương tự. Ghi lại số con số cần thiết.
2. Mỗi 0.4mL chất chuẩn thêm vào đòi hỏi 70 con số chất chuẩn 0.0800M tăng thêm. Nếu sự gia tăng này không xảy ra, tham khảo Phụ lục A: Kiểm tra độ chính xác và thêm chuẩn.

Các yếu tố gây nhiễu

- Nếu chelant dư trong nước nổi hơi được phân tích, điều chỉnh pH trước khi thêm dung dịch đệm độ cứng 1 như sau:
 - a. Với 1 mẫu 10mL khác, thêm 2 giọt dung dịch chỉ thị Phenolphthalein.
 - b. Đếm số giọt, thêm từng giọt dung dịch chuẩn axit sunfuric 5.25 N cho đến khi dung dịch chuyển từ màu hồng đến mất màu. Bỏ mẫu này.
 - c. Với mẫu 100mL thực tế, thêm số giọt dung dịch chuẩn axit sunfuric 5.25 N tương tự trước khi thêm đệm ở bước 4.
- Orto-phosphat làm chậm điểm cuối. Polyphosphat phải được loại bỏ để điểm cuối chính xác.
- Tất cả các Thiết bị phải được làm sạch 1 cách cực kỳ kỹ lưỡng và súc rửa thường xuyên với axit hoặc nước khử ion để loại trừ sự hiện diện của độ cứng bất kỳ trong Thiết bị nhựa hoặc thủy tinh.
- Chạy mẫu trắng ngẫu nhiên, sử dụng nước khử ion hoặc nước cất thay thế cho mẫu. Trừ giá trị của mẫu trắng cho giá trị của mẫu trước khi ghi lại kết quả cuối cùng.

Tóm tắt phương pháp

Chelant dư được xác định bằng phép chuẩn độ với chất chuẩn MagieClorua tại pH 10. Điểm cuối được xác định bằng sự thay đổi màu từ xanh lam sang đỏ tím.

Các thuốc thử cần thiết

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Hardness 1 Buffer Solution	100 mL MDB	424-32
ManVer® 2 Hardness Indicator Powder Pillows	100/pkg	851-99

Magnesium Chloride Titration Cartridge, 0.0800 M	mỗi cái	20625-01
--	---------	----------

Các dụng cụ cần thiết

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Cylinder, graduated, 100-mL	mỗi cái	508-42
Digital Titrator	mỗi cái	16900-01
Flask, Erlenmeyer, 125 mL	mỗi cái	505-43

Thuốc thử tùy chọn

EDTA Standard Solution, 0.035 N	100 mL MDB	23499-32
ManVer® 2 Hardness Indicator Powder	113 g	280-14
ManVer® 2 Hardness Indicator Solution	100 mL MDB*	425-32
Phenolphthalein Indicator Solution, 5 g/L	100 mL MDB*	162-32
Sulfuric Acid Standard Solution, 5.25 N	100 mL MDB	2449-32
Water, deionized	4 L	272-56

Dụng cụ tùy chọn

Clamp, 2-prong extension, 38 mm	mỗi cái	21145-00
Clamp Holder	mỗi cái	326-00
Clippers (shears), 7.25 inch	mỗi cái	23694-00
Delivery Tubes, with 180° hook	5/pkg	17205-00
Delivery Tubes, 90° with hook for TitraStir® Stir Plate	5/pkg	41578-00
Filter Paper, folded, 12.5 cm	100/pkg	1894-57
Flask, Erlenmeyer, 250 mL	mỗi cái	505-46
Funnel, analytical, poly, 65 mm	mỗi cái	1083-67
Pipet, TenSette®, 0.1 to 1.0 mL	mỗi cái	19700-01
Pipet Tips for 19700-01 TenSette® Pipet	50/pkg	21856-96
Spoon, measuring, 0.5 gram	mỗi cái	907-00
Support Ring Stand	mỗi cái	563-00
TitraStir® Stir Plate, 115 Vac	mỗi cái	19400-00
TitraStir® Stir Plate, 230 Vac	mỗi cái	19400-10

* Liên hệ với Hach để có kích cỡ lớn hơn.

CHELANT TỔNG (0 – 40 mg/L Na₄EDTA)

Phương pháp 8350

Sử dụng Bismuth Nitrate



1. Gắn 1 ống dẫn sạch vào ống chuẩn độ Bismuth Nitrate. Gắn cố định ống vào thân Thiết bị chuẩn độ, xem phần mô tả chung, từng bước, để hướng dẫn lắp ráp, nếu cần thiết.

2. Giữ Digital Titrator với đầu ống chuẩn độ hướng lên. Xoay nút phân phối cho đến khi 1 vài giọt dung dịch chuẩn rơi ra ngoài. Xác lập lại Thiết bị đo về 0 và lau sạch đầu ống.

3. Sử dụng ống đong có chia vạch để đo 100mL mẫu sạch vào một erlen 125mL.

4. Thêm 1 gói bột axit Ascorbic vào erlen và lắc đều.

Lưu ý: Cần lọc các mẫu có độ đục.

Lưu ý: Để tiện lợi hơn sử dụng *TitraStir® Stir Plate*. Xem phần mô tả chung, bước 3 trong từng bước.



5. Thêm 1 gói bột methylthymol xanh vào erlen và lắc đều.

6. Nếu dung dịch trong erlen màu vàng, thêm 1 giọt dung dịch chuẩn axit sunfuric 5.25 N.

Nếu dung dịch trong erlen màu xanh, thêm dịch chuẩn axit sunfuric 5.25 N bằng cách nhỏ giọt cho đến khi dung dịch chuyển

7. Đặt đầu ống dẫn vào trong dung dịch. Trong khi lắc erlen, chuẩn độ với Bismuth Nitrate cho đến khi màu dung dịch chuyển từ màu vàng sang màu xanh lục. Ghi lại số con số cần thiết.

Lưu ý: Chuẩn độ 1 cách

8. Tính toán nồng độ cuối cùng:

Số con số yêu cầu x 0.188 = Chelant tổng (mg/L Na₄EDTA).

từ màu vàng sang màu xanh lục. Thêm 1 giọt nữa. *chậm rãi khi gần đến điểm cuối.*

Lưu ý: Để có kết quả tốt nhất, xác định mẫu trắng. Sử dụng 50mL nước khử ion ở bước 3. Trừ số con số cần thiết của mẫu trắng cho số con số cần thiết để chuẩn độ mẫu.

Các yếu tố gây nhiễu

Sự gây nhiễu từ sắt ferric (Fe^{3+}) được tối thiểu hóa bằng cách thêm vào axit Ascorbic. Điểm cuối sẽ đến chậm trong mẫu chứa sắt ferric vì sắt làm giảm độ rõ nét của sự thay đổi màu.

Tóm tắt phương pháp

Chelant tổng được xác định bằng cách chuẩn độ 1 mẫu axit với Bismuth Nitrate trong sự có mặt của chỉ thị methylthymol Xanh. Điểm cuối được báo hiệu bằng sự thay đổi màu từ vàng sang xanh lục.

Các thuốc thử cần thiết

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Ascorbic Acid Powder Pillows	100/pkg	14577-99
Bismuth Nitrate Titration Cartridge, 0.0200 M	each	24345-01
Methylthymol Blue Indicator Powder Pillows	50/pkg	22847-99
Sulfuric Acid Standard Solution, 5.25 N	100 mL MDB	2449-32

Các dụng cụ cần thiết

Cylinder, graduated, poly, 100 mL	each	1081-42
Delivery Tubes, 90° with hook for TitraStir® Stir Plate	5/pkg	41578-00
Digital Titrator	each	16900-01
Flask, Erlenmeyer, 125 mL	each	505-43
Stir Bar, analytical, Teflon-coated, 50 mm	each	20953-55
TitraStir® Stir Plate, 115 Vac	each	19400-00
TitraStir® Stir Plate, 230 Vac	each	19400-10

Các thuốc thử tùy chọn

Water, deionized	4 L	272-56
------------------	-----	--------

Các dụng cụ tùy chọn

Clamp, 2-prong extension, 38 mm	each	21145-00
---------------------------------	------	----------

Clamp Holder	each	326-00
--------------	------	--------

Clippers (shears), 7.25 inch	each	23694-00
------------------------------	------	----------

Delivery Tubes, with 180° hook	5/pkg	17205-00
--------------------------------	-------	----------

Filter paper, folded, 12.5 cm	100/pkg	1894-57
-------------------------------	---------	---------

Flask, Erlenmeyer, 250 mL	each	505-46
---------------------------	------	--------

Funnel, analytical, poly, 65 mm	each	1083-67
---------------------------------	------	---------

CLORUA

Phương pháp Nitrat thủy ngân và phương pháp Nitrat bạc Phương pháp 8206 và 8207

Phương pháp Nitrat thủy ngân (10 – 8000 mg/L Cl⁻)

Phương pháp 8206



1. Chọn thể tích mẫu và ống chuẩn độ Nitrat thủy ngân tương ứng với nồng độ Clorua mong muốn từ bảng 1.

2. Gắn 1 ống dẫn sạch vào ống chuẩn độ. Gắn cố định ống vào thân Thiết bị chuẩn độ. Xem phần mô tả chung, từng bước, để có hướng cụ thể nếu cần thiết.

3. Xoay nút phân phối để đẩy một vài giọt dung dịch chuẩn ra ngoài. Xác lập lại Thiết bị đo về 0 và lau sạch phần đầu.

Lưu ý: Để tiện lợi hơn nên sử dụng *TitraStir® Stir Plate*. Xem phần mô tả chung, bước 3 trong từng bước.

4. Sử dụng ống đong có chia vạch hoặc pipet để đo thể tích mẫu từ bảng 1. Chuyển mẫu vào một erlen 250mL sạch. Pha loãng đến vạch 100mL bằng nước đã khử ion hóa nếu cần.

Lưu ý: Xem cách lấy mẫu và lưu trữ mẫu theo các bước này.

Bảng 1

Khoảng xác định (mg/L Cl ⁻)	Thể tích mẫu (mL)	Ống chuẩn độ (N Hg(NO ₃) ₂)	Mã hàng	Hệ nhân số
10-40	100	0.2256	14393-01	0.1
40-160	25	0.2256	14393-01	0.4
100-400	100	2.256	921-01	1.0
200-800	50	2.256	921-01	2.0
500-2000	20	2.256	921-01	5.0
1000-4000	10	2.256	921-01	10.0
2000-8000	5	2.256	921-01	20.00



7. Thêm 1 gói bột Diphenylcarbazone và lắc đều.

Lưu ý: Kết quả vẫn sẽ chính xác nếu 1 lượng nhỏ bột không được hòa tan.

8. Đặt đầu ống dẫn vào trong dung dịch và lắc erlen trong khi chuẩn độ với Nitrat thủy ngân cho đến khi màu dung dịch chuyển từ màu vàng sang màu hồng nhạt. Ghi lại số con số cần thiết.

9. Tính toán: Số con số cần thiết x hệ số nhân = mg/L Clorua

Lưu ý: Kết quả được biểu diễn bằng con số mg/L NatriClorua bằng cách nhân mg/L Clorua cho 1.65

Lưu ý: meq/L Clorua = mg/L Cl⁻ ÷ 35.45

Phương pháp Nitrat bạc (10 – 10000 mg/L Cl⁻)

Phương pháp 8207



1. Chọn thể tích mẫu và ống chuẩn độ Nitrat bạc tương ứng với nồng độ Clorua mong muốn từ bảng 2.

2. Gắn 1 ống dẫn sạch vào ống chuẩn độ. Gắn cố định ống vào thân Thiết bị chuẩn độ. Xem phần mô tả chung, từng bước, để có hướng cụ thể nếu cần thiết.

3. Xoay nút phân phối để đẩy một vài giọt dung dịch chuẩn ra ngoài. Xác lập lại Thiết bị đo về 0 và lau sạch phần đầu.

Lưu ý: Để tiện lợi hơn nên sử dụng TitraStir® Stir Plate. Xem phần mô tả chung, bước 3 trong

4. Sử dụng ống đong có chia vạch hoặc pipet để đo thể tích mẫu từ bảng 2. Chuyển mẫu vào một erlen 250mL sạch. Pha loãng đến vạch 100mL bằng nước đã khử ion hóa nếu cần.

Lưu ý: Xem cách lấy

Bảng 2

Khoảng xác định (mg/L Cl ⁻)	Thể tích mẫu (mL)	Ống chuẩn độ (N AgNO ₃)	Mã hàng	Hệ nhân số
10-40	100	0.2256	14396-01	0.1
25-100	40	0.2256	14396-01	0.25
100-400	50	1.128	14397-01	1.0
250-1000	20	1.128	14397-01	2.5
1000-4000	5	1.128	14397-01	10.0
2500-10000	2	1.128	14397-01	25.0



7. Thêm 1 gói bột chỉ thị Clorua 2 và lắc đều.

Lưu ý: Kết quả vẫn sẽ chính xác nếu 1 lượng nhỏ bột không được hòa tan.

8. Đặt đầu ống dẫn vào trong dung dịch và lắc erlen trong khi chuẩn độ với Nitrat thủy ngân cho đến khi màu dung dịch chuyển từ màu vàng sang màu đỏ nâu. Ghi lại số con số cần thiết.

9. Tính toán: Số con số cần thiết x hệ số nhân = mg/L Clorua

Lưu ý: Kết quả được biểu diễn bằng con số mg/L NatriClorua bằng cách nhân mg/L Clorua cho 1.65

Lưu ý: meq/L Clorua = mg/L Cl⁻ ÷ 35.45

Lấy mẫu và lưu trữ mẫu

Lấy ít nhất 100 – 200 mL mẫu vào bình chứa polyetylen hoặc thủy tinh sạch. Mẫu có thể được bảo quản đến 7 ngày trước khi phân tích.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm chuẩn

Việc kiểm tra độ chính xác này được thực hiện khi nghi ngờ có các yếu tố gây nhiễu hoặc kiểm tra lại kỹ thuật phân tích.

1. Bể gây đầu ống của Chloride Standard Solution Voluette® Ampule, 12,500mg/L Cl⁻.
2. Sử dụng pipet TenSette® để lấy 0.1mL chất chuẩn vào mẫu sau phép chuẩn độ ở bước 6. Tiếp tục chuẩn độ lại đến điểm cuối tương tự. Ghi lại số con số cần thiết.
3. Lặp lại thao tác và thêm 0.2mL và 0.3mL (2.0 và 3.0). Chuẩn độ đến điểm kết thúc tương tự sau mỗi lần thêm.
4. Mỗi 0.1mL chất chuẩn thêm vào đòi hỏi tăng thêm 12.5 con số của dung dịch chuẩn 2.256 N, 25 con số của dung dịch chuẩn 1.128 N, hay 125 con số của dung dịch chuẩn 0.2256 N. Nếu sự gia tăng đồng nhất này không xảy ra, tham chiếu phụ lục A: Kiểm tra độ chính xác và thêm chuẩn.

Các yếu tố gây nhiễu khi dùng phương pháp Nitrat thủy ngân

- Cromat, sắt ferric, và sunfit trong lượng dư của 10mg/L gây nhiễu phương pháp này.
- Loại bỏ sự gây nhiễu của sunfit bằng cách thêm vào 3 giọt hydroperoxit 30% trong bước 4.
- Loại trừ sự gây nhiễu của sunfua bằng cách thêm vào 1 gói bột chất ức chế sunfua vào khoảng 125mL mẫu, khuấy trộn trong 1 phút và lọc qua 1 miếng giấy lọc gầy hình quạt.
- Iodua và bromua gây nhiễu trực tiếp và chuẩn độ bằng clorua.
- Trung hòa các mẫu axit hoặc kiềm mạnh trong khoảng pH 2 – 7 với dung dịch chuẩn axit sunfuric 5.25 N hoặc dung dịch chuẩn Natrihydroxit 5.0 N. Xác định lượng axit hoặc bazơ cần thiết trong 1 mẫu đọc lập ví các bản điện cực pH sẽ đưa clorua vào trong mẫu.

Các yếu tố gây nhiễu khi dùng phương pháp Nitrat bạc

- Sắt trong lượng dư của 10mg/L làm che đi điểm cuối.
- Orto-phosphat trong lượng dư của 25mg/L sẽ làm kết tủa bạc.
- Sunfit trong lượng dư của 10mg/L gây nhiễu. Loại bỏ sự gây nhiễu của sunfit bằng cách thêm vào 3 giọt hydroperoxit 30% trong bước 4.
- Loại trừ sự gây nhiễu của sunfua bằng cách thêm vào 1 gói bột chất ức chế sunfua vào khoảng 125mL mẫu, khuấy trộn trong 1 phút và lọc qua 1 miếng giấy lọc gầy hình quạt.
- Cyanua, iodua và bromua gây nhiễu trực tiếp và chuẩn độ bằng clorua.
- Trung hòa các mẫu axit hoặc kiềm mạnh trong khoảng pH 2 – 7 với dung dịch chuẩn axit sunfuric 5.25 N hoặc dung dịch chuẩn Natrihydroxit 5.0 N. Xác định lượng axit hoặc bazơ cần thiết trong 1 mẫu đọc lập ví các bản điện cực pH sẽ đưa clorua vào trong mẫu.

Tóm tắt phương pháp Nitrat thủy ngân

Khi sử dụng dung dịch chuẩn Nitrat thủy ngân, mẫu được chuẩn độ trong điều kiện axit với sự có mặt của chỉ thị diphenylcarbazone. Trong điều kiện 1 lượng dư nhỏ ion thủy ngân, phức màu hồng tím được hình thành với chất chỉ thị là dấu hiệu của điểm cuối.

Tóm tắt phương pháp Nitrat bạc

Mẫu được chuẩn độ với dung dịch chuẩn Nitrat bạc trong sự hiện diện của kalicromat (từ bột chỉ thị clorua 2). Nitrat bạc phản ứng clorua có mặt dẫn đến hình thành Bạc clorua trắng không tan. Sau đó tất cả clorua sẽ kết tủa, các ion bạc phản ứng với lượng dư cromat có mặt để hình thành kết tủa bạc cromat màu đỏ nâu, chỉ ra điểm cuối của phép chuẩn độ.

Đặt mua cuốn *Water Analysis Handbook* của Hach, ấn phẩm xuất bản Lit 8376, để biết thêm thông tin về các cách xác định clorua.

Các thuốc thử cần thiết cho phương pháp Nitrat thủy ngân

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Nhóm các thuốc thử Clorua phương pháp Nitrat thủy ngân (khoảng 100 thí nghiệm)		22726-00
Bao gồm: (2) 836-46, (1) 921-01, (1) 14393-01		
Diphenylcarbazone Reagent Powder Pillows	100/pkg	836-99
Mercuric Nitrate Titration Cartridge, 0.2256 N	mỗi cái	14393-01
Mercuric Nitrate Titration Cartridge, 2.256 N	mỗi cái	921-01
Water, deionized	4 L	272-56

Các thuốc thử cần thiết cho phương pháp Nitrat bạc

Nhóm các thuốc thử Clorua phương pháp Nitrat bạc (khoảng 50 thí nghiệm)		22880-00
Bao gồm: (2) 1057-66, (1) 14396-01, (1) 14397-01		
Chloride 2 Indicator Powder Pillows	50/pkg	1057-66
Silver Nitrate Titration Cartridge, 0.2256 N	mỗi cái	14396-01
Silver Nitrate Titration Cartridge, 1.128 N	mỗi cái	14397-01
Water, deionized	4 L	272-56

Các dụng cụ cần thiết cho phương pháp Nitrat thủy ngân và phương pháp Nitrat bạc

Clippers, for opening pillows	mỗi cái	968-00
Digital Titrator	mỗi cái	16900-01
Flask, Erlenmeyer, 250-mL	mỗi cái	505-46
Chọn 1 hay nhiều hơn dựa trên nồng độ mẫu:		
Cylinder, graduated, 10-mL	mỗi cái	508-38
Cylinder, graduated, 25-mL	mỗi cái	508-40
Cylinder, graduated, 50-mL	mỗi cái	508-41
Cylinder, graduated, 100-mL	mỗi cái	508-42

Các thuốc thử tùy chọn

Chloride Standard Solution, 1000 mg/L Cl ⁻	500 mL	183-49
Chloride Standard Solution Voluette® Ampules,		
12,500 mg/L Cl ⁻ , 10-mL	16/pkg	14250-10
Hydrogen Peroxide, 30%, ACS	200 mL	144-45

Sodium Hydroxide Standard Solution, 5.0 N	100 mL MDB	2450-32
Sulfide Inhibitor Powder Pillows	100/pkg	2418-99
Sulfuric Acid Standard Solution, 5.25 N	100 mL MDB	2449-32

Các dụng cụ tùy chọn

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Bottle, wash, poly, 500-mL	mỗi cái	620-11
Clamp, 2-prong extension, 38-mm	mỗi cái	21145-00
Clamp Holder	mỗi cái	326-00
Demineralizer Assembly, 473-mL	mỗi cái	21846-00
Delivery Tubes, with 180° hook	5/pkg	17205-00
Delivery Tubes, 90° with hook for TitraStir® Stir Plate	5/pkg	41578-00
Filter Paper, folded, 12.5 cm	100/pkg	1894-57
Funnel, poly, 65-mm	mỗi cái	1083-67
Pipet, TenSette®, 0.1 to 1.0 mL	mỗi cái	19700-01
Pipet Tips for 19700-01 TenSette® Pipet	50/pkg	21856-96
Pipet, volumetric, Class A, 2-mL	mỗi cái	14515-36
Pipet, volumetric, Class A, 5-mL	mỗi cái	14515-37
Pipet, volumetric, Class A, 10-mL	mỗi cái	14515-38
Pipet, volumetric, Class A, 20-mL	mỗi cái	14515-20
Pipet, volumetric, Class A, 25-mL	mỗi cái	14515-40
Pipet, volumetric, Class A, 50-mL	mỗi cái	14515-41
Pipet, volumetric, Class A, 100-mL	mỗi cái	14515-42
Pipet Filler, safety bulb	mỗi cái	14651-00
sension™1 Basic Portable pH Meter with electrode	mỗi cái	51700-10
Support Ring Stand	mỗi cái	563-00
TitraStir® Stir Plate, 115 Vac	mỗi cái	19400-00
TitraStir® Stir Plate, 230 Vac	mỗi cái	19400-10
Voluette® Ampule Breaker Kit	mỗi cái	21968-00

CLORUA TỰ DO VÀ CLORUA TỔNG (0 – 3.0 mg/L Cl₂)

Phương pháp 8210

Phương pháp DPD-FEAS



1. Gắn 1 ống dẫn sạch vào ống chuẩn độ Ethylenediammonium Sulfate (FEAS). Gắn cổ định ống vào thân Thiết bị chuẩn độ. Xem phần mô tả chung, từng bước, để có hướng cụ thể nếu cần thiết.



2. Xoay nút phân phối để đẩy một vài giọt dung dịch chuẩn ra ngoài. Xác lập lại Thiết bị đo về 0 và lau sạch phần đầu.

Lưu ý: Để tiện lợi hơn nên sử dụng TitraStir® Stir Plate. Xem phần mô tả chung, bước 3 trong từng bước.



3. Cho 25mL mẫu vào erlen 50mL bằng pipet 25mL



4. Thêm 1 gói bột clo tự do DPD vào mẫu và lắc đều.

Lưu ý: Độ chính xác không bị ảnh hưởng nếu 1 lượng nhỏ bột không tan.

Lưu ý: Xem cách lấy mẫu và lưu trữ mẫu theo các bước này



7. Đặt đầu ống dẫn vào trong dung dịch và lắc erlen trong lúc chuẩn độ ngay lập tức với FEAS cho đến điểm cuối mất màu. Ghi lại số con số cần thiết.

Lưu ý: Hoàn tất việc chuẩn độ thật nhanh.



8. Tính toán: Số con số cần thiết x 0.01 = mg/L Clorua dư



9. Nếu clorua dư tổng số được yêu cầu, quay lại bước 3 và thay thế gói bột clorua tổng DPD ở bước 4. Chờ 3 phút trước khi chuẩn độ. Tiếp tục với bước 5. Kết quả biểu diễn bằng mg/L.

mg/L Clorua tổng - mg/L

Clorua tự do = mg/L

Clorua kết hợp

Lấy mẫu và lưu trữ mẫu

Clo trong nước có thể dễ dàng bị mất. Vì vậy, bắt đầu xác định clo ngay lập tức sau khi lấy mẫu, tránh ánh sáng và xáo trộn quá mức. Không lưu mẫu.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm chuẩn

Việc kiểm tra độ chính xác này được thực hiện khi người phân tích nghi ngờ có các yếu tố gây nhiễu hoặc kiểm tra lại kỹ thuật phân tích.

1. Bẻ gãy đầu ống của Chloride Standard Solution PourRite™ Ampule.
2. Sử dụng pipet TenSette® để lấy 0.10mL, 0.20mL, 0.30mL chất chuẩn tương ứng vào 3 mẫu 25mL. Khuấy trộn từng mẫu.
3. Phân tích từng mẫu như mô tả trong phương pháp.
4. Mỗi 0.10mL chất chuẩn thêm vào đòi hỏi khoảng 20 con số. Kiểm tra giấy chứng nhận kèm theo các PourRite Ampule để có được nồng độ chính xác. Để xác định chính xác số lượng con số cần thiết cho mỗi 0,2 mL thêm vào, lấy nồng độ chính xác nhân với thể tích thêm vào tính bằng mL và nhân với 4 (Ví dụ: 50 mg/L x 0.1 mL x 4 = 20 con số.). Nếu sự gia tăng đồng nhất không xảy ra, tham khảo phụ lục A: Kiểm tra độ chính xác và thêm chuẩn.

Các yếu tố gây nhiễu

Nhiệt độ phòng cao hơn có xu hướng dẫn đến lượng dư clo tự do cao hơn vì phản ứng với cloramin. Nhiệt độ phòng cao hơn cũng dẫn đến tăng sự phai màu. Nếu mẫu có chứa hơn 250 mg/L CaCO_3 độ kiềm hoặc 150 độ axit mg/L CaCO_3 , mẫu có thể không xuất hiện lượng màu đầy đủ hoặc có thể bị phai màu ngay lập tức. Để khắc phục sự gây nhiễu này, điều chỉnh độ pH của một mẫu 25 mL độc lập đến pH khoảng 6 - 7 bằng cách thêm vào 1 lượng nhỏ chất chuẩn axit sulfuric 1 N hay chất chuẩn Natrihydroxit 1 N và sử dụng Thiết bị đo pH. Ghi lại lượng axit hoặc bazo cần thiết đã thêm vào. Thêm lượng axit hoặc bazo này vào mẫu để kiểm tra và tiếp tục với bước 4.

Brom, iod, ozon và các chất oxy hóa hình thành từ mangan và crom cũng sẽ phản ứng và cho kết quả như clo. Để làm cân bằng những ảnh hưởng của mangan, Mn^{4+} , crom, Cr^{6+} , thêm ba giọt Kali Iod 30 g/L vào 25 mL mẫu. Pha trộn và chờ một phút. Thêm ba giọt Natri asenit 5 g/L và pha trộn. Phân tích dung dịch này như mô tả ở trên. (Nếu crom hiện diện, làm theo 1 cách chính xác các giai đoạn phản ứng tương tự trong bước 7 với DPD cho cả hai phép phân tích.) Trừ các kết quả từ những phân tích ban đầu chính xác cho phần gây nhiễu.

Tóm tắt phương pháp

Phương pháp DPD-FEAS cung cấp một phương pháp để xác định clo tự do sẵn có và ước tính tỷ lệ clo tự do và clo kết hợp. Các loại màu đỏ tươi là kết quả của quá trình oxy hóa DPD bởi clo, bị phá hủy số lượng bằng cách chuẩn độ với sulfat ethylenediammonium chứa sắt và thể tích của dung dịch chuẩn cần thiết để đạt được một điểm cuối không màu là tỷ lệ thuận với nồng độ clo. Tổng số clo dư cũng có thể được xác định bằng thử nghiệm này.

Các thuốc thử cần thiết

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Hardness 1 Buffer Solution	100 mL MDB	424-32
ManVer® 2 Hardness Indicator Powder Pillows	100/pkg	851-99
Magnesium Chloride Titration Cartridge, 0.0800 M	mỗi cái	20625-01

Các dụng cụ cần thiết

Cylinder, graduated, 100-mL	mỗi cái	508-42
Digital Titrator	mỗi cái	16900-01
Flask, Erlenmeyer, 125 mL	mỗi cái	505-43

Các thuốc thử tùy chọn

EDTA Standard Solution, 0.035 N	100 mL MDB	23499-32
ManVer® 2 Hardness Indicator Powder	113 g	280-14
ManVer® 2 Hardness Indicator Solution	100 mL MDB*	425-32
Phenolphthalein Indicator Solution, 5 g/L	100 mL MDB*	162-32
Sulfuric Acid Standard Solution, 5.25 N	100 mL MDB	2449-32
Water, deionized	4 L	272-56

Các dụng cụ tùy chọn

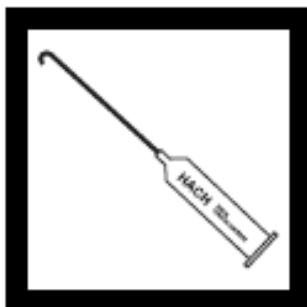
Clamp, 2-prong extension, 38 mm	mỗi cái	21145-00
Clamp Holder	mỗi cái	326-00
Clippers (shears), 7.25 inch	mỗi cái	23694-00
Delivery Tubes, with 180° hook	5/pkg	17205-00
Delivery Tubes, 90° with hook for TitraStir® Stir Plate	5/pkg	41578-00
Filter Paper, folded, 12.5 cm	100/pkg	1894-57
Flask, Erlenmeyer, 250 mL	mỗi cái	505-46
Funnel, analytical, poly, 65 mm	mỗi cái	1083-67
Pipet, TenSette®, 0.1 to 1.0 mL	mỗi cái	19700-01
Pipet Tips for 19700-01 TenSette® Pipet	50/pkg	21856-96
Spoon, measuring, 0.5 gram	mỗi cái	907-00
Support Ring Stand	mỗi cái	563-00
TitraStir® Stir Plate, 115 Vac	mỗi cái	19400-00
TitraStir® Stir Plate, 230 Vac	mỗi cái	19400-10

* Liên hệ với Hach để có kích cỡ lớn hơn.

CLO TỔNG

Phương pháp chuẩn độ Iod (1 – 400 mg/L Cl_2 sử dụng Natri thiosunfat)

Phương pháp 8209



1. Chọn thẻ tích mẫu và Cartridge chuẩn độ Natri thiosunfat tương ứng với nồng độ Clo sẽ phân tích từ bảng 1.

2. Gắn 1 ống phân phối sạch vào Cartridge chuẩn độ. Gắn cố định Cartridge vào thân thiết bị chuẩn độ. Xem phần mô tả chung, các bước thực hiện, để có hướng dẫn cụ thể nếu cần thiết.

3. Làm đầy ống phân phối bằng cách xoay nút phân phối để đẩy 1 vài giọt dung dịch chuẩn ra ngoài. Xác lập lại máy đo về 0 và lau sạch phân đầu ống.

Lưu ý: Để thuận lợi hơn, sử dụng bàn khuấy TitraStir®. Xem phần mô tả chung, bước 3 trong phần Các bước thực hiện.

4. Sử dụng một ống đong sạch có chia vạch để lấy mẫu. Đổ mẫu vào erlen 125mL hay 250mL sạch. Pha loãng đến vạch 100mL với nước khử ion.

Lưu ý: Xem cách lấy mẫu và lưu trữ mẫu theo các bước này

Bảng 1

Khoảng (mg/L Cl_2)	Thẻ tích mẫu (mL)	Cartridge chuẩn độ (N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)	Mã hàng	Hệ số
1-4	100	0.02256	24091-01	0.01
2-8	50	0.02256	24091-01	0.02
5-20	20	0.02256	24091-01	0.05
10-40	10	0.02256	24091-01	0.10
20-80	5	0.02256	24091-01	0.20
50-200	2	0.02256	24091-01	0.50
100-400	1	0.02256	24091-01	1.00



5. Thêm 2 ống nhỏ giọt (2mL) dung dịch đệm Acetat và lắc đều.



6. Cất phần cuối gói bột Kali iodua. Thêm phần chứa bên trong gói vào erlen và lắc đều.



7. Đặt đầu ống phân phối vào trong dung dịch và lắc erlen trong lúc chuẩn độ với Natri thiosunfat cho đến khi dung dịch có màu vàng nhạt.



8. Thêm 1 gói chỉ thị hồ tinh bột và lắc đều. Màu xanh sẫm sẽ xuất hiện.



9. Tiếp tục chuẩn độ đến khi dung dịch chuyển từ màu xanh sẫm đến mất màu.

10. Tính toán: Số đơn vị cần thiết x hệ số = mg/L Clo tổng (Cl₂).

Lưu ý: Các bước thực hiện này có thể được sử dụng để kiểm tra nồng độ nếu clo không hiện diện. Nhân kết quả thí nghiệm tương ứng (mg/L Clo) với 3.58 hoặc 2.25, để biểu diễn chính xác nồng độ của brom hoặc iod chứa trong mẫu.

Lấy mẫu và lưu trữ mẫu

Thu thập ít nhất 200 mL mẫu trong một bình chứa polyethylene hay thủy tinh sạch. Phân tích tại chỗ hoặc ngay khi có thể sau khi thu thập.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp bổ sung dung dịch chuẩn

Việc kiểm tra độ chuẩn xác này được thực hiện khi bạn nghi ngờ có các chất gây nhiễu hoặc kiểm tra lại kỹ thuật phân tích.

1. Bẻ gãy đầu ống tiêm dung dịch chuẩn Clorua PourRite™.
2. Sử dụng pipet TenSette® và thêm 0.20mL, 0.40mL, 0.60mL dung dịch chuẩn tương ứng vào 3 mẫu có cùng thể tích đã sử dụng trong phương pháp này. Khuấy trộn từng mẫu.
3. Phân tích từng mẫu như mô tả trong phương pháp.
4. Mỗi 0.20mL chất chuẩn thêm vào đòi hỏi khoảng 10 đơn vị. Kiểm tra giấy chứng nhận kèm theo các PourRite Ampule để có được nồng độ đúng. Để xác định đúng số lượng đơn vị cần thiết cho mỗi 0,2 mL thêm vào, lấy nồng độ đúng nhân với thể tích thêm vào tính bằng mL (Ví dụ: 50 mg/L x 0.2 mL = 10 đơn vị.). Nếu sự gia tăng đồng nhất không xảy ra, tham khảo phụ lục A: Kiểm tra độ chính xác và bổ sung dung dịch chuẩn.

Phương pháp chuẩn độ Iod (20 – 70000 mg/L Cl_2 sử dụng Natri thiosunfat)



1. Chọn thể tích mẫu và Cartridge chuẩn độ Natrithiosunfat tương ứng với nồng độ Clo sẽ phân tích từ bảng 2.
2. Gắn 1 ống phân phối sạch vào Cartridge chuẩn độ. Gắn cố định Cartridge vào thân thiết bị chuẩn độ. Xem phần mô tả chung, các bước thực hiện, để có hướng dẫn cụ thể nếu cần thiết.
3. Làm đầy ống phân phối bằng cách xoay nút phân phối để đẩy 1 vài giọt dung dịch chuẩn ra ngoài. Xác lập lại máy đo về 0 và lau sạch phân đầu ống.
4. Sử dụng một pipet hoặc một ống đong có chia vạch đo lấy mẫu từ bảng 2. Chuyển mẫu vào erlen 125mL và pha loãng đến vạch 50mL với nước khử ion.

Lưu ý: Để thuận lợi hơn, sử dụng bàn khuấy TitraStir®. Xem phần mô tả chung, bước 3 trong phần Các bước thực hiện

Lưu ý: Xem cách lấy mẫu và lưu trữ mẫu theo các bước này

Bảng 2

Khoảng xác định (mg/L Cl ₂)	Thể tích mẫu (mL)	Cartridge chuẩn độ (N Na ₂ S ₂ O ₃)	Mã hàng	Hệ số nhân
20-80	25	0.113	22673-01	0.2
50-200	10	0.113	22673-01	0.5
100-400	5	0.113	22673-01	1
250-1000	2	0.113	22673-01	2.5
500-2000	1	0.113	22673-01	5
2000-9000	4	2.00	14401-01	22.2
(0.2-0.9%)				
5000-18,000	2	2.00	14401-01	44.3
(0.5-1.8%)				
10,000-35,000	1	2.00	14401-01	88.7
(1.0-3.5%)				
20,000-70,000	0.5	2.00	14401-01	177
(2.0-7.0%)				



5. Thêm vào 1 gói bột oxy hòa tan 3.

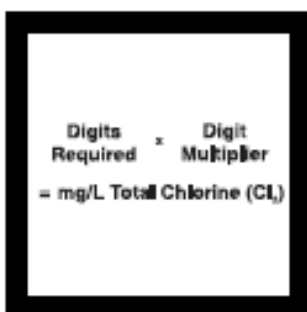
Lưu ý: Thông thường việc thêm vào gói bột sẽ làm giảm pH đến 4 hoặc thấp hơn. Nếu kích thước mẫu lớn và có độ kiềm cao, kiểm tra lại pH dung dịch là 4 hay thấp hơn bằng máy đo pH hay giấy pH trước khi tiến hành

6. Nếu sử dụng Cartridge chuẩn độ 2.00 N, thêm 1 gói bột Kali iodua (số Cat. 20599-96) vào erlen và lắc đều.

Nếu sử dụng Cartridge chuẩn độ 0.113 N, thêm 1 gói bột Kali iodua (số Cat. 1077-99) vào erlen và lắc đều.

7. Đặt đầu ống phân phối vào trong dung dịch và lắc erlen trong lúc chuẩn độ với Natri thiosunfat cho đến khi dung dịch có màu vàng nhạt.

8. Thêm 1 ống nhỏ giọt đầy dung dịch chỉ thị hồ tinh bột và lắc đều. Màu xanh sẫm sẽ xuất hiện.



9. Tiếp tục chuẩn độ đến khi dung dịch chuyển từ màu xanh sẫm đến mất màu.

10. Tính toán: Số đơn vị cần thiết x hệ số = mg/L Clo tổng (Cl_2).

Để chuyển đổi kết quả trên thành clo phần trăm đương lượng (Cl_2), chia cho 10,000.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp bổ sung dung dịch chuẩn

Kiểm tra độ chuẩn xác là chỉ có thể áp dụng được cho ống chuẩn độ 0.113 N. Thực hiện khi nghi ngờ có các chất gây nhiễu hoặc để xác minh kỹ thuật phân tích.

1. Bẻ gãy đầu ống tiêm dung dịch chuẩn Clorua PourRite™.
2. Sử dụng pipet TenSette® (hoặc pipet thủy tinh) để thêm 1.0mL, 2.0mL, 3.0mL dung dịch chuẩn tương ứng vào 3 mẫu có cùng thể tích đã sử dụng trong các bước này.
3. Phân tích từng mẫu như mô tả trong các bước thực hiện.
4. Mỗi 1.0mL dung dịch chuẩn thêm vào đòi hỏi khoảng 10 đơn vị của Cartridge chuẩn độ 0.113 N. Kiểm tra giấy chứng nhận kèm theo các PourRite Ampule để có được nồng độ đúng. Để xác định đúng số lượng đơn vị cần thiết cho mỗi 1.0 mL thêm vào, lấy nồng độ đúng nhân với thể tích thêm vào tính bằng mL, và chia cho 5. Ví dụ: $(50 \text{ mg/L} \times 1.0 \text{ mL}) \div 5 = 10$ đơn vị. Nếu sự gia tăng đồng nhất không xảy ra, tham khảo phụ lục A: Kiểm tra độ chuẩn xác và bổ sung dung dịch chuẩn.

Tóm tắt phương pháp

Tổng nồng độ clo bằng nồng độ của clo tự do và clo kết hợp. Clo tự do phản ứng dễ dàng với amoniac để tạo ra clo kết hợp như monochloramin. Khi kali iodua được thêm vào một mẫu có chứa clo ở độ pH nhỏ hơn 8, iod tự do được giải phóng theo hướng tỷ lệ thuận với số clo tổng hiện diện. Iod sau đó được chuẩn độ với dung dịch natri thiosulfat.

Các thuốc thử cần thiết (cho sử dụng Cartridge chuẩn độ 0.02256 N)

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Acetate Buffer Solution, pH 4.....	100 mL MDB	14909-32
Potassium Iodide Powder Pillows	100/pkg	1077-99
Starch Indicator Solution.....	100 mL MDB	349-32
Sodium Thiosulfate Titration Cartridge, 0.02256 N	mỗi cái	24091-01

Các thuốc thử cần thiết (cho sử dụng ống chuẩn độ 0.113 N)

Chlorine Reagent Set, 20-2,000 mg/L (about 100 tests)	22725-00
Bao gồm: (1) 349-32, (1) 987-99, (1) 1077-99, (1) 22673-01	

Dissolved Oxygen 3 Powder Pillows	100/pkg	987-99
Potassium Iodide Powder Pillows	100/pkg	1077-99
Sodium Thiosulfate Titration Cartridge, 0.113 N	mỗi cái	22673-01
Starch Indicator Solution.....	100 mL MDB*	349-32
Water, deionized	4 L	272-56

Các thuốc thử cần thiết (cho sử dụng ống chuẩn độ 2.00 N)

Chlorine Reagent Set, 2,000-70,000 mg/L (about 100 tests)	24448-00
Bao gồm: (1) 349-32, (1) 987-99, (2) 14401-01, (2) 20599-96	

Dissolved Oxygen 3 Powder Pillows	100/pkg	987-99
Potassium Iodide Powder Pillows	50/pkg	20599-96
Sodium Thiosulfate Titration Cartridge, 2.00 N	mỗi cái	14401-01
Starch Indicator Solution.....	100 mL MDB*	349-32
Water, deionized	4 L	272-56

Các dụng cụ cần thiết

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Clippers, for opening pillows	mỗi cái	968-00
Digital Titrator.....	mỗi cái	16900-01
Flask, Erlenmeyer, 125 mL	mỗi cái	505-43
Pipet Filler, 3-valve	mỗi cái	12189-00

Chọn 1 hay nhiều hơn dựa trên nồng độ mẫu:

Pipet, serological, 1 mL.....	mỗi cái	532-35
Pipet, volumetric, Class A, 1 mL	mỗi cái	14515-35
Pipet, volumetric, Class A, 2 mL	mỗi cái	14515-36
Pipet, volumetric, Class A, 4 mL	mỗi cái	14515-04
Pipet, volumetric, Class A, 5	mỗi cái	14515-37
Pipet, volumetric, Class A, 10 mL	mỗi cái	14515-38
Pipet, volumetric, Class A, 25 mL	mỗi cái	14515-40

Các thuốc thử tùy chọn

Chlorine Standard Solution, PourRite™ Ampules, 50-75 mg/L as Cl ₂ , 2 mL	20/pkg	14268-20
--	--------	----------

Các dụng cụ tùy chọn

Clamp, 2-prong, extension, 38 mm.....	mỗi cái	21145-00
Clamp Holder.....	mỗi cái	326-00
Cylinder, graduated, 5 mL	mỗi cái	508-37
Cylinder, graduated, 10 mL	mỗi cái	508-38
Cylinder, graduated, 25 mL	mỗi cái	508-40

* Liên hệ với Hach để có kích cỡ lớn hơn.

Tài liệu hướng dẫn sử dụng Digital Titrator-bản dịch do Hach Việt Nam thực hiện

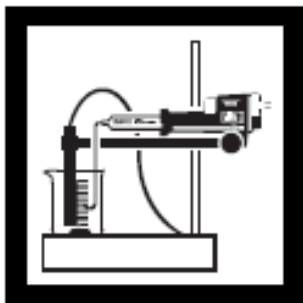
Delivery Tubes, with 180° hook	5/pkg	17205-00
Delivery Tubes, 90° with hook for TitraStir® Stir Plate	5/pkg	41578-00
Pipet, TenSette®, 0.1 to 1.0 mL	mỗi cái	19700-01
Pipet Tips for 19700-01 TenSette® Pipet.....	50/pkg	21856-96
pH Paper, 1-11 pH	5 rolls/pkg	391-33
PourRite™ Ampule Breaker.....	mỗi cái	24846-00
sension™1 Basic Portable pH Meter with electrode	mỗi cái	51700-10
Support Ring Stand	mỗi cái	563-00
TitraStir® Stir Plate, 115 Vac	mỗi cái	19400-00
TitraStir® Stir Plate, 230 Vac	mỗi cái	19400-10

CLO TỰ DO (0 - 1000 μ g/L Cl₂)

Chuẩn độ thuận amperometric

Phương pháp 10024

USEPA đã chấp nhận báo cáo *



1. Lắp ráp các hệ thống chuẩn độ kỹ thuật số Amperometric theo các hướng dẫn trong cuốn *Tài liệu hướng dẫn thiết bị chuẩn độ Amperometric*.

2. Cài đặt Cartridge Phenylarsine Oxide (PAO) 0,00564 N. Làm đầy ống phân phối bằng cách xoay nút phân phối để đẩy 1 vài giọt dung dịch chuẩn ra ngoài. Xác lập lại máy đo về 0 và lau sạch phân đầu ống.

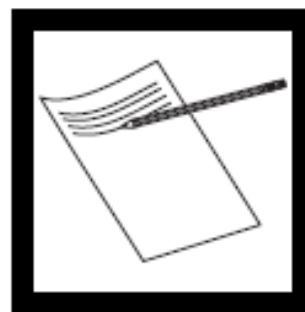
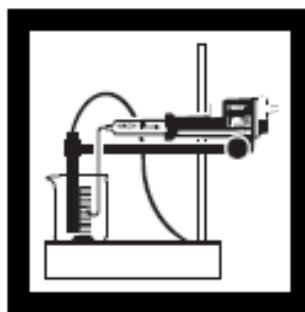
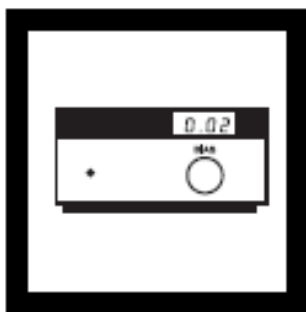
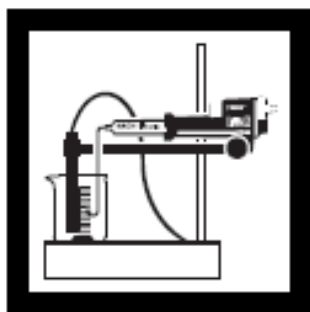
Lưu ý: Khi một đầu dò mới được đặt trong dịch vụ hoặc khi đầu dò không được sử dụng gần đây, chuẩn bị theo các hướng dẫn ổn định đầu dò trong cuốn *Tài liệu hướng dẫn thiết bị chuẩn độ Amperometric*

3. Với kích động tối thiểu, đo 200 mL mẫu bằng một ống đong sạch có chia vạch. Chuyển mẫu vào một cốc thủy tinh 250 mL sạch có chứa thanh khuấy 50 mm được cung cấp cùng với hệ thống.

Lưu ý: Thanh khuấy động không đúng kích thước có thể dẫn đến bay hơi clo, sự bất ổn của việc đọc và mất độ nhạy.

4. Thêm 1 mL dung dịch đệm Phosphate pH 7. **Lưu ý:** Nếu độ pH của mẫu trong khoảng 6.5 – 7.5, không phải thêm đệm.

* Phương pháp tương đương với Phương pháp tiêu chuẩn cho kiểm tra nước và nước thải 4500 Cl D đối với nước uống.



5. Đặt cốc thủy tinh trên bàn khuấy TitraStir® và nhúng đầu của các đầu dò và ống phân phối vào trong dung dịch. Dây bạch kim của đầu dò phải được ngập nước. Bật máy khuấy.

6. Lưu ý kết quả đọc LED trên thiết bị chuẩn độ Amperometric. Mở khóa bộ điều khiển BIAS và điều chỉnh núm điều khiển BIAS cho đến khi đạt được khoảng 0.50-0.60. Khóa bộ điều khiển BIAS.

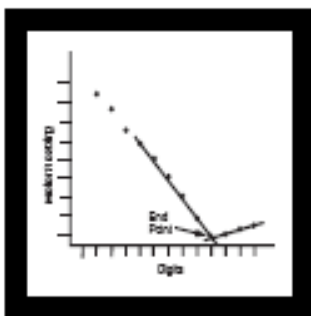
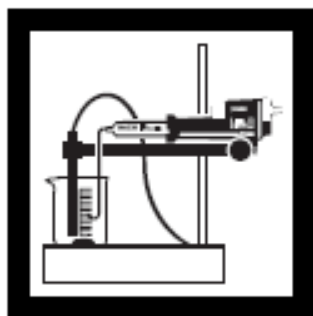
Lưu ý: Việc điều chỉnh BIAS kiểm soát độ dốc của đường cong chuẩn độ. Kết quả đọc trên dụng cụ đo thực tế là không quan trọng, nhưng đúng hơn là sự thay đổi trong các bài đọc trong quá trình chuẩn độ. Việc điều chỉnh không cần phải chính xác.

7. Sử dụng nút phân phối của thiết bị chuẩn độ hiển thị số, phân chia dung dịch tiêu chuẩn PAO gia tăng 5-10 con số trong khi chú ý đọc LED.

Lưu ý: Nếu clo chứa trong mẫu cao, thêm dung dịch chuẩn với tốc độ nhanh hơn, chỉ quan tâm đến điểm cuối của phép chuẩn độ và khối lượng của dung dịch chuẩn được sử dụng tại thời điểm kết thúc. Ví dụ, nếu chlorine chứa trong mẫu khoảng 500 mg/L, tăng đến 300 con số của PAO 0,00564 N có thể được thêm vào cùng một lúc. Khi điểm cuối gần đến, phân phối với gia số nhỏ hơn.

Lưu ý: Nếu các chất khử dư như sunfit, bisunfit hay sunfua dioxit có mặt trong mẫu, kết quả đọc LED sẽ không giảm và thậm chí có thể tăng. Điều này cho thấy rằng không có clo tự do hiện diện trong mẫu.

8. Khi điểm cuối của phép chuẩn độ đang đến gần, ghi kết quả đọc LED cùng với những con số tương ứng được hiển thị trên các máy đếm chuẩn độ hiển thị số. Gần điểm cuối của phép chuẩn độ, thêm 2 đến 5 con số của dung dịch tiêu chuẩn, chờ một vài giây cho kết quả đọc ổn định và ghi lại.



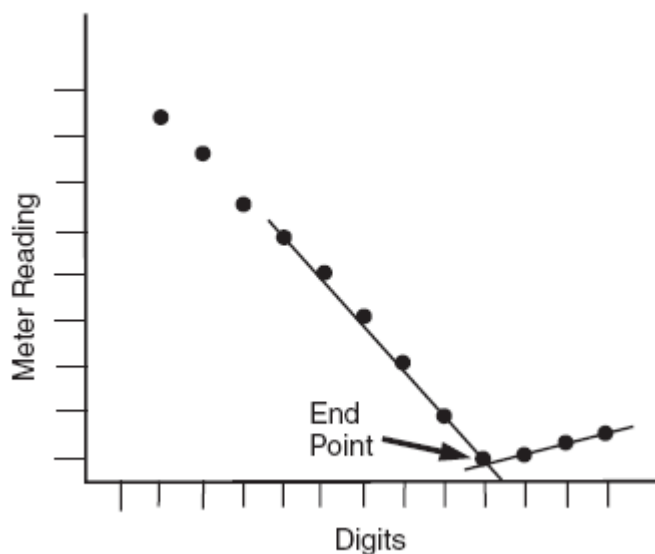
Digits at
End Point $\times 1.25$
= $\mu\text{g/L}$ Free Chlorine
as Cl_2

9. Tiếp tục chuẩn độ, ghi ít nhất ba điểm trên đường cong dốc xuống và ít nhất là ba điểm sau khi đã đạt tới điểm kết thúc. Các điểm sau này sẽ có chút thay đổi trong kết quả đọc LED.

10. Sử dụng giấy đồ thị tuyến tính, vẽ đồ thị các kết quả đọc ghi từ thiết bị chuẩn độ Amperometric trên trục thẳng đứng và các con số của thiết bị chuẩn độ hiển thị số tương ứng trên trục ngang. Vẽ hai đường giao nhau thông qua các điểm, xem hình 1. Xác định số lượng các con số tại giao điểm của các đường, đây là điểm cuối.

11. Tính toán $\mu\text{g/L}$ clo tự do: Số con số tại điểm cuối $\times 1.25 = \mu\text{g/L}$ Clo dư Cl_2

Hình 1: Đồ thị mẫu



Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp bổ sung dung dịch chuẩn*

1. Bể gấy đầu ống tiêm dung dịch chuẩn Clo PourRite™. Lưu ý giá trị tiêu chuẩn của dung dịch chuẩn biểu diễn bằng mg/L.
2. Chia một mẫu sạch thành hai phần 200 mL.
3. Sử dụng Pipet TenSette®, thêm 0.1-0.5 mL dung dịch chuẩn vào một phần, và lắc đều. Đây là mẫu tăng lên.
4. Phân tích cả 2 mẫu và mẫu tăng lên, ghi lại nồng độ clo của mỗi.
5. Tính nồng độ lý thuyết của các mẫu tăng lên:

$$\text{Nồng độ lý thuyết} = \frac{(C_u \times V_u) + (C_s \times V_s)}{V_u + V_s}$$

Trong đó:

C_u = nồng độ mẫu đo được, mg/L ($\mu\text{g/L}$ chia cho 1000)

V_u = thể tích mẫu tính bằng mL

C_s = nồng độ clo tiêu chuẩn (mg/L, giá trị chứng nhận)

V_s = thể tích chất chuẩn được thêm vào tính bằng mL

6. Tính% sự phục hồi tăng lên:

$$\% \text{ sự phục hồi tăng lên} = \frac{\text{Kết quả mẫu tăng lên tính bằng mg/L}}{\text{nồng độ lý thuyết tính toán, mg/L}} \times 100$$

Ví dụ:

Kết quả mẫu (C_u) = 120 $\mu\text{g/L}$ hay 0.120 mg/L

Kết quả mẫu tăng lên = 185 $\mu\text{g/L}$ hay 0.185 mg/L

Thể tích mẫu (V_u) = 200mL

Thể tích tiêu chuẩn (V_s) = 0.2mL

Clo tiêu chuẩn (C_s) = 68.1 mg/L

$$\text{Nồng độ lý thuyết} = \frac{(0.120 \times 200) + (68.1 \times 0.2)}{200 + 0.2} = 0.188 \text{ mg/L}$$

$$\% \text{ sự phục hồi tăng lên} = \frac{0.185 \text{ mg/L}}{0.188 \text{ mg/L}} \times 100 = 98\%$$

Lý tưởng nhất, phần trăm phục hồi là 100%. Nói chung, kết quả từ việc phục hồi là 80-120% được coi là chấp nhận được.

* Các tiêu chuẩn kỹ thuật bổ sung không áp dụng được cho các mẫu có chứa các chất làm giảm nồng độ như sulfur dioxide, sulfite, hoặc bisulfite.

Độ chụm

Trong phòng thí nghiệm độc lập, sử dụng một dung dịch chuẩn 338 µg/L Clo, người vận hành đạt được độ lệch chuẩn là $\pm 5,2$ µg/L clo.

Giới hạn phát hiện

Với kỹ thuật vận hành tốt, nồng độ phát hiện được ước tính là khoảng 15 µg/L Clo bằng cách sử dụng PAO 0,00564 N.

Lấy mẫu và lưu trữ mẫu

Clo thoát nhanh chóng khỏi nước. Tránh tiếp xúc với ánh sáng mặt trời hoặc ánh sáng mạnh khác. Tránh xáo động quá mức. Phân tích mẫu ngay lập tức.

Các yếu tố gây nhiễu

- Các ion bạc làm hư hại bản điện cực.
- Các ion đồng gây nhiễu.
- Các chất gây nhiễu đôi khi được tìm thấy trong nước có độ đục cao và chúng chứa các chất hoạt động bề mặt.
- Mangan bị oxy hóa và các chất oxy hóa khác gây ra sai số dương.
- Một số không chắc chắn trong các điểm cuối có thể được quan sát với các mẫu có chứa hàm lượng hữu cơ cao.
- Các mẫu có chứa các chất làm giảm nồng độ như sulfur dioxide, sulfite, và bisulfite không chứa clo tự do và không thể được chuẩn độ theo các điều kiện của thử nghiệm.
- Mẫu đậm đặc hoặc pH mẫu đạt cực trị có thể vượt quá khả năng đệm của thuốc thử đệm. Nếu cần thiết, thêm bộ đệm bổ sung và kiểm tra độ pH của mẫu trước khi chuẩn độ.

Tóm tắt phương pháp

Trong phương pháp chuẩn độ thuận amperometric clo tự do, một dòng điện được áp dụng chạy qua hai điện cực bạch kim giống hệt nhau. Không có dòng điện nào có thể chạy giữa các điện cực, trừ khi hiện diện cả 2 chất, một chất có thể bị oxy hóa ở cực dương và một chất có thể bị khử ở cực âm. Trong trường hợp của chuẩn độ clo tự do với phenylarsine oxit (PAO), clo bị khử ở cực âm thành clorua do có sự bổ sung PAO và PAO bị oxy hóa từ trạng thái oxy hóa +3 đến trạng thái oxy hóa +5 ở cực dương. Trước khi đến điểm cuối của chuẩn độ, cả clo tự do và clorua hiện diện trong dung dịch, cho phép dòng điện chạy qua, thậm chí với một điện thế ứng dụng rất nhỏ. Tại điểm kết thúc, không có clo tự do giữ lại và dung dịch không thể dẫn điện ngay cả khi chất thử chuẩn PAO được thêm vào dư. Điểm cuối cùng được xác định khi không có sự thay đổi trong dòng điện xảy ra, báo hiệu tất cả clo tự do được phản ứng.

Các thuốc thử cần thiết

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Phenylarsine Oxide Solution, 0.00564 N Digital Titrator Cartridge	mỗi cái.....	1999-01
Phosphate Buffer Solution, pH 7	100 mL MDB.....	21553-32

Các dụng cụ cần thiết

Amperometric Titrator Assembly	mỗi cái.....	19299-00
Digital Titrator	mỗi cái.....	16900-01
Beaker, low-form, 250 mL.....	mỗi cái.....	500-46

Cylinder, graduated, 250 mL	mỗi cái.....	508-46
Delivery Tubes, 90° with hook	5/pkg.....	41578-00
Probe Assembly, Amperometric Titrator	mỗi cái.....	19390-00
Stir Bar, octagonal, Teflon-coated, 50.8 x 7.9 mm	mỗi cái.....	20953-55
TitraStir® Stir Plate, 115 Vac	mỗi cái.....	19400-00
TitraStir® Stir Plate, 230 Vac	mỗi cái.....	19400-10

Các thuốc thử tùy chọn

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Chlorine Standard Solution PourRite™ Ampules, 50-75 mg/L Cl ₂ , 2 mL	20/pkg.....	14268-20
Water, deionized.....	4 L.....	272-56

Các dụng cụ tùy chọn

Pipet, TenSette® 0.1 to 1.0 mL	mỗi cái.....	19700-01
Pipet Tips for 19700-01 TenSette® Pipet.....	50/pkg.....	21856-96
PourRite™ Ampule Breaker.....	mỗi cái.....	24846-00
Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 19th edition.....	mỗi cái.....	22708-00

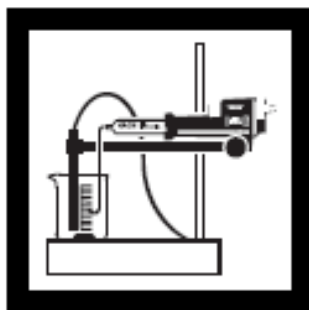
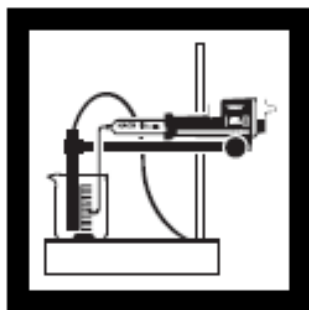
CLO TỔNG (6 – 1000 $\mu\text{g/L Cl}_2$)

Chuẩn độ ngược Amperometric

Phương pháp 10025

USEPA đã chấp nhận báo cáo *

Giai đoạn 1: Điều chỉnh độ dốc đặc trưng cho điện cực



1. Lắp ráp hệ thống thiết bị chuẩn độ hiển thị số Amperometric theo các hướng dẫn trong cuốn *Tài liệu hướng dẫn thiết bị chuẩn độ Amperometric*

2. Cài đặt Cartridge dung dịch chuẩn Iod 0.028 N. Làm đầy ống phân phối bằng cách xoay nút phân phối để đẩy 1 vài giọt dung dịch chuẩn ra ngoài. Xác lập lại máy đo về 0 và lau sạch phần đầu ống.

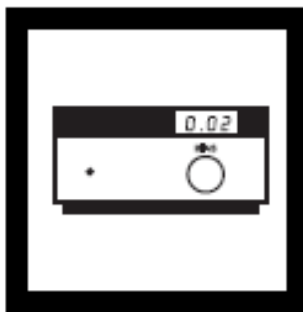
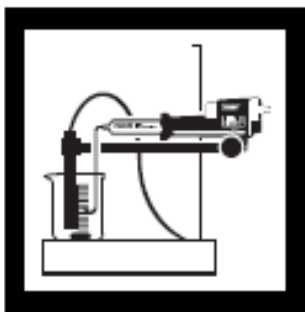
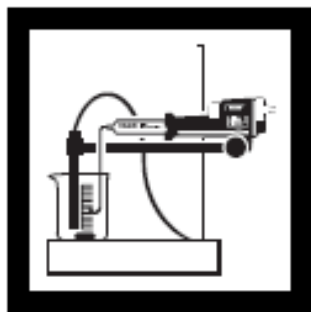
Lưu ý: Khi một đầu dò mới được đặt trong dịch vụ hoặc khi đầu dò không được sử dụng gần đây, chuẩn bị theo các hướng dẫn ổn định đầu dò trong cuốn *Tài liệu hướng dẫn thiết bị chuẩn độ Amperometric*.

3. Sử dụng 1 ống đong có chia vạch đo 200 mL nước khử ion cho vào một cốc thủy tinh 250 mL sạch. Đặt thanh khuấy 50 mm được cung cấp cùng với hệ thống vào cốc thủy tinh.

Lưu ý: Thanh khuấy động không đúng kích thước có thể dẫn đến bay hơi iod, sự bất ổn của việc đọc và mất độ nhạy.

4. Thêm 1 mL dung dịch đệm Acetat pH 4 và 1 gói Kali iodua.

* Phương pháp tương đương với Phương pháp USEPA 330.2 và phương pháp tiêu chuẩn cho Kiểm tra nước và nước thải (17 ed.) 4500-Cl C đối với nước thải.



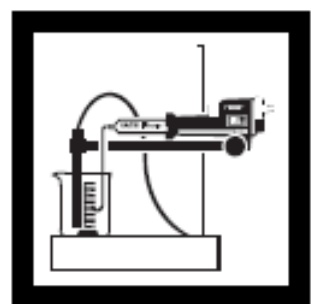
5. Đặt cốc thủy tinh trên bàn khuấy TitraStir® và nhúng đầu của các đầu dò và ống phân phối vào trong dung dịch. Dây bạch kim của đầu dò phải được ngập nước. Bật máy khuấy.

6. Sử dụng nút phân phối của máy chuẩn độ kỹ thuật số, thêm 50 con số của dung dịch chuẩn Iod tiêu chuẩn.

7. Lưu ý kết quả đọc LED trên thiết bị chuẩn độ Amperometric. Mở khóa bộ điều khiển BIAS và điều chỉnh nút điều khiển BIAS cho đến khi đạt được khoảng 0.50-0.60. Khóa bộ điều khiển BIAS.

8. Gỡ bỏ các cần của đầu dò khỏi cốc thủy tinh và rửa sạch các dây bạch kim với nước khử ion. Việc điều chỉnh độ dốc đặc trưng cho điện cực hoàn tất.

Giai đoạn 2: Tiêu chuẩn hóa dung dịch chuẩn Iod



1. Cài đặt hệ thống thiết bị chuẩn độ hiển thị số Amperometric như trong Giai đoạn 1: *Điều chỉnh độ dốc đặc trưng cho điện cực* nếu nó không được thực hiện. Xác lập lại máy đo chuẩn độ kỹ thuật số về không và lau sạch phần đầu.

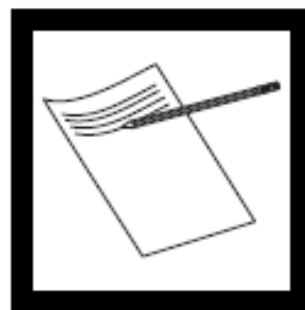
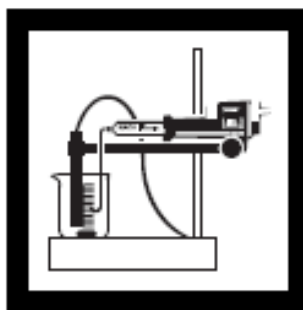
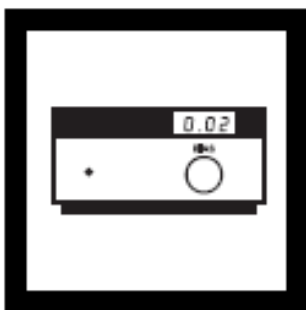
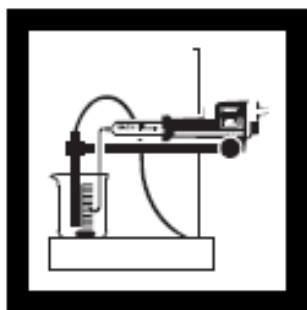
2. Sử dụng 1 ống đong có chia vạch đo 200 mL nước khử ion cho vào một cốc thủy tinh 250 mL sạch. Đặt thanh khuấy 50 mm được cung cấp cùng với hệ thống vào cốc thủy tinh.

Lưu ý: Thanh khuấy động không đúng kích thước có thể dẫn đến bay hơi iod, sự bất ổn của việc đọc và mất độ nhạy.

3. Sử dụng pipet loại A chuyển 1.00mL dung dịch Natri thiosulfat 0.00564 N vào cốc thủy tinh. Khuấy trộn hỗn hợp.

Lưu ý: Ngoài ra, có thể sử dụng Phenylarsine Oxide (PAO) 0.00564 N, mã hàng 1999, thay vì dùng thiosulfat.

4. Thêm 1 mL dung dịch đệm Acetat pH 4 và 1 gói bột Kali iodua.



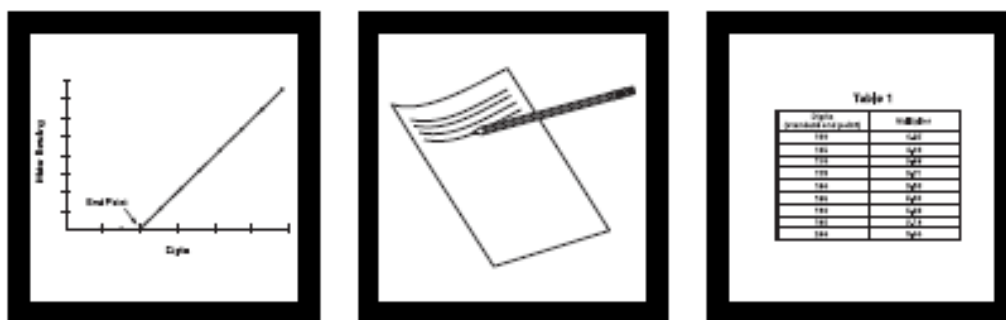
5. Đặt cốc thủy tinh trên bàn khuấy TitraStir® và nhúng đầu của các đầu dò và ống phân phối vào trong dung dịch. Dây bạch kim của đầu dò phải được ngập nước. Bật máy khuấy.

6. Lưu ý kết quả đọc LED trên máy chuẩn độ Amperometric. Nên đọc ở 0.00 ± 0.05 . KHÔNG điều chỉnh bộ điều khiển BIAS.

7. Sử dụng nút phân phối của thiết bị chuẩn độ hiển thị số, phân chia 100 số của dung dịch chuẩn iod tiêu chuẩn và chú ý kết quả đọc LED.

8. Tiếp tục phân phối dung dịch chuẩn gia tăng 5-10 con số trong khi chú ý kết quả đọc LED. Ghi lại ít nhất là 3 điểm (giá trị hiện tại bằng 0 và đọc máy chuẩn độ kỹ thuật số), trước khi đạt đến điểm cuối. Sau điểm cuối của phép chuẩn độ (160 con số danh nghĩa), ghi lại sự gia tăng của việc đọc LED cùng với những chữ số tương ứng hiển thị trên máy đo chuẩn độ kỹ thuật số. Thêm 5-10 con số của dung dịch chuẩn, chờ một vài giây cho kết quả đọc ổn định và ghi lại. Ngừng bổ sung dung dịch chuẩn khi các kết quả đọc LED vượt quá 0.60.

Lưu ý: Kết quả đọc LED trên 0.60 là quá nhiều.



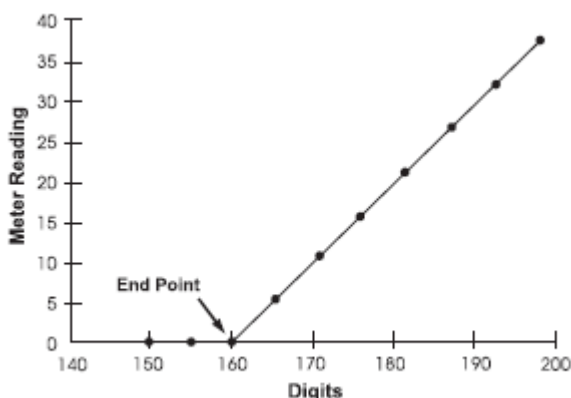
9. Sử dụng giấy đồ thị tuyến tính, vẽ đồ thị các bài đọc ghi từ thiết bị chuẩn độ Amperometric trên trục thẳng đứng và các con số của thiết bị chuẩn độ hiển thị số tương ứng trên trục ngang. Vẽ hai đường giao nhau thông qua các điểm, xem hình 1. Xác định số lượng các con số tại giao điểm của các đường, đây là điểm cuối chuẩn.

10. Ghi lại giá trị số con số tại điểm cuối chuẩn. Giá trị này sẽ được sử dụng trong tính toán nồng độ clo mẫu.

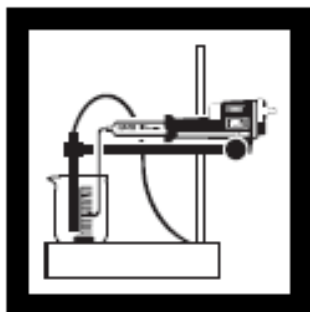
Lưu ý: Nồng độ dung dịch chuẩn iod là khoảng 0.0282 N, liên quan đến 160 con số cần chuẩn độ với 1.00 mL dung dịch Natri thiosulfat 0.00564 N. Nếu điểm kết thúc tính toán được lớn hơn 160 con số, điều này cho thấy các dung dịch iod tiêu chuẩn yếu hơn so với khi đóng gói. Loại bỏ các ống dung dịch iod tiêu chuẩn nếu điểm kết thúc được tiêu chuẩn hóa đã tính lớn hơn 200 con số.

11. Xác định vị trí hệ số thích hợp dựa trên điểm cuối tiêu chuẩn trong Bảng 1 trang 76. Hệ số được sử dụng trong Giai đoạn 3: Chuẩn độ mẫu cho Clo dư Tổng. Việc nội suy giữa các giá trị trong bảng là không cần thiết.

Hình 1: Đồ thị chuẩn độ ngược Amperometric



Giai đoạn 3: Chuẩn độ mẫu cho Clo dư Tổng



1. Cài đặt hệ thống thiết bị chuẩn độ hiển thị số Amperometric như trong Giai đoạn 1: *Điều chỉnh dốc đặc trưng cho điện cực* nếu nó không được thực hiện. Xác lập lại máy đo chuẩn độ hiển thị số về không và lau sạch phần đầu.



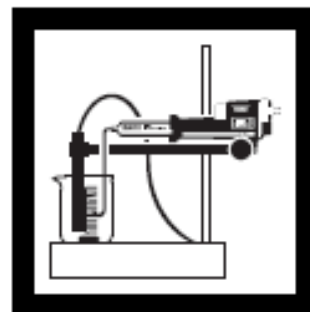
2. Đặt thanh khuấy 50-mm sạch được cung cấp cùng với hệ thống vào một cốc thủy tinh 250 mL sạch. Sử dụng pipet loại A, chuyển 1.00 mL Natri thiosunfat 0,00564 N vào cốc thủy tinh. Thêm 1 mL dung dịch đệm Acetate pH 4 vào cốc thủy tinh.

Lưu ý: Kích cỡ thanh khuấy động không đúng có thể dẫn đến bay hơi clo, sự bất ổn của việc đọc và mất độ nhạy. Ngoài ra, sử dụng 0.00564 N Phenylarsine Oxide (PAO), Cát. Số 1999, thay vì thiosunfat.



3. Với kích động tối thiểu, đo 200 mL mẫu bằng một ống đong sạch có chia vạch và chuyển mẫu vào cốc thủy tinh. Lắc đều để trộn dung dịch chất thử chuẩn với mẫu.

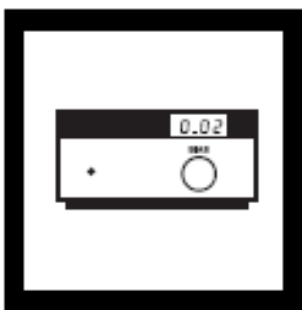
Lưu ý: Các bước 2-3 có thể được thực hiện tại các vị trí lấy mẫu do đó "cố định" mẫu để phân tích sau này. Dùng Pipet 1.00 mL của Natri thiosunfat 0.00564 N và thêm 1.0 mL dung dịch đệm Acetate vào một chai thủy tinh lấy mẫu sạch, khô (như chai BOD). Tại vị trí lấy mẫu, đo 200 mL mẫu bằng 1 ống đong có chia vạch và chuyển vào chai mẫu. Lắc đều để trộn mẫu. Trước khi phân tích, chuyển toàn bộ lượng mẫu chứa trong chai vào cốc thủy tinh 250 mL. Tối thiểu hóa sự chậm trễ giữa lấy mẫu và phân tích (tối đa 1 giờ) để ngăn ngừa sự phân hủy của Thiosunfat trong mẫu.



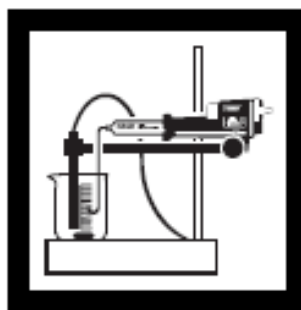
4. Đặt cốc thủy tinh trên bàn khuấy TitraStir® và nhúng đầu của các đầu dò và ống phân phối vào trong dung dịch. Dây bạch kim của đầu dò phải được ngập nước. Bật máy khuấy.



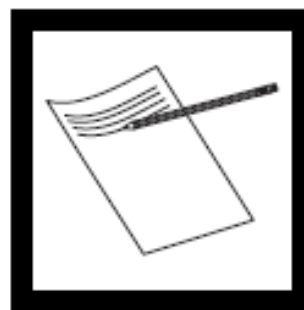
5. Thêm 1 gói bột thuốc thử Kali iodua vào cốc thủy tinh và để cho bột hòa tan.



6. Lưu ý kết quả đọc LED trên thiết bị chuẩn độ Amperometric. Nên đọc ở 0.00 ± 0.05 . KHÔNG điều chỉnh bộ điều khiển BIAS.

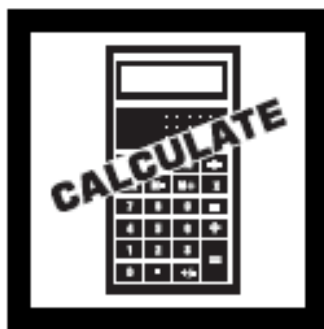
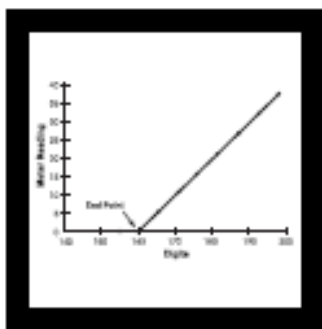


7. Sử dụng nút phân phối của thiết bị chuẩn độ hiển thị số, phân chia dung dịch iod tiêu chuẩn gia tăng 5-10 con số trong khi chú ý kết quả đọc LED. Ghi lại ít nhất 3 điểm (giá trị hiện thời bằng 0 và kết quả đọc của thiết bị chuẩn độ hiển thị số), trước khi đạt đến điểm cuối.



8. Sau khi điểm cuối của phép chuẩn độ đạt được, ghi lại các kết quả đọc LED ngày càng tăng cùng với những chữ số tương ứng được hiển thị trên máy đo chuẩn độ hiển thị số. Thêm 5-10 con số của dung dịch chuẩn, chờ một vài giây cho kết quả đọc ổn định và ghi lại. Ngừng bổ sung dung dịch chuẩn khi kết quả đọc LED vượt quá 0.60.

Lưu ý: Kết quả đọc LED trên 0.60 là quá nhiều. Với các mẫu có chứa các chất Clo hóa dư thừa, chẳng hạn như sulfur dioxide, sulfite hoặc bisulfite, điểm cuối chuẩn độ (số đơn vị) sẽ lớn hơn số lượng các con số có được trong quá trình tiêu chuẩn hóa. Không cần thiết tiếp tục bổ sung dung dịch chuẩn nếu số lượng các con số được sử dụng trong chuẩn độ mẫu vượt quá tính toán cho điểm cuối cùng đã tiêu chuẩn hóa. Điều này cho thấy rằng không có clo tự do hoặc clo kết hợp trong mẫu.



9. Sử dụng giấy đồ thị tuyến tính, vẽ đồ thị các kết quả đọc ghi từ thiết bị chuẩn độ Amperometric trên trục thẳng đứng và các chữ số của thiết bị chuẩn độ hiển thị số tương ứng trên trục ngang. Vẽ hai đường giao nhau thông qua các điểm. Xem hình 1 trang 96. Xác định số lượng các con số tại giao điểm của các đường, đây là điểm cuối chuẩn.

10. Tính toán nồng độ clo tổng $\mu\text{g/L}$:

[Số con số (điểm cuối tiêu chuẩn) - Số con số (điểm cuối mẫu) $\times$ Hệ số] = $\mu\text{g/L Cl}_2$.

(Hệ số là từ giai đoạn 2)

Ví dụ:

Điểm cuối tiêu chuẩn = 160 số

Hệ số = 6.25

Điểm cuối mẫu = 150 số

$\mu\text{g/L Clo tổng} = [160 - 150] \times 6.25 = 10 \times 6.25 = 63$ (làm tròn)

Lưu ý: Để duy trì độ mạnh của dung dịch chuẩn chuẩn iod, thường xuyên loại bỏ các ống phân phối từ ống chuẩn độ kỹ thuật số và thay nắp khi không sử dụng. Bảo vệ dung dịch chuẩn iod tránh ánh sáng mặt trời trực tiếp.

Bảng 1

Số (điểm cuối tiêu chuẩn)	Hệ số nhân
160	6.25
165	6.06
170	5.88
175	5.71
180	5.56
185	5.40
190	5.26
195	5.13
200	5.00

Lấy mẫu và lưu trữ mẫu

Clo thoát nhanh chóng khỏi nước. Tránh tiếp xúc với ánh sáng mặt trời hoặc ánh sáng mạnh khác. Tránh xáo động quá mức. Phân tích mẫu ngay lập tức hay cố định mẫu bằng cách thêm trước thiosulfat tiêu chuẩn và bộ đệm như được chỉ ra trong Giai đoạn 3: Chuẩn độ mẫu cho Clo dư Tổng số. Quá trình cố định nên được sử dụng để rút ngắn sự chậm trễ trong vận chuyển ngắn - không lưu mẫu.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp bổ sung dung dịch chuẩn*

Bê gậy đầu ống tiêm dung dịch chuẩn Clo PourRite™ Ampule. Lưu ý giá trị tiêu chuẩn biểu diễn bằng mg/L.

1. Chia một mẫu sạch thành hai phần 200 mL.
2. Sử dụng Pipet TenSette®, thêm 0.1-0.5 mL dung dịch tiêu chuẩn vào một phần, và lắc đều. Đây là mẫu tăng lên.
3. Phân tích mỗi mẫu đã mô tả trên và ghi lại nồng độ clo của mỗi.
4. Tính nồng độ lý thuyết của các mẫu tăng lên:

$$\text{Nồng độ lý thuyết} = \frac{(C_u \times V_u) + (C_s \times V_s)}{V_u + V_s}$$

Trong đó:

C_u = nồng độ mẫu đo được, mg/L ($\mu\text{g/L}$ chia cho 1000)

V_u = thể tích mẫu tính bằng mL

C_s = nồng độ clo tiêu chuẩn (mg/L, giá trị chứng nhận)

V_s = thể tích dung dịch chuẩn được thêm vào tính bằng mL

5. Tính% sự phục hồi tăng:

$$\% \text{ sự phục hồi tăng lên} = \frac{\text{Kt qu mu tăng vt tính bng mg/L}}{\text{nng đ lý thuyết tính toán, mg/L}} \times 100$$

Ví dụ:

Kết quả mẫu (C_u) = 120 $\mu\text{g/L}$ hay 0.120 mg/L

Kết quả mẫu tăng lên = 185 $\mu\text{g/L}$ hay 0.185 mg/L

Thể tích mẫu (V_u) = 200mL

Thể tích tiêu chuẩn (V_s) = 0.2mL

Clo tiêu chuẩn (C_s) = 68.1 mg/L

$$\text{Nồng độ lý thuyết} = \frac{(0.120 \times 200) + (68.1 \times 0.2)}{200 + 0.2} = 0.188 \text{ mg/L}$$

$$\% \text{ sự phục hồi tăng lên} = \frac{0.185 \text{ mg/L}}{0.188 \text{ mg/L}} \times 100 = 98\%$$

* Việc bổ sung dung dịch chuẩn không áp dụng được cho các mẫu có chứa các chất làm giảm nồng độ như sulfur dioxide, sulfite, hoặc bisulfite.

Lý tưởng nhất, phần trăm phục hồi là 100%. Nói chung, kết quả từ việc phục hồi là 80-120% được coi là chấp nhận được.

Độ chụm

Trong phòng thí nghiệm độc lập, sử dụng một dung dịch chuẩn 120 µg/L Clo, người vận hành thu được độ lệch chuẩn là $\pm 19 \mu\text{g} / \text{L clo}$.

Giới hạn phát hiện

Nồng độ phát hiện được ước tính là khoảng 1 con số của dung dịch iod tiêu chuẩn 0.0282 N hay khoảng 6 µg/L Clo.

Các chất gây nhiễu

- Các ion bạc làm hư hại bản điện cực.
- Các ion đồng gây nhiễu.
- Các yếu tố gây nhiễu đôi khi được tìm thấy trong nước có độ đục cao và chúng chứa các chất hoạt động bề mặt.
- Mangan bị oxy hóa và các chất oxy hóa khác gây ra sai số dương.
- Một số không chắc chắn trong các điểm cuối có thể được quan sát với các mẫu có chứa hàm lượng hữu cơ cao.
- Sự gây nhiễu của Fe và Nitrit được tối thiểu hóa bằng đệm pH 4 trước khi thêm Kali iodua.
- Các mẫu có chứa các chất làm giảm nồng độ như sulfur dioxide, sulfite, và bisulfite không chứa clo tự do và không thể được chuẩn độ theo các điều kiện của thử nghiệm.
- Mẫu đệm cao hoặc pH mẫu đạt cực trị có thể vượt quá khả năng đệm của thuốc thử đệm. Nếu cần thiết, thêm bộ đệm bổ sung và kiểm tra độ pH của mẫu trước khi chuẩn độ.

Tóm tắt phương pháp

Phương pháp chuẩn độ ngược tối thiểu hóa các sai số gây ra bởi sự giải phóng nồng độ iốt trong mẫu và là phương pháp ưu tiên để đo amperometric clo tổng trong nước thải. Trong phương pháp chuẩn độ ngược, dấu hiệu điểm cuối bị đảo ngược vì thiosunfat còn lại (hoặc phenylarsine oxit) bổ sung vào mẫu được chuẩn độ với dung dịch chuẩn iốt. Điểm cuối của chuẩn độ ngược đạt được chỉ khi iốt tự do tồn tại trong mẫu dẫn đến một dòng điện phân cực có thể đo lường. Điểm cuối cùng được ước tính bằng cách tiếp tục bổ sung dung dịch chuẩn, ghi lại cường độ dòng điện tại mỗi lần bổ sung dung dịch chuẩn, và vẽ đồ thị các điểm dữ liệu. Trong trường hợp đường tốt nhất giữa các điểm dữ liệu giao với giá trị 0, số lượng các con số (từ thiết bị chuẩn độ hiển thị số) tại điểm cuối có thể được xác định và nồng độ clo được tính toán.

Cần thiết để điều chỉnh độ nhạy bản điện cực bằng cách sử dụng bộ điều khiển độ lệch trước khi thực hiện phân tích. Việc điều chỉnh độ lệch được thiết lập bằng cách thêm một lượng đã biết dung dịch chuẩn iốt vào nước khử ion và điều chỉnh bộ kiểm soát độ lệch đến một giá trị đưa ra trên màn hình. Độ nhạy điện cực sẽ thay đổi tùy thuộc vào điều kiện đầu dò. Việc điều chỉnh nên được thực hiện ít nhất là hàng ngày hoặc trước mỗi bộ mẫu. Mặc dù dung dịch chuẩn iốt được điều chế và đóng gói khá ổn định nhưng iốt phải được thường xuyên chuẩn hóa lại bằng thiosunfat hoặc oxit phenylarsine. Số lượng các con số xác định cho việc chuẩn hóa iốt được ghi lại và được sử dụng trong tính toán nồng độ clo mẫu.

Để duy trì độ mạnh của dung dịch chuẩn iốt, thường xuyên loại bỏ các ống phân phối từ cartridge thiết bị chuẩn độ hiển thị số và thay thế nắp khi không sử dụng. Bảo vệ dung dịch chuẩn iốt khỏi ánh sáng mặt trời trực tiếp.

Các thuốc thử cần thiết

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Acetate Buffer Solution, pH 4.0	100 mL MDB	14909-32
Potassium Iodide Powder Pillows	100/pkg	1077-99
Standard Iodine Titrant Solution, 0.028 N	mỗi cái	23333-01
Sodium Thiosulfate Standard Solution, 0.00564 N.....	100 mL	24088-42

Các dụng cụ cần thiết

Amperometric Titrator Assembly	mỗi cái	19299-00
Beaker, low-form, 250-mL	mỗi cái	500-46
Cylinder, graduated, 250-mL	mỗi cái	508-46
Digital Titrator.....	mỗi cái	16900-01
Delivery Tubes, 90° with hook.....	5/pkg	41578-00
Pipet, volumetric, Class A, 1-mL	mỗi cái	14515-35
Probe Assembly, Amperometric Titrator	mỗi cái	19390-00
Stir Bar, octagonal, Teflon-coated, 50.8 x 7.9 mm.....	mỗi cái	20953-55
TitraStir® Stir Plate, 115 Vac	mỗi cái	19400-00
TitraStir® Stir Plate, 230 Vac	mỗi cái	19400-10

Các thuốc thử tùy chọn

Chlorine Standard Solution PourRite™ Ampules, 50-75 mg/L Cl ₂ , 2-mL	20/pkg	14268-20
Phenylarsine Oxide Solution, 0.00564 N	100 mL	1999-42
Water, deionized	4 L	272-56

Các dụng cụ tùy chọn

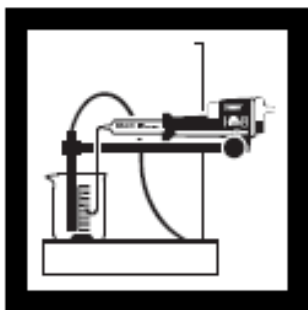
Bottle, BOD, 300-mL.....	mỗi cái	621-00
Pipet, TenSette®, 0.1 to 1.0 mL.....	mỗi cái	19700-01
Pipet Tips for 19700-01 TenSette® Pipet	50/pkg	21856-96
PourRite™ Ampule Breaker	mỗi cái	24846-00

CLO TỔNG (0 – 1000 $\mu\text{g/L-Cl}_2$) cho nước uống và nước thải

Chuẩn độ ngược Amperometric

Phương pháp 10026

USEPA đã chấp nhận dùng cho báo cáo*



1. Lắp ráp hệ thống thiết bị chuẩn độ hiển thị số Amperometric theo các hướng dẫn trong cuốn *Tài liệu hướng dẫn thiết bị chuẩn độ Amperometric*.

2. Cài đặt Cartridge Phenylarsine Oxide (PAO) 0.00564 N. Làm đầy ống phân phối bằng cách xoay nút phân phối để đẩy 1 vài giọt dung dịch chuẩn ra ngoài. Xác lập lại máy đo về 0 và lau sạch phần đầu ống.

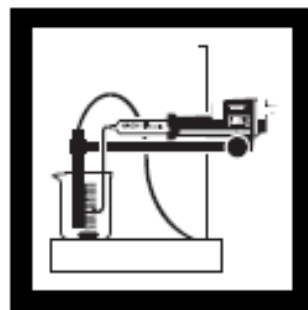
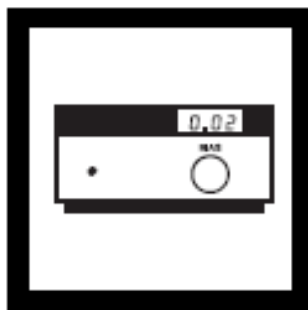
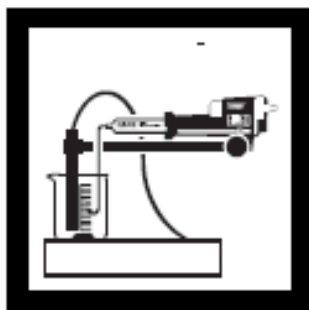
Lưu ý: Khi một đầu dò mới được đặt trong dịch vụ hoặc khi đầu dò không được sử dụng gần đây, chuẩn bị theo các hướng dẫn ổn định đầu dò trong cuốn *Tài liệu hướng dẫn thiết bị chuẩn độ Amperometric*.

3. Tối thiểu hóa sự xáo trộn, đo 200mL mẫu bằng 1 ống đong có chia vạch. Chuyển mẫu vào một cốc thủy tinh 250 mL sạch chứa thanh khuấy 50 mm được cung cấp cùng với hệ thống vào cốc thủy tinh.

Lưu ý: Thanh khuấy động không đúng kích thước có thể dẫn đến bay hơi iod, sự bất ổn của việc đọc và mất độ nhạy.

4. Thêm vào 1 gói bột Kali iodua. Lắc đều để hòa tan bột.

* Phương pháp tương đương với phương pháp USEPA 330.1 và 330.3, *Phương pháp tiêu chuẩn cho Kiểm tra nước và nước thải* (18 ed.) 4500-Cl D cho nước uống và *phương pháp tiêu chuẩn* (17 ed.) 4500 - Cl D đối với nước thải.



5. Thêm 1mL dung dịch đệm acetat pH 4.

6. Đặt cốc thủy tinh trên bàn khuấy TitraStir® và nhúng đầu của các đầu dò và ống phân phối vào trong dung dịch. Dây bạch kim của đầu dò phải được ngập nước. Bật máy khuấy.

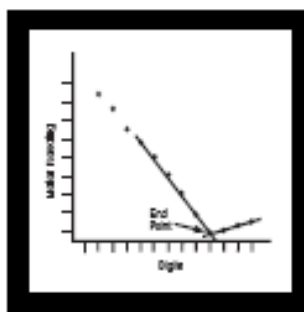
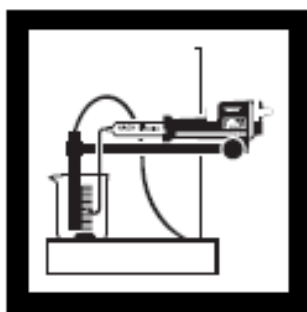
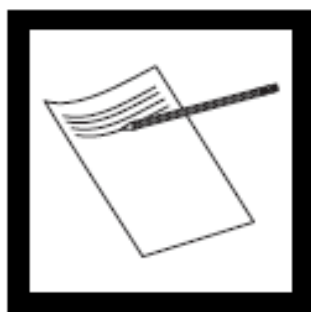
7. Lưu ý kết quả đọc LED trên thiết bị chuẩn độ Amperometric. Mở khóa bộ điều khiển BIAS và điều chỉnh núm điều khiển BIAS cho đến khi đạt được khoảng 0.50-0.60. Khóa bộ điều khiển BIAS.

Lưu ý: Việc điều chỉnh BIAS kiểm soát độ dốc của đường cong chuẩn độ. Kết quả đọc trên dụng cụ đo thực tế là không quan trọng, nhưng đúng hơn là sự thay đổi trong các bài đọc trong quá trình chuẩn độ. Việc điều chỉnh không cần phải chính xác.

8. Sử dụng nút phân phối của thiết bị chuẩn độ hiển thị số, phân chia dung dịch tiêu chuẩn PAO gia tăng 5-10 con số trong khi chú ý đọc LED.

Lưu ý: Nếu clo chứa trong mẫu cao, thêm dung dịch chuẩn với tốc độ nhanh hơn, chỉ quan tâm đến điểm cuối của phép chuẩn độ và khối lượng của dung dịch chuẩn được sử dụng tại thời điểm kết thúc. Ví dụ, nếu chlorine chứa trong mẫu khoảng 500 mg/L, tăng đến 300 con số của PAO 0.00564 N có thể được thêm vào cùng một lúc. Khi điểm cuối gần đến, phân phối với gia số nhỏ hơn.

Lưu ý: Nếu các chất khử dư như sunfit, bisunfit hay sunfua dioxit có mặt trong mẫu, kết quả đọc LED sẽ không giảm và thậm chí có thể tăng. Điều này cho thấy rằng không có clo tự do hiện diện trong mẫu.



Digits at
End Point $\times 1.25$
= $\mu\text{g/L}$ Total Chlorine
as Cl_2

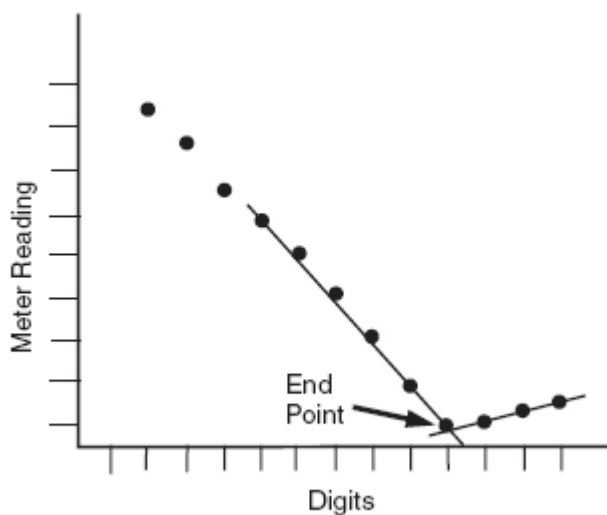
9. Khi điểm cuối của phép chuẩn độ đang đến gần, ghi kết quả đọc LED cùng với những con số tương ứng được hiển thị trên các máy đếm chuẩn độ hiển thị số. Gần điểm cuối của phép chuẩn độ, thêm 2 đến 5 con số của dung dịch tiêu chuẩn, chờ một vài giây cho kết quả đọc ổn định và ghi lại.

10. Tiếp tục chuẩn độ, ghi ít nhất ba điểm trên đường cong dốc xuống và ít nhất là ba điểm sau khi đã đạt tới điểm kết thúc. Các điểm sau này sẽ có chút thay đổi trong kết quả đọc LED.

11. Sử dụng giấy đồ thị tuyến tính, vẽ đồ thị các kết quả đọc ghi từ thiết bị chuẩn độ Amperometric trên trục thẳng đứng và các con số của thiết bị chuẩn độ hiển thị số tương ứng trên trục ngang. Vẽ hai đường giao nhau thông qua các điểm, xem hình 1. Xác định số lượng các con số tại giao điểm của các đường, đây là điểm cuối.

12. Tính toán $\mu\text{g/L}$ clo tổng: Số con số tại điểm cuối $\times 1.25 = \mu\text{g/L}$ Clo tổng Cl_2

Hình 1: Đồ thị mẫu



Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp bổ sung dung dịch chuẩn*

1. Bẻ gãy đầu ống tiêm dung dịch chuẩn Clo PourRite™ Ampule. Lưu ý giá trị tiêu chuẩn biểu diễn bằng mg/L.
2. Chia một mẫu sạch thành hai phần 200 mL.
3. Sử dụng Pipet TenSette®, thêm 0.1-0.5 mL dung dịch tiêu chuẩn vào một phần, và lắc đều. Đây là mẫu tăng lên.
4. Phân tích cả mẫu và mẫu tăng lên và ghi lại nồng độ clo của mỗi.
5. Tính nồng độ lý thuyết của các mẫu tăng lên:

$$\text{Nồng độ lý thuyết} = \frac{(C_u \times V_u) + (C_s \times V_s)}{V_u + V_s}$$

Trong đó:

C_u = nồng độ mẫu đo được, mg/L ($\mu\text{g/L}$ chia cho 1000)

V_u = thể tích mẫu tính bằng mL

C_s = nồng độ clo tiêu chuẩn (mg/L, giá trị chứng nhận)

V_s = thể tích dung dịch chuẩn được thêm vào tính bằng mL

6. Tính% sự phục hồi tăng:

$$\% \text{ sự phục hồi tăng lên} = \frac{\text{Kt qu mu tăng vt tính bng mg/L}}{\text{nng đ lý thuyt tính toán, mg/L}} \times 100$$

Ví dụ:

Kết quả mẫu (C_u) = 120 $\mu\text{g/L}$ hay 0.120 mg/L

Kết quả mẫu tăng lên = 185 $\mu\text{g/L}$ hay 0.185 mg/L

Thể tích mẫu (V_u) = 200mL

Thể tích tiêu chuẩn (V_s) = 0.2mL

Clo tiêu chuẩn (C_s) = 68.1 mg/L

* Việc bổ sung dung dịch chuẩn không áp dụng được cho các mẫu có chứa các chất làm giảm nồng độ như sulfur dioxide, sulfite, hoặc bisulfite.

$$\text{Nồng độ lý thuyết} = \frac{(0.120 \times 200) + (68.1 \times 0.2)}{200 + 0.2} = 0.188 \text{ mg/L}$$

$$\% \text{ sự phục hồi tăng lên} = \frac{0.185 \text{ mg/L}}{0.188 \text{ mg/L}} \times 100 = 98\%$$

Lý tưởng nhất, phần trăm phục hồi là 100%. Nói chung, kết quả từ việc phục hồi là 80-120% được coi là chấp nhận được.

Độ chính xác

Trong một phòng thí nghiệm độc lập, sử dụng một dung dịch chuẩn Clo 120 $\mu\text{g/L}$, người vận hành thu được độ lệch chuẩn là $\pm 3.2 \mu\text{g/L}$ Clo.

Giới hạn phát hiện

Với kỹ thuật vận hành tốt, nồng độ có thể phát hiện được ước tính xấp xỉ 15 µg/L Clo sử dụng PAO 0.00564 N.

Lấy mẫu và lưu trữ mẫu

Clo bị thất thoát nhanh chóng khỏi nước. Tránh tiếp xúc với ánh sáng mặt trời hoặc các ánh sáng mạnh khác. Tránh sự xáo trộn quá mức. Phân tích mẫu ngay lập tức.

Các chất gây nhiễu

- Các ion bạc làm hư hại bản điện cực.
- Các ion đồng gây nhiễu.
- Các yếu tố gây nhiễu đôi khi được tìm thấy trong nước có độ đục cao và chúng chứa các chất hoạt động bề mặt. Mangan bị oxy hóa và các chất oxy hóa khác gây ra sai số dương.
- Một số không chắc chắn trong các điểm cuối có thể được quan sát với các mẫu có chứa hàm lượng hữu cơ cao.
- Các mẫu có chứa các chất làm giảm nồng độ như sulfur dioxide, sulfite, và bisulfite không chứa clo tự do và không thể được chuẩn độ theo các điều kiện của thử nghiệm.
- Mẫu đậm đặc hoặc pH mẫu đạt cực trị có thể vượt quá khả năng đệm của thuốc thử đệm. Nếu cần thiết, thêm bộ đệm bổ sung và kiểm tra độ pH của mẫu trước khi chuẩn độ.

Tóm tắt phương pháp

Trong phương pháp chuẩn độ thuận amperometric clo tổng, một dòng điện được áp dụng chạy qua hai điện cực bạch kim giống hệt nhau. Không có dòng điện nào có thể chạy giữa các điện cực, trừ khi hiện diện cả 2 chất, một chất có thể bị ôxi hóa ở cực dương và một chất có thể bị khử ở cực âm. Trong trường hợp của chuẩn độ clo tổng, một lượng tương đương các dạng iốt từ phản ứng của iốt dư với clo và clo kết hợp ở pH 4. Trong suốt quá trình chuẩn độ với phenylarsine oxide (PAO), iốt tự do bị khử thành iodua ở cực âm và PAO bị oxy hóa từ trạng thái ôxi hóa +3 đến trạng thái ôxi hóa +5 ở cực dương. Trước khi đến điểm cuối của chuẩn độ, cả iốt và iodua hiện diện trong dung dịch; do đó dòng điện có thể chạy qua, thậm chí với một điện thế ứng dụng rất nhỏ. Tại điểm kết thúc, không có iốt tự do giữ lại và dung dịch không thể dẫn điện ngay cả khi chất thử chuẩn PAO được thêm vào dư. Điểm cuối cùng được xác định khi không có sự thay đổi trong dòng điện xảy ra, báo hiệu tất cả clo tự do được phản ứng.

Các thuốc thử cần thiết

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Phenylarsine Oxide Solution 0.00564 N Digital Titrator cartridge.....	mỗi cái	1999-01
Acetate Buffer Solution, pH 4	100 mL MBD	14909-32
Potassium Iodide Powder Pillows	100/pkg	1077-99

Các dụng cụ cần thiết

Amperometric Titrator Assembly	mỗi cái	19299-00
Digital Titrator.....	mỗi cái	16900-01
Beaker, low-form, 250-mL	mỗi cái	500-46
Cylinder, graduated, 250-mL	mỗi cái	508-46
Delivery Tubes, 90° with hook.....	5/pkg	41578-00
Probe Assembly, Amperometric Titrator	mỗi cái	19390-00
Stir Bar, octagonal, Teflon-coated, 50.8 x 7.9 mm.....	mỗi cái	20953-55
TitraStir® Stir Plate, 115 Vac	mỗi cái	19400-00
TitraStir® Stir Plate, 230 Vac	mỗi cái	19400-10

Các thuốc thử tùy chọn

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Chlorine Standard Solution PourRite™ Ampules,		
50-75 mg/L Cl ₂ , 2-mL	20/pkg	14268-20
Water, deionized	4 L	272-56

Các dụng cụ tùy chọn

Pipet, TenSette®, 0.1 to 1.0 mL.....	mỗi cái	19700-01
Pipet Tips for 19700-01 TenSette® Pipet	50/pkg	21856-96
PourRite™ Ampule Breaker	mỗi cái	24846-00
<i>Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater</i> , 19th edition	quyển	22708-00

CROMAT (20 đến > 400 mg/L CrO_4^{2-})

Phương pháp 8211

Sử dụng Natri thiosunfat



1. Gắn 1 ống dẫn sạch vào cartridge chuẩn độ Natri thiosunfat tương ứng. Gắn cố định cartridge vào thân máy chuẩn độ, xem phần mô tả chung, các bước thực hiện, để có hướng dẫn cụ thể, nếu cần thiết.

2. Xoay nút phân phối để đẩy một vài giọt dung dịch chuẩn ra ngoài. Xác lập lại máy đo về 0 và lau sạch phần đầu.

Lưu ý: Để tiện lợi hơn nên sử dụng TitraStir® Stir Plate. Xem phần mô tả chung, bước 3 trong phần các bước thực hiện.

3. Chọn 1 thể tích mẫu tương đương với nồng độ Cromat (CrO_4^{2-}) sẽ phân tích từ bảng 1.

Lưu ý: Thu thập 200 – 300mL mẫu trong 1 vật chứa bằng thủy tinh đã được rửa bằng axit hay bằng polyetylen.

Lưu ý: Xem cách lấy mẫu và lưu trữ mẫu theo các bước này.

4. Sử dụng ống đong có chia vạch hoặc pipet để đo thể tích mẫu từ bảng 1. Chuyển mẫu vào một erlen 125mL sạch. Pha loãng đến vạch 50mL bằng nước khử ion.

Bảng 1

Khoảng xác định (mg/L CrO_4^{2-})	Thể tích mẫu (mL)	Cartridge chuẩn độ (N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)	Mã hàng	Hệ số nhân
20-80	50	0.2068 N	22676-01	0.2
50-200	20	0.2068 N	22676-01	0.5
100-400	10	0.2068 N	22676-01	1.0
> 400	5	0.2068 N	22676-01	2.0



5. Thêm vào một gói bột Kali iodua và lắc đều.

Lưu ý: 4 giọt dung dịch chỉ thị Phenolphthalein có thể thay thế cho một gói bột chỉ thị Phenolphthalein.



6. Thêm vào 1 gói bột thuốc thử Oxy hòa tan 3 và lắc đều. Chờ ít nhất 3 phút nhưng không quá 10 phút trước khi hoàn thành từ bước 7 đến bước 9.

Lưu ý: Màu vàng hoặc nâu chỉ ra sự hiện diện của cromat.



7. Đặt đầu ống dẫn vào trong dung dịch và lắc bình trong lúc chuẩn độ với Natri thiosunfat cho đến dung dịch có màu vàng rơm.



8. Thêm 1 ống nhỏ giọt dung dịch chỉ thị hồ tinh bột và lắc đều.

Lưu ý: Màu xanh lam sẽ hình thành.



9. Tiếp tục chuẩn độ cho đến khi dung dịch chuyển từ màu xanh lam sang mất màu. Ghi lại số con số cần thiết.



10. Tính toán: Tổng số con số cần thiết x Hệ số = mg/L Cromat (CrO_4^{2-})

Lưu ý: Kết quả có thể được biểu diễn bằng mg/L Natricromat (NaCrO_4) hay Crom (Cr) bằng cách nhân mg/L Cromat theo thứ tự cho 1.4 hay 0.488.

Lấy mẫu và lưu trữ mẫu

Thu thập 200 – 300mL mẫu trong 1 vật chứa bằng thủy tinh đã được rửa bằng axit hay bằng polyetylen. Nếu mẫu không được phân tích ngay lập tức thì thêm 1mL axit sunfuric đậm đặc và lắc đều.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp bổ sung dung dịch chuẩn

Việc kiểm tra độ chuẩn xác này được thực hiện khi nghi ngờ có các chất gây nhiễu hoặc kiểm tra lại kỹ thuật phân tích.

1. Sử dụng pipet TenSette® để lấy 0.1mL, 0.2mL và 0.3mL dung dịch chuẩn Hexavalent Chromium 1000mg/L vào 3 mẫu có cùng thể tích như đã chuẩn độ trong phương pháp này.
2. Phân tích mỗi mẫu như đã mô tả trong phương pháp này.
3. Mỗi 0.1mL dung dịch chuẩn thêm vào đòi hỏi tăng thêm 22 con số của dung dịch chuẩn 2.256 N, 25 con số của dung dịch chuẩn 1.128 N, hay 125 con số của dung dịch chuẩn 0.2256 N. Nếu sự gia tăng đồng nhất này không xảy ra, tham chiếu phụ lục A: Kiểm tra độ chuẩn xác và bổ sung dung dịch chuẩn.

Chuẩn bị dung dịch chuẩn

Một dung dịch chuẩn để tương đương với 67mg/L cromat (30 mg/L Cr) có thể được chuẩn bị bằng cách pha loãng 3.0 mL dung dịch chuẩn Hexavalent Chromium 1000 mg/L Cr thành 100 mL trong bình định mức. Chuẩn độ một mẫu 20 mL hoặc 50 mL như mô tả trong phương pháp.

Các chất gây nhiễu

Các chất có khả năng oxy hóa iodua thành iod trong điều kiện có tính axit (như sắt feric và đồng) sẽ gây nhiễu cho kết quả cao. Ảnh hưởng của sắt và đồng có thể được loại bỏ bằng cách hòa tan gói bột Magie CDTA, sau đó là hai muỗng Natri acetat 1.0-gram vào mẫu giữa các bước 6 và 7.

Tóm tắt phương pháp

Cromat trong mẫu phản ứng với iodua trong điều kiện có tính axit để hình thành iod như triiodua. Thêm chỉ thị hồ tinh bột để tạo thành một phức màu xanh với iod. Phức này được chuẩn độ với natri thiosulfat đến điểm cuối không màu. Thể tích dung dịch chuẩn đã sử dụng tỷ lệ thuận với nồng độ cromat.

Các thuốc thử cần thiết

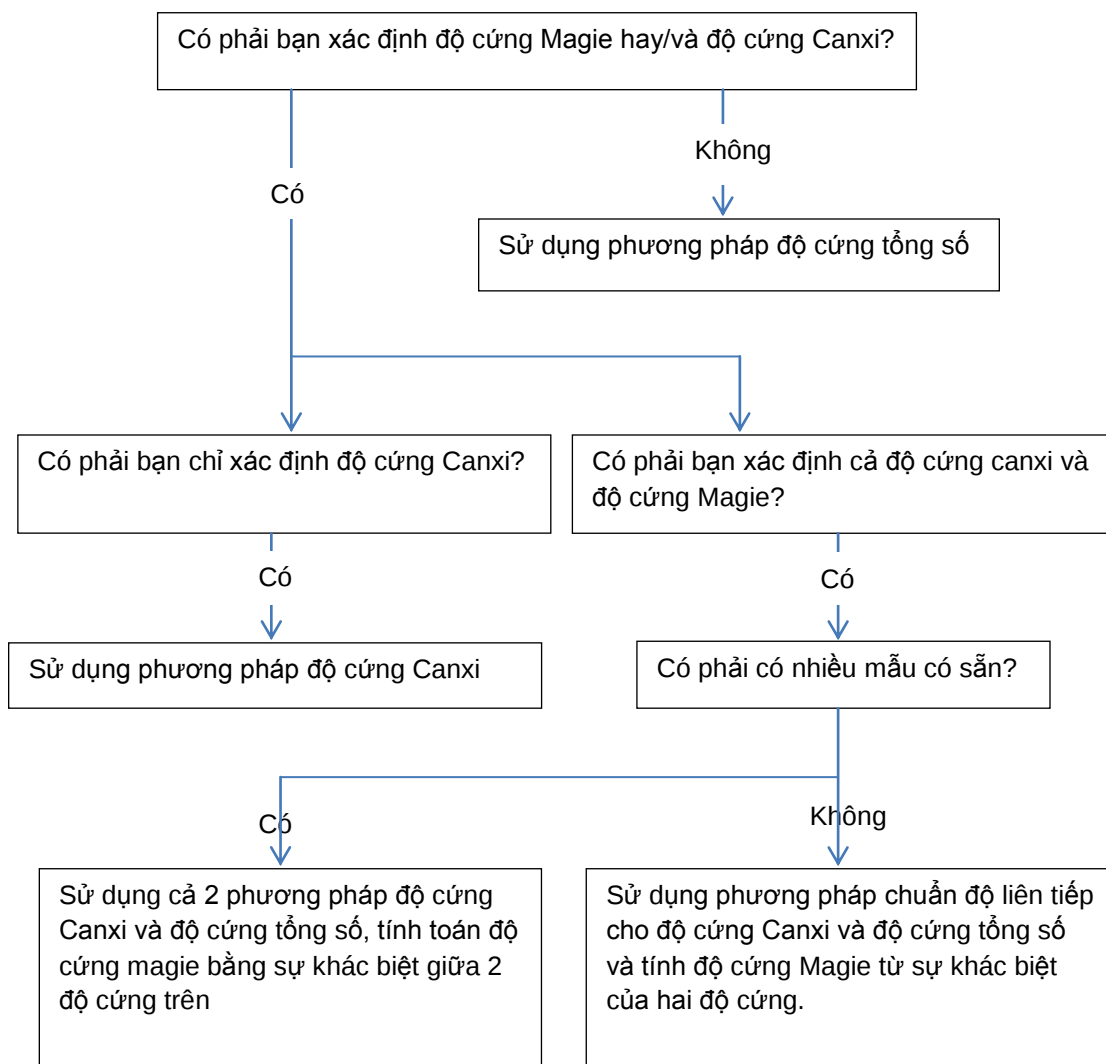
Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Chromate Reagent Set (about 100 tests).....		22724-00
Bao gồm: (1) 349-32, (1) 987-99, (1) 20599-96, (1) 22676-01		
Dissolved Oxygen 3 Reagent Powder Pillows.....	100/pkg	987-99
Potassium Iodide Powder Pillows.....	50/pkg	20599-96
Sodium Thiosulfate Titration Cartridge, 0.2068 N	mỗi cái	22676-01
Starch Indicator Solution	100 mL MDB	349-32
Water, deionized.....	4 L	272-56

Các dụng cụ cần thiết

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Clippers, for opening pillows.....	mỗi cái	968-00
Digital Titrator	mỗi cái	16900-01
Flask, Erlenmeyer, 125-mL	mỗi cái	505-43
Select one or more based on sample concentration:		
Cylinder, graduated, 10-mL	mỗi cái	508-38
Cylinder, graduated, 25-mL	mỗi cái	508-40
Cylinder, graduated, 50-mL	mỗi cái	508-41
Các thuốc thử tùy chọn		
Chromium, Hexavalent, Standard Solution, 1000 mg/L.....	100 mL	14664-42
Magnesium CDTA Powder Pillows	100/pkg	14080-99
Sodium Acetate, trihydrate, ACS.....	100 g	178-26
Các dụng cụ tùy chọn		
Clamp, 2-prong, extension	mỗi cái	21145-00
Clamp Holder.....	mỗi cái	326-00
Demineralizer Assembly, 473-mL	mỗi cái	21846-00
Delivery Tubes, with 180° hook	5/pkg	17205-00
Delivery Tubes, 90° with hook for TitraStir® Stir Plate	5/pkg	41578-00
Flask, volumetric, Class B, 100 mL.....	mỗi cái	547-42
Pipet, TenSette®, 0.1 to 1.0 mL	mỗi cái	19700-01
Pipet Tips for 19700-01 TenSette® Pipet	50/pkg	21856-96
Pipet, volumetric, Class A, 3-mL	mỗi cái	14515-03
Pipet, volumetric, Class A, 5-mL	mỗi cái	14515-37
Pipet, volumetric, Class A, 10-mL	mỗi cái	14515-38
Pipet, volumetric, Class A, 20-mL	mỗi cái	14515-20
Pipet, volumetric, Class A, 50-mL	mỗi cái	14515-41
Pipet Filler, safety bulb.....	mỗi cái	14651-00
Spoon, measuring, 1.0-gram	mỗi cái	510-00
Support Ring Stand	mỗi cái.....	563-00
TitraStir® Stir Plate, 115 Vac	mỗi cái.....	19400-00
TitraStir® Stir Plate, 230 Vac	mỗi cái	19400-10

CÂY QUYẾT ĐỊNH ĐỘ CỨNG

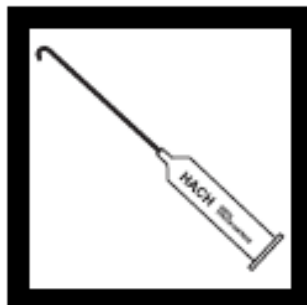
Đây là một số phương pháp xác định độ cứng trình bày trong cuốn hướng dẫn sử dụng này. Sử dụng cây quyết định sau đây để lựa chọn các phương pháp thích hợp cho các ứng dụng của bạn.



ĐỘ CỨNG CANXI (10 – 4000 mg/L CaCO_3)

Phương pháp 8204

Sử dụng EDTA



1. Chọn thể tích mẫu và Cartridge chuẩn độ EDTA tương ứng với độ cứng Canxi sẽ phân tích tính bằng nồng độ Canxicarbonat (CaCO_3). Sử dụng bảng 1 cho nồng độ tính bằng mg/L hay bảng 2 cho nồng độ tính bằng German degrees hardness (G.d.h.).

Lưu ý: 1 German degrees hardness bằng 17.9 mg/L độ cứng CaCO_3 .

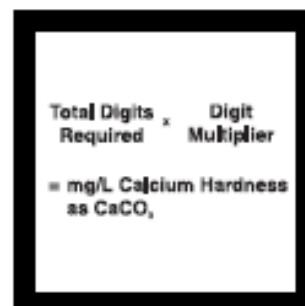
Lưu ý: Nếu mẫu không thể được phân tích ngay lập tức, thêm 1.5 mL Axit Nitric cho mỗi lít mẫu để bảo quản mẫu và ngăn ngừa việc hấp thụ canxi của thành bình chứa. Bảo quản mẫu trong tủ lạnh. Mẫu bảo quản theo cách này ổn định cho một tuần. Trung hòa đến pH 7 trước khi tiến hành thí nghiệm.

2. Gắn 1 ống dẫn sạch vào ống chuẩn độ axit H_2SO_4 hoặc axit HCl tương ứng. Gắn cổ định ống vào thân máy chuẩn độ. Xem phần mô tả chung, các bước thực hiện, để hướng dẫn lắp ráp, nếu cần thiết.

3. Xoay nút phân phối để đẩy một vài giọt dung dịch chuẩn ra ngoài. Xác lập lại máy đo về 0 và lau sạch phần đầu.

Lưu ý: Để tiện lợi hơn nên sử dụng TitraStir® Stir Plate. Xem phần mô tả chung, bước 3 trong phần các bước thực hiện.

4. Sử dụng ống đong có chia vạch hoặc pipet để đo thể tích mẫu từ bảng 1 hoặc bảng 2. Chuyển mẫu vào một erlen 250mL sạch. Pha loãng đến vạch 100mL bằng nước đã khử ion hóa nếu cần.



1. Thêm vào 2mL dung dịch chuẩn Kali hydroxit 8N và lắc đều.

Lưu ý: Đối với các mẫu có thể tích là 50mL hoặc nhỏ hơn, thêm vào 1mL.

Lưu ý: Magnesium không bao gồm trong kết quả, nhưng phải có mặt để điểm cuối sắc nét. Nếu Magie không hiện diện, thêm 1-2 giọt dung dịch chuẩn Magie 10g/L CaCO_3 .

2. Thêm vào 1 gói bột chỉ thị Canxi CalVer® 2 (Mã hàng 852-99) và lắc đều.

Lưu ý: Có thể thay thế bằng 1 muỗng 0.1g bột chỉ thị Canxi CalVer® 2.

3. Đặt đầu ống dẫn vào trong dung dịch và lắc bình trong lúc chuẩn độ với EDTA cho đến dung dịch chuyển từ màu hồng đến màu xanh lam. Ghi lại số con số cần thiết.

Lưu ý: Chuẩn độ chậm lại khi gần đến điểm cuối bởi vì phản ứng xảy ra chậm, đặc biệt là các mẫu lạnh.

4. Tính toán nồng độ bằng cách sử dụng 1 trong các công thức sau:

Tổng số con số cần thiết x Hệ số (bảng 1) = mg/L độ cứng Canxi CaCO_3 .

Tổng số con số cần thiết x Hệ số (bảng 2) = mg/L G.d.h.

Bảng 1

Khoảng (mg/L CaCO_3)	Thể tích mẫu (mL)	Cartridge Chuẩn độ (M EDTA)	Mã hàng	Hệ số nhân
10-40	100	0.0800	14364-01	0.1
40-160	25	0.0800	14364-01	0.4
100-400	100	0.800	14399-01	1.0
200-800	50	0.800	14399-01	2.0
500-2000	20	0.800	14399-01	5.0
1000-4000	10	0.800	14399-01	10.0

Bảng 2

Khoảng (G.d.h.)	Thể tích mẫu (mL)	Cartridge Chuẩn độ (M EDTA)	Mã hàng	Hệ số nhân
1-4	100	0.1428	14960-01	0.01
4-16	25	0.1428	14960-01	0.04
10-40	50	0.714	14959-01	0.1
25-100	20	0.714	14959-01	0.25
>100	10	0.714	14959-01	0.5

Các mối quan hệ độ cứng

$$\text{mg/L Ca} = \text{độ cứng Ca, mg/L CaCO}_3 \times 0.40$$

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp bổ sung dung dịch chuẩn

Việc kiểm tra độ chính xác này được thực hiện khi nghi ngờ có các chất gây nhiễu hoặc kiểm tra lại kỹ thuật phân tích.

1. Bể gây đầu ống tiêm dung dịch chuẩn Độ cứng Voluette® 10,000mg/L CaCO₃
2. Sử dụng pipet TenSette® và thêm 0.1mL dung dịch chuẩn vào dung dịch đã chuẩn độ ở bước 7. Tiếp tục chuẩn độ ngược đến điểm cuối tương tự. Ghi lại số đơn vị yêu cầu.
3. Lập lại bằng cách thêm 2 lần 0.1mL nữa. chuẩn độ đến điểm cuối sau mỗi lần thêm.
4. Mỗi 0.1mL dung dịch chuẩn thêm vào đòi hỏi tăng thêm 10 con số của dung dịch chuẩn 0.800 N (11 con số của dung dịch chuẩn 0.714 M hay 56 con số của dung dịch chuẩn 0.1482 M). Nếu sự gia tăng đồng nhất này không xảy ra, tham chiếu phụ lục A: Kiểm tra độ chuẩn xác và bổ sung dung dịch chuẩn.

Các chất gây nhiễu

Chú ý: Kali xyanua là 1 chất độc hại. Luôn luôn thêm nó sau khi thêm KOH. Kali xyanua dư không ảnh hưởng đến kết quả. Tất cả các chất thải xyanua nên được xử lý bằng cách thêm vào một lượng dư dung dịch kiềm mạnh natri hypochlorit (chất tẩy) và khuấy trộn. Sử dụng hệ thống thông gió tốt. Để yên trong 24 giờ trước khi xử lý.

- Một số quá trình chuyển đổi và phức kim loại nặng của các chất chỉ thị ngăn chặn sự thay đổi màu sắc ở điểm kết thúc. Thêm một muỗng 0.5 g Kali xyanua (KCN) sau khi thêm kali hydroxit để loại bỏ sự gây nhiễu từ các kim loại sau đây ở các mức độ đã liệt kê (trong một mẫu nguyên chất 100 mL), xem Bảng 3.

Bảng 3

Kim loại	Mức sai số cho phép tối đa* với KCN	Mức sai số cho phép tối đa* khi không có mặt KCN
Cobalt	20 mg/L	none
Đồng	100 mg/L	0.10 mg/L
Niken	200 mg/L	0.5 mg/L
Kẽm	100 mg/L	5 mg/L

* Mức tỷ lệ cao hơn của các yếu tố này là chấp nhận được trong các thể tích mẫu nhỏ hơn vì ảnh hưởng của chúng bị pha loãng khi mang thể tích đến 100 mL. Bởi vì bảng 1 và 2 có thể tích mẫu từ 10-100 mL, nồng độ gây nhiễu có thể lớn hơn trong mẫu của bạn và không có ảnh hưởng bởi sự pha loãng mẫu.

- Sắt gây nhiễu trên 8 mg/L trong mẫu không pha loãng. Trên mức này, nó gây ra một màu đỏ cam đến điểm kết thúc màu xanh lá sắc nét và có thể sử dụng lên đến 20mg/L sắt.
- Mangan gây nhiễu trên 5 mg/L.
- Nhôm gây ra điểm kết thúc chậm, nhưng lên đến 200 mg/L có thể được chấp nhận bằng cách cho đủ thời gian để thay đổi màu sắc.

- Sự gây nhiễu của Magie lên đến 200 mg/L được ngăn chặn bằng sự hình thành của magiehydroxit ở pH thử nghiệm cao, nhưng các mức cao hơn cản trở một điểm kết thúc rõ ràng.
- Orthophosphate gây ra một điểm kết thúc chậm, nhưng không gây nhiễu nếu canxiphotphat hình thành được cho phép đủ thời gian để hòa tan lại trong quá trình chuẩn độ. Polyphosphate phải được loại bỏ để kết quả chính xác.
- Bari và stronti được chuẩn độ với canxi nhưng hiếm khi hiện diện trong nước tự nhiên với số lượng đáng kể.
- Độ axit và độ kiềm ở mức 10.000 mg/L CaCO₃ không gây nhiễu.
- Dung dịch natri clorua bão hòa không cho một điểm kết thúc rõ ràng, nhưng phép chuẩn độ có thể thực hiện trực tiếp trên nước biển.
- Các mẫu ở khoảng 20°C (68°F) hay lạnh hơn nên được chuẩn độ từ từ đến điểm kết thúc để cho phép đủ thời gian cho sự thay đổi màu sắc.
- Mẫu đậm đặc hoặc pH mẫu cực trị có thể vượt quá khả năng đệm của các thuốc thử và yêu cầu tiền xử lý mẫu.

Tóm tắt phương pháp

Mẫu được làm cho kiềm (pH 12-13) với kali hydroxit thành magie kết tủa như magie hydroxit. Chỉ thị CalVer 2 được thêm vào và kết hợp với canxi bất kỳ để tạo thành một màu hồng đỏ. Khi EDTA được thêm vào, nó phản ứng với các ion canxi tự do hiện diện. Khi không còn các ion canxi tự do, EDTA sau đó loại bỏ canxi kết hợp với chỉ thị, gây ra một sự thay đổi màu sắc sang màu xanh.

Các thuốc thử cần thiết

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Calcium Hardness Reagent Sets (about 100 tests)		
1-16 G.d.h. bao gồm: (1) 282-32, (1) 852-99, (1) 14960-01		24473-00
10-100+ G.d.h. bao gồm: (1) 282-32, (1) 852-99, (1) 14959-01		24474-00
10-160 mg/L bao gồm: (1) 282-32, (1) 852-99, (1) 14364-01.....		24472-00
100-4,000 mg/L bao gồm: (1) 282-32, (1) 852-99, (1) 14399-01.....		24475-00
CalVer® 2 Indicator Powder Pillows100/pkg		852-99
Potassium Hydroxide Standard Solution, 8.00 N.....100 mL MDB*		282-32
Water, deionized 4 L		272-56
Select one or more based on sample concentration:		
EDTA Titration Cartridge, 0.0800 M mỗi cái		14364-01
EDTA Titration Cartridge, 0.1428 M mỗi cái		14960-01
EDTA Titration Cartridge, 0.714 M mỗi cái		14959-01
EDTA Titration Cartridge, 0.800 M mỗi cái		14399-01

Các dụng cụ cần thiết

* Liên hệ với Hach để có kích cỡ lớn hơn. Marked Dropper Bottle (MDB).

Digital Titrator.....	mỗi cái	16900-01
Flask, Erlenmeyer, 250 mL	mỗi cái	505-46
Select one or more based on sample concentration:		
Cylinder, graduated, 10 mL.....	mỗi cái	508-38
Cylinder, graduated, 25 mL.....	mỗi cái	508-40
Cylinder, graduated, 50 mL.....	mỗi cái	508-41
Cylinder, graduated, 100 mL.....	mỗi cái	508-42

Các thuốc thử tùy chọn

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Nhóm các thuốc thử độ cứng Canxi, độ cứng Magie và độ cứng tổng số (khoảng 100 thí nghiệm)		22721-00
Bao gồm: (2) 282-32, (1) 424-32, (1) 851-99, (1) 947-99, (1) 14364-01, (1) 14399-01		
Calcium Chloride Standard Solution, 1000 mg/L as CaCO ₃	1000 mL	121-53
CalVer® 2 Calcium Indicator Powder.....	113 g	281-14
Calcium Standard Solution Voluette® Ampules, 10,000 mg/L as CaCO ₃ , 10-mL.....	16/pkg	2187-10
Magnesium Standard Solution, 10 g/L CaCO ₃	29 mL SCDB	1022-33
Nitric Acid, ACS.....	500 mL	152-49
Nitric Acid Solution, 1:1.....	500 mL	2540-49
Potassium Cyanide, ACS	125 g	767-14

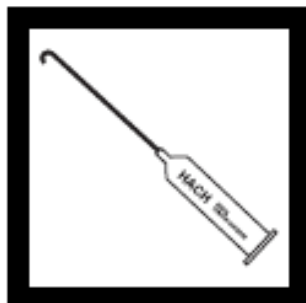
Các dụng cụ tùy chọn

Bottle, wash, poly, 500-mL.....	mỗi cái	620-11
Clamp, 2-prong, extension, 38-mm	mỗi cái	21145-00
Clamp Holder.....	mỗi cái	326-00
Demineralizer Assembly, 473 mL	mỗi cái	21846-00
Delivery Tubes, with 180° hook	5/pkg	17205-00
Delivery Tubes, 90° with hook	5/pkg	41578-00
pH Paper, 1.0 to 11 pH.....	5 rolls/pkg	391-33
Pipet, TenSette®, 0.1 to 1.0 mL	mỗi cái	19700-01
Pipet Tips for 19700-01 TenSette® Pipet.....	50/pkg	21856-96
Pipet, volumetric, Class A, 10-mL	mỗi cái	14515-38
Pipet, volumetric, Class A, 20-mL	mỗi cái	14515-20
Pipet, volumetric, Class A, 25-mL	mỗi cái	14515-40
Pipet, volumetric, Class A, 50-mL	mỗi cái	14515-41
Pipet, volumetric, Class A, 100-mL	mỗi cái	14515-42
Pipet Filler, safety bulb	mỗi cái	14651-00
sension™1 Basic Portable pH Meter with electrode	mỗi cái	51700-10
Spoon, measuring, 0.1-gram	mỗi cái	511-00
Spoon, measuring, 0.5-gram	mỗi cái	907-00
Support Ring Stand	mỗi cái	563-00
TitraStir® Stir Plate, 115 Vac	mỗi cái	19400-00
TitraStir® Stir Plate, 230 Vac	mỗi cái	19400-10
Voluette® Ampule Breaker Kit	mỗi cái	21968-00

ĐỘ CỨNG TỔNG SỐ (10 – 4000 mg/L CaCO_3)

Phương pháp 8213

Sử dụng EDTA



1. Chọn thể tích mẫu và Cartridge chuẩn độ EDTA tương ứng với độ cứng tổng số sẽ phân tích tính bằng nồng độ Canxicarbonat (CaCO_3). Sử dụng bảng 1 cho nồng độ tính bằng mg/L hay bảng 2 cho nồng độ tính bằng German degrees hardness (G.d.h.).

Lưu ý: 1 German degrees hardness bằng 17.9 mg/L độ cứng CaCO_3 .

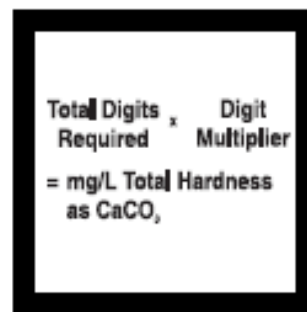
Lưu ý: Thu thập ít nhất 100mL mẫu trong 1 vật chứa bằng thủy tinh hay bằng polyetylen. Mẫu có thể giữ được đến 7 ngày trước khi phân tích nếu bảo quản ở 4°C và axit hóa đến pH = 2 với axit nitric đậm đặc. Trung hòa mẫu đã axit hóa đến pH = 7 với amoni hydroxit trước khi tiến hành thí nghiệm.

2. Gắn 1 ống dẫn sạch vào ống chuẩn độ axit H_2SO_4 hoặc axit HCl tương ứng. Gắn cố định ống vào thân máy chuẩn độ. Xem phần mô tả chung, các bước thực hiện, để hướng dẫn lắp ráp, nếu cần thiết.

3. Xoay nút phân phối để đẩy một vài giọt dung dịch chuẩn ra ngoài. Xác lập lại máy đo về 0 và lau sạch phần đầu.

Lưu ý: Để tiện lợi hơn nên sử dụng TitraStir® Stir Plate. Xem phần mô tả chung, bước 3 trong phần các bước thực hiện.

4. Sử dụng ống đong có chia vạch hoặc pipet để đo thể tích mẫu từ bảng 1 hoặc bảng 2. Chuyển mẫu vào một erlen 250mL sạch. Pha loãng đến vạch 100mL bằng nước đã khử ion hóa nếu cần.



5. Thêm vào 2mL dung dịch đệm độ cứng 1 và lắc đều.

6. Thêm vào 1 gói bột chỉ thị độ cứng MalVer® 2 (Mã hàng 851-99) và lắc đều.

Lưu ý: 4 giọt dung dịch chỉ thị độ cứng MalVer hay 1 muỗng 0.1g bột chỉ thị độ cứng MalVer® 2 (mã hàng 280-14) có thể thay thế cho 1 gói bột.

7. Đặt đầu ống dẫn vào trong dung dịch và lắc bình trong lúc chuẩn độ với EDTA cho đến dung dịch chuyển từ màu đỏ đến màu xanh thuần khiết. Ghi lại số con số cần thiết.

Lưu ý: Chuẩn độ chậm lại khi gần đến điểm cuối bởi vì phản ứng xảy ra chậm, đặc biệt là các mẫu lạnh.

8. Tính toán nồng độ cuối cùng bằng cách sử dụng 1 trong các công thức sau:

Số con số cần thiết x Hệ số (bảng 1) = mg/L độ cứng tổng số CaCO_3 .

Số con số cần thiết x Hệ số (bảng 2) = mg/L G.d.h.

Lưu ý: Nồng độ magie có thể được xác định bằng cách trừ kết quả của việc xác định canxi cho độ cứng tổng số.

Bảng 1

Khoảng (mg/L CaCO_3)	Thể tích mẫu (mL)	Cartridge chuẩn độ (M EDTA)	Mã hàng	Hệ số nhân
10-40	100	0.0800	14364-01	0.1
40-160	25	0.0800	14364-01	0.4
100-400	100	0.800	14399-01	1.0
200-800	50	0.800	14399-01	2.0
500-2000	20	0.800	14399-01	5.0
1000-4000	10	0.800	14399-01	10.0

Bảng 2

Khoảng (G.d.h.)	Thể tích mẫu (mL)	Cartridge chuẩn độ (M EDTA)	Mã hàng	Hệ số nhân
1-4	100	0.1428	14960-01	0.01
4-16	25	0.1428	14960-01	0.04
10-40	50	0.714	14959-01	0.1
25-100	20	0.714	14959-01	0.25
>100	10	0.714	14959-01	0.5

Các mối quan hệ độ cứng

mg/L độ cứng tổng số Ca = mg/L độ cứng tổng số $\text{CaCO}_3 \times 0.400$

mg/L độ cứng tổng số $\text{CaCO}_3 = \text{mg/L Ca} (\text{CaCO}_3) + \text{mg/L Mg} (\text{CaCO}_3)$

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp bổ sung dung dịch chuẩn

Để kiểm tra lại kỹ thuật phân tích, sử dụng 20 mL dung dịch chuẩn canxi 1000 mg/L CaCO_3 . Thực hiện các bước như mô tả ở trên. Dung dịch này sẽ cho kết quả đọc là 1000 mg/L hoặc 55.9 G.d.h.

Thực hiện việc kiểm tra độ chuẩn xác này khi nghi ngờ có các chất gây nhiễu.

1. Bề gây đầu ống tiêm dung dịch chuẩn Độ cứng Voluette® 10,000mg/L CaCO_3

2. Sử dụng pipet TenSette® và thêm 0.1mL dung dịch chuẩn vào dung dịch đã chuẩn độ ở bước 7. Tiếp tục chuẩn độ ngược đến điểm cuối tương tự. Ghi lại số đơn vị yêu cầu.

3. Lặp lại bằng cách thêm 2 lần 0.1mL nữa. chuẩn độ đến điểm cuối sau mỗi lần thêm.

4. Mỗi 0.1mL dung dịch chuẩn thêm vào đòi hỏi tăng thêm 10 con số của dung dịch chuẩn 0.800 N, 11 con số của dung dịch chuẩn 0.714 M hay 56 con số của dung dịch chuẩn 0.1482 M. Nếu sự gia tăng đồng nhất này không xảy ra, tham chiếu phụ lục A: Kiểm tra độ chuẩn xác và bổ sung dung dịch chuẩn.

Các chất gây nhiễu

Chú ý: Kali xyanua là 1 chất độc hại. Luôn luôn thêm nó sau khi thêm KOH. Kali xyanua dư không ảnh hưởng đến kết quả. Tất cả các chất thải xyanua nên được xử lý bằng cách thêm vào một lượng dư dung dịch kiềm mạnh natri hypochlorit (chất tẩy) và khuấy trộn. Sử dụng hệ thống thông gió tốt. Để yên trong 24 giờ trước khi xử lý.

- Mặc dù ít phổ biến hơn canxi và magie, các ion kim loại polyvalent khác gây ra tác dụng độ cứng tương tự và sẽ được bao gồm trong các kết quả.
- Một số quá trình chuyển đổi và phức kim loại nặng của các chất chỉ thị ngăn chặn sự thay đổi màu sắc ở điểm kết thúc.
- Sắt không gây nhiễu lên đến 15 mg/L. Trên mức này, nó gây ra một màu đỏ cam đến điểm kết thúc màu xanh lá sắc nét và có thể sử dụng lên đến 30mg/L sắt. Thay thế dung dịch CDTA 0.0800 M hoặc cartridge chuẩn độ CDTA 0.800 M cho dung dịch EDTA 0.0800 M hoặc cartridge chuẩn độ EDTA 0.800 M tương ứng, nếu sự gây nhiễu của sắt có thể xảy ra.
- Mangan chuẩn độ trực tiếp lên đến 20 mg/L nhưng nó che mất điểm kết thúc ở trên mức này. Thêm một muỗng 0.1 g hydroxylamine hydrochloride monohydrate để làm tăng mức này đến 200 mg/L mangan.
- Đồng và nhôm gây nhiễu tương ứng ở mức trên 0.10 và 0.20 mg/L. Cobalt và niken gây nhiễu ở mọi mức độ và phải được loại bỏ. Một muỗng 0.5 g Kali xyanua loại bỏ các chất gây nhiễu lên đến 100 mg/L đồng, 100 mg/L kẽm, 100 mg/L coban và 100 mg/L niken. Nó làm tăng mức nhôm cho phép đến 1 mg/L. Các kim loại bị mất hoạt tính bởi xyanua sẽ không bao gồm trong kết quả độ cứng.
- Orthophosphate gây ra một điểm kết thúc chậm và Polyphosphate phải được loại bỏ để kết quả chính xác.
- Độ axit và độ kiềm ở mức 10.000 mg/L CaCO_3 không gây nhiễu.

- Dung dịch natri clorua bão hòa không cho một điểm kết thúc rõ ràng, nhưng phép chuẩn độ có thể thực hiện trực tiếp trên nước biển.
- Thêm một gói bột muối Magie CDTA để loại bỏ các kim loại gây nhiễu ở mức bằng hay thấp hơn thể hiện trong Bảng 3.

Bảng 3

Kim loại	CDTA loại bỏ các chất gây nhiễu dưới mức này
Nhôm	50 mg/L
Cobalt	200 mg/L
Đồng	100 mg/L
Sắt	100 mg/L
Mangan	200 mg/L
Niken	400 mg/L
Kẽm	300 mg/L

- Nếu có nhiều hơn 1 kim loại hiện diện hoặc cao hơn nồng độ đã chỉ ra ở trên, có thể thêm vào một gói bột muối Magie CDTA.

Kết quả thu được bằng phương pháp này bao gồm độ cứng gây ra bởi các kim loại. Nếu nồng độ của mỗi kim loại đã được biết, việc hiệu chỉnh có thể được áp dụng để có được nồng độ độ cứng canxi và magie. Độ cứng (tính bằng mg/L CaCO_3) tạo thành bởi mỗi mg/L kim loại được liệt kê dưới đây, và có thể được trừ từ giá trị độ cứng tổng số thu được ở trên để xác định độ cứng canxi và magie. Xem Bảng 4.

Bảng 4

Kim loại	ứng CaCO_3 gây ra bởi mỗi mg/L kim loại
Nhôm	3.710
Bari	0.729
Cobalt	1.698
Đồng	1.575
Sắt	1.792
Mangan	1.822
Niken	1.705
Stronti	1.142
Kẽm	1.531

- Bari, stronti và kẽm chuẩn độ trực tiếp.
- Mẫu cao đậm hoặc pH mẫu cực trị có thể vượt quá khả năng đậm của các thuốc thử và đòi hỏi tiền xử lý mẫu.

Tóm tắt phương pháp

Sau khi mẫu được đệm đến pH 10.1, chỉ thị độ cứng ManVer 2 được thêm vào, và hình thành một phức màu đỏ với một phần của canxi và magie trong mẫu. Dung dịch chuẩn EDTA phản ứng trước hết với các ion canxi và magie, sau đó liên kết với chỉ thị, làm đổi màu dung dịch thành màu xanh tại điểm cuối.

Các thuốc thử cần thiết

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Nhóm các thuốc thử độ cứng tổng số (khoảng 100 thí nghiệm)		
1-16 G.d.h. bao gồm: (1) 424-32, (1) 851-99, (1) 14960-01		24478-00
10-100+ G.d.h. bao gồm: (1) 424-32, (1) 851-99, (1) 14959-01.....		24479-00
10-160 mg/L bao gồm: (1) 424-32, (1) 851-99, (1) 14364-01		24480-00
100-4,000 mg/L bao gồm: (1) 424-32, (1) 851-99, (1) 14399-01		24481-00
Hardness 1 Buffer Solution.....	100 mL MDB	424-32
ManVer® 2 Hardness Indicator Powder Pillow	100/pkg	851-99
Water, deionized.....	4 L	272-56
Select one or more based on sample concentration:		
EDTA Titration Cartridge, 0.0800 M.....	mỗi cái	14364-01
EDTA Titration Cartridge, 0.1428 M.....	mỗi cái	14960-01
EDTA Titration Cartridge, 0.714 M.....	mỗi cái	14959-01
EDTA Titration Cartridge, 0.800 M.....	mỗi cái	14399-01

Các dụng cụ cần thiết

Digital Titrator	mỗi cái	16900-01
Flask, Erlenmeyer, 250-mL	mỗi cái	505-46
Select one or more based on sample concentration:		
Cylinder, graduated, 10-mL	mỗi cái	508-38
Cylinder, graduated, 25-mL	mỗi cái	508-40
Cylinder, graduated, 50-mL	mỗi cái	508-41
Cylinder, graduated, 100-mL	mỗi cái	508-42

Các thuốc thử tùy chọn

Ammonium Hydroxide, 10%.....	100 mL MDB*	14736-32
Calcium Chloride Standard Solution, 1000 mg/L as CaCO ₃	1000 mL	121-53
CDTA Magnesium Salt Powder Pillows	100/pkg	14080-99
CDTA Titration Cartridge, 0.0800 M	mỗi cái	14402-01
CDTA Titration Cartridge, 0.800 M	mỗi cái	14403-01
Calcium Standard Solution Voluette® Ampules, 10,000 mg/L as CaCO ₃ , 10-mL.....	16/pkg	2187-10
Hydroxylamine Hydrochloride, Monohydrate, ACS	113 g	246-14
ManVer® 2 Hardness Indicator Powder.....	113 g	280-14
ManVer® Hardness Indicator Solution	100 mL MDB*	425-32
Nitric Acid Solution, 1:1.....	500 mL	2540-49
Nitric Acid, ACS.....	500 mL	152-49
Potassium Cyanide, ACS	125 g	767-14

* Liên hệ với Hach để có kích cỡ lớn hơn.

Các dụng cụ tùy chọn

Bottle, wash, poly, 500-mL	mỗi cái	620-11
Clamp 2-prong, extension, 38-mm.....	mỗi cái	21145-00
Clamp Holder	mỗi cái	326-00
Demineralizer Assembly, 473-mL	mỗi cái	21846-00
Delivery Tubes, with 180° hook.....	5/pkg	17205-00
Delivery Tubes, 90° with hook	5/pkg	41578-00
pH Paper, 1.0 to 11 pH	5 rolls/pkg	391-33
Pipet, TenSette®, 0.1 to 1.0 mL.....	mỗi cái	19700-01
Pipet Tips for 19700-01 TenSette® Pipet	50/pkg	21856-96

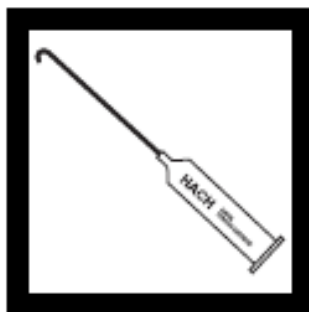
Pipet, volumetric, Class A, 10-mL	mỗi cái	14515-38
Pipet, volumetric, Class A, 20-mL	mỗi cái	14515-20
Pipet, volumetric, Class A, 25-mL	mỗi cái	14515-40
Pipet, volumetric, Class A, 50-mL	mỗi cái	14515-41
Pipet, volumetric, Class A, 100-mL	mỗi cái	14515-42
Pipet Filler, safety bulb.....	mỗi cái	14651-00
Sension™ 1 Basic Portable pH Meter with electrode	mỗi cái	51700-10
Spoon, measuring, 0.1-gram	mỗi cái	511-00
Spoon, measuring, 0.5-gram	mỗi cái	907-00
Spoon, measuring, 1.0-gram	mỗi cái	510-00
Support Ring Stand	mỗi cái	563-00
TitraStir® Stir Plate, 115 Vac	mỗi cái	19400-00
TitraStir® Stir Plate, 230 Vac	mỗi cái	19400-10
Voluette® Ampule Breaker Kit.....	mỗi cái	21968-00

ĐỘ CỨNG TỔNG SỐ, LIÊN TIẾP (10 – 4000 mg/L CaCO_3)

Phương pháp 8329

Phương pháp chuẩn độ liên tiếp (mẫu hạn chế)

Phạm vi và ứng dụng: Để xác định độ cứng tổng số và độ cứng canxi trong các mẫu với cỡ mẫu hạn chế, thực hiện theo phương pháp này. Tính độ cứng magie bằng sự sai khác.



1. Chọn thể tích mẫu và Cartridge chuẩn độ EDTA tương ứng với độ Canxi sẽ phân tích tính bằng nồng độ Canxicarbonat (CaCO_3). Sử dụng bảng 1 cho nồng độ tính bằng mg/L hay bảng 2 cho nồng độ tính bằng German degrees hardness (G.d.h.).

2. Gắn 1 ống dẫn sạch vào ống chuẩn độ axit H_2SO_4 hoặc axit HCl tương ứng. Gắn cố định ống vào thân máy chuẩn độ. Xem phần mô tả chung, các bước thực hiện, để hướng dẫn lắp ráp, nếu cần thiết.

3. Xoay nút phân phối để đẩy một vài giọt dung dịch chuẩn ra ngoài. Xác lập lại máy đo về 0 và lau sạch phần đầu.

Lưu ý: Để tiện lợi hơn nên sử dụng TitraStir® Stir Plate. Xem phần mô tả chung, bước 3 trong phần các bước thực hiện.

4. Sử dụng ống đong có chia vạch hoặc pipet để đo thể tích mẫu từ bảng 1 hoặc bảng 2. Chuyển mẫu vào một erlen 250mL sạch. Pha loãng đến vạch 100mL bằng nước đã khử ion hóa nếu cần.

Lưu ý: 1 German degrees hardness bằng 17.9 mg/L độ cứng CaCO_3 .

Lưu ý: Nếu mẫu không thể được phân tích ngay lập tức, thêm 1.5 mL Axit Nitric cho mỗi lít mẫu để bảo quản mẫu và ngăn ngừa việc hấp thụ canxi của thành bình chứa. Bảo quản mẫu trong tủ lạnh. Mẫu bảo quản theo cách này ổn định cho một tuần. Trung hòa đến pH 7 trước khi tiến hành thí nghiệm.

Bảng 1

Khoảng (mg/L CaCO ₃)	Thể tích mẫu (mL)	Cartridge Chuẩn độ (M EDTA)	Mã hàng	Hệ số nhân
10-40	100	0.0800	14364-01	0.1
40-160	25	0.0800	14364-01	0.4
100-400	100	0.800	14399-01	1.0
200-800	50	0.800	14399-01	2.0
500-2000	20	0.800	14399-01	5.0
1000-4000	10	0.800	14399-01	10.0

Bảng 2

Khoảng (G.d.h.)	Thể tích mẫu (mL)	Cartridge Chuẩn độ (M EDTA)	Mã hàng	Hệ số
1-4	100	0.1428	14960-01	0.01
4-16	25	0.1428	14960-01	0.04
10-40	50	0.714	14959-01	0.1
25-100	20	0.714	14959-01	0.25
>100	10	0.714	14959-01	0.5



5. Thêm vào 2mL dung dịch chuẩn Kali hydroxit 8N và lắc đều.

Lưu ý: Đối với các mẫu có thể tích là 50mL hoặc nhỏ hơn, thêm vào 1mL.

Lưu ý: Magie không bao gồm trong kết quả, nhưng

6. Thêm vào 1 gói bột chỉ thị Canxi CalVer® 2 (Mã hàng 947-99) và lắc đều.

7. Đặt đầu ống phân phối vào trong dung dịch và lắc bình trong lúc chuẩn độ với EDTA cho đến dung dịch chuyển từ màu hồng đến màu xanh lam. Ghi lại số con số cần thiết.

Lưu ý: Chuẩn độ chậm lại khi gần đến điểm cuối bởi

8. Tính toán nồng độ độ cứng canxi bằng cách sử dụng 1 trong các công thức sau:

Số con số cần thiết x Hệ số (bảng 1) = mg/L độ cứng Canxi CaCO₃.

Số con số cần thiết x Hệ

phải có mặt để điểm cuối sắc nét. Nếu Magie không hiện diện, thêm 1-2 giọt dung dịch chuẩn độ cứng.

vì phản ứng xảy ra chậm, đặc biệt là các mẫu lạnh.

số (bảng 2) = mg/L G.d.h.

Lưu ý: Không xác lập lại máy đo về 0.



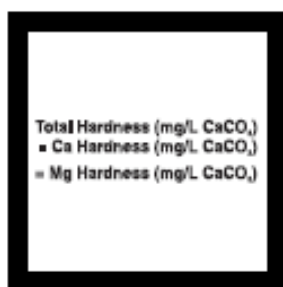
9. Sau khi hoàn tất việc chuẩn độ Canxi, thêm 1mL dung dịch chuẩn axit sunfuric 5.25 N. Axit thêm vào bằng cách nhỏ giọt và lắc dung dịch cho đến khi dung dịch chuyển từ màu xanh trong sang màu tím, sau đó chuyển sang màu xanh lam và cuối cùng là màu đỏ. Lắc erlen để đảm bảo rằng tất cả $Mg(OH)_2$ kết tủa bị hòa tan trở lại.

10. Thêm 2mL dung dịch đệm độ cứng 1 và lắc đều.

11. Thêm vào 1 gói bột chỉ thị độ cứng ManVer® 2 (mã hàng 928-99) hoặc 4 giọt dung dịch kiểm tra độ cứng 2 (mã hàng 425-32). Lắc đều.

12. Đặt đầu ống dẫn vào trong dung dịch và lắc bình trong lúc chuẩn độ với EDTA cho đến dung dịch chuyển từ màu đỏ đến màu xanh trong. Ghi lại số con số cần thiết.

Lưu ý: Chuẩn độ chậm lại khi gần đến điểm cuối bởi vì phản ứng xảy ra chậm, đặc biệt là các mẫu lạnh.



13. Sử dụng công thức thích hợp sau để tính toán nồng độ cuối cùng dựa trên thể tích mẫu và cartridge chuẩn độ.

Số con số cần thiết x Hệ số (bảng 1) = mg/L độ cứng tổng số CaCO_3 .

Số con số cần thiết x Hệ số (bảng 2) = mg/L G.d.h.

14. Phép chuẩn độ đầu tiên đưa ra số mg/L độ cứng canxi và phép chuẩn độ thứ 2 đưa ra số mg/L độ cứng tổng số. sự sai khác giữa 2 giá trị này là số mg/L độ cứng magie CaCO_3 .

Độ cứng tổng số (mg/L CaCO_3) – độ cứng Ca (mg/L CaCO_3) = độ cứng Mg (mg/L CaCO_3)

Lưu ý: Xem phần dưới đây cho việc chuyển đổi các yếu tố.

Mối liên hệ độ cứng

mg/L Mg độ cứng CaCO_3
= mg/L độ cứng tổng số CaCO_3 – mg/L độ cứng Ca CaCO_3

mg/L MgCO_3 = mg/L độ cứng Mg $\text{CaCO}_3 \times 0.842$

mg/L Mg = mg/L $\text{MgCO}_3 \times 0.29$

Các chất gây nhiễu

Cảnh báo

Không sử dụng KCN để loại trừ chất gây nhiễu vì sẽ tạo ra khí hydro cyanide khi axit sulfunric được cho vào ở bước 9.

- Mặc dù ít phổ biến hơn canxi và magie, các ion kim loại polyvalent khác gây ra tác dụng độ cứng tương tự và sẽ được bao gồm trong các kết quả.
- Một số quá trình chuyển đổi và phức kim loại nặng của các chất chỉ thị ngăn chặn sự thay đổi màu sắc ở điểm kết thúc.
- Sắt không gây nhiễu lên đến 15 mg/L. Trên mức này, nó gây ra một màu đỏ cam đến điểm kết thúc màu xanh lá sắc nét và có thể sử dụng lên đến 30mg/L sắt. Thay thế dung dịch CDTA 0.0800 M hoặc cartridge

chuẩn độ CDTA 0.800 M cho dung dịch EDTA 0.0800 M hoặc cartridge chuẩn độ EDTA 0.800 M tương ứng, nếu sự gây nhiễu của sắt có thể xảy ra. Để biểu diễn kết quả bằng đơn vị G.d.h chia kết quả tính bằng mg/L cho 17.9.

- Mangan chuẩn độ trực tiếp lên đến 20 mg/L nhưng nó che mất điểm kết thúc ở trên mức này. Thêm một muỗng 0.1 g hydroxylamine hydrochloride monohydrate để làm tăng mức này đến 200 mg/L mangan.
- Đồng và nhôm gây nhiễu tương ứng ở mức trên 0.10 và 0.20 mg/L. Cobalt và niken gây nhiễu ở mọi mức độ và phải được loại bỏ.
- Orthophosphate gây ra một điểm kết thúc chậm và Polyphosphate phải được loại bỏ để kết quả chính xác
- Độ axit và độ kiềm ở mức 10.000 mg/L CaCO_3 không gây nhiễu.
- Dung dịch natri clorua bão hòa không cho một điểm kết thúc rõ ràng, nhưng phép chuẩn độ có thể thực hiện trực tiếp trên nước biển.
- Thêm một gói bột muối Magie CDTA để loại bỏ các kim loại gây nhiễu ở mức bằng hay thấp hơn thể hiện trong Bảng 3.
- Nếu có nhiều hơn 1 kim loại hiện diện hoặc cao hơn nồng độ đã chỉ ra ở trên, có thể thêm vào một gói bột muối Magie CDTA.
- Kết quả thu được bằng phương pháp này bao gồm độ cứng gây ra bởi các kim loại. Nếu nồng độ của mỗi kim loại đã được biết, việc hiệu chỉnh có thể được áp dụng để có được nồng độ độ cứng canxi và magie. Độ cứng (tính bằng mg/L CaCO_3) tạo thành bởi mỗi mg/L kim loại được liệt kê trong Bảng 4. Độ cứng gây ra bởi các kim loại có thể được trừ bởi độ cứng tổng số để xác định nồng độ độ cứng canxi và độ cứng magie.
- Bari, stronti và kẽm chuẩn độ trực tiếp.

Bảng 3

Kim loại	CDTA loại bỏ các chất gây nhiễu dư mức này
Nhôm	50 mg/L
Cobalt	200 mg/L
Đồng	100 mg/L
Sắt	100 mg/L
Mangan	200 mg/L
Niken	400 mg/L
Kẽm	300 mg/L

Bảng 4

Kim loại	Độ cứng CaCO ₃ gây ra bởi mỗi mg/L kim loại
Nhôm	3.710
Bari	0.729
Cobalt	1.698
Đồng	1.575
Sắt	1.792
Mangan	1.822
Niken	1.705
Stronti	1.142
Kẽm	1.531

Các thuốc thử cần thiết*

Nhóm các thuốc thử độ cứng canxi và magie (khoảng 100 thí nghiệm)

10-100+ G.d.h. bao gồm: (1) 282-32, (1) 424-32, (1) 928-99, (1) 947-99, (1) 2449-32, (1) 14959-01	24485-00
10-160 mg/L bao gồm: (1) 282-32, (1) 424-32, (1) 928-99, (1) 947-99, (1) 2449-32, (1) 14364-01	24486-00
100-4,000 mg/L bao gồm: 282-32, (1) 424-32, (1) 928-99, (1) 947-99, (1) 2449-32, (1) 14399-01	24487-00

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
CalVer® 2 Indicator Powder Pillows	100/pkg	947-99
Hardness 1 Buffer Solution.....	100 mL MDB	424-32
ManVer® 2 Hardness Indicator Powder Pillows.....	100/pkg	928-99
Potassium Hydroxide Standard Solution, 8.00 N	100 mL MDB**	282-32
Sulfuric Acid, 5.25 N	100 mL MDB	2449-32
Water, deionized.....	4 L	272-56
Select one or more based on sample concentration:		

* Các thuốc thử và dụng cụ khác được liệt kê với từng phương pháp cụ thể.

** Marked Dropper Bottle (MDB). Liên hệ với Hach để có cỡ lớn hơn.

EDTA Titration Cartridge, 0.0800 M.....	mỗi cái.....	14364-01
EDTA Titration Cartridge, 0.1428 M.....	mỗi cái.....	14960-01
EDTA Titration Cartridge, 0.714 M.....	mỗi cái.....	14959-01
EDTA Titration Cartridge, 0.800 M.....	mỗi cái.....	14399-01

Các dụng cụ cần thiết

Digital Titrator	mỗi cái.....	16900-01
Flask, Erlenmeyer, 250 mL.....	mỗi cái.....	505-46
Select one or more based on sample concentration:		
Cylinder, graduated, 10 mL	mỗi cái.....	508-38
Cylinder, graduated, 25 mL	mỗi cái.....	508-40
Cylinder, graduated, 50 mL	mỗi cái	508-41
Cylinder, graduated, 100 mL	mỗi cái	508-42

Các thuốc thử tùy chọn

CDTA Magnesium Salt Powder Pillows	100/pkg	14080-99
CDTA Titration Cartridge, 0.08 M	mỗi cái.....	14402-01
CDTA Titration Cartridge, 0.8 M	mỗi cái.....	14403-01
Hardness 2 Test Solution	100 mL MDB	425-32
Hardness Standard Solution, Voluette® Ampules, 10,000 mg/L as CaCO ₃ , 10 mL	16/pkg	2187-10
Hydroxylamine Hydrochloride	113 g	246-14
Nitric Acid, 70%	500 mL	152-49

Các dụng cụ tùy chọn

Bottle, wash, poly, 500 mL	mỗi cái.....	620-11
Clamp, 2-prong, extension, 38 mm	mỗi cái.....	21145-00
Clamp Holder	mỗi cái	326-00
Demineralizer Assembly, 473 mL.....	mỗi cái	21846-00
Delivery Tubes, with 180° hook.....	5/pkg	17205-00
Delivery Tubes, 90° with hook.....	5/pkg	41578-00
pH Paper, 1.0 to 11 pH	5 rolls/pkg	391-33
Pipet, TenSette®, 0.1 to 1.0 mL.....	mỗi cái.....	19700-01
Pipet Tips for 19700-01 TenSette® Pipet	50/pkg	21856-96
Pipet, volumetric, Class A, 10 mL	mỗi cái.....	14515-38
Pipet, volumetric, Class A, 20 mL	mỗi cái	14515-20
Pipet, volumetric, Class A, 25 mL	mỗi cái.....	14515-40
Pipet, volumetric, Class A, 50 mL	mỗi cái.....	14515-41
Pipet, volumetric, Class A, 100 mL	mỗi cái.....	14515-42
Pipet Filler, safety bulb.....	mỗi cái.....	14651-00
sension™ 1 Basic Portable pH Meter with electrode	mỗi cái.....	51700-10
Spoon, measuring, 0.1 gram.....	mỗi cái.....	511-00
Spoon, measuring, 0.5 gram.....	mỗi cái.....	907-00
Support Ring Stand	mỗi cái.....	563-00
TitraStir® Stir Plate, 115 Vac	mỗi cái	19400-00
TitraStir® Stir Plate, 230 Vac	mỗi cái.....	19400-10
Voluette® Ampule Breaker Kit.....	mỗi cái.....	21968-00

HYPOCHLORIT (chất tẩy trắng) (50 – 150 g/L (5 – 15 %) Cl_2)

Phương pháp 10100

Phương pháp chuẩn độ iod*

Phạm vi và ứng dụng: Cho việc thí nghiệm các dung dịch tẩy trắng đậm đặc (natrihypoclorit, thuốc tẩy soda) được sử dụng như một chất diệt khuẩn trong nước uống hoặc xử lý nước thải.



1. Gắn 1 ống phân phối sạch vào cartridge dung dịch chuẩn thiosunfat 2.26 N. gắn cố định cartridge vào thân thiết bị chuẩn độ.



2. Làm đầy ống phân phối bằng cách xoay nút phân phối để đẩy 1 vài giọt dung dịch chuẩn ra ngoài. Xác lập lại máy đo về 0 và lau sạch đầu ống.



3. Đổ vào erlen 125mL đến khoảng vạch 75mL bằng nước khử ion hoặc nước máy.



4. Thêm vào erlen 1 gói bột kali iodua và lắc đều.

Lưu ý: Mức độ clo dư trong nước máy không ảnh hưởng đến thí nghiệm.



5. Thêm vào erlen 1 gói bột thuốc thử axit và lắc đều.



6. Gắn cố định 1 đầu ống vào pipet TenSette®.



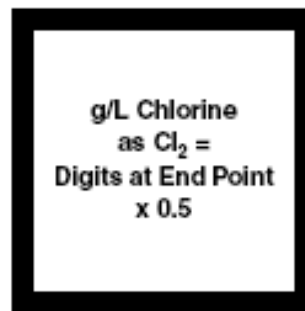
7. Sử dụng pipet để phân phối 0.2mL mẫu chất tẩy vào bên dưới mức dung dịch trong erlen.



8. Lắc đều, dung dịch sẽ chuyển sang màu nâu sẫm.

Lưu ý: Tiến hành ngay lập tức với bước 9.

* Được chấp nhận từ ASTM phương pháp D2022



9. Đặt đầu ống phân phối vào trong dung dịch và lắc erlen trong lúc chuẩn độ với dung dịch chuẩn thiosunfat cho đến dung dịch chuyển sang màu vàng gỗ.
10. Thêm vào erlen 1 ống nhỏ giọt dung dịch chỉ thị hồ tinh bột và lắc đều. màu xanh lam sẫm hay xanh lá sẽ xuất hiện.
11. Tiếp tục chuẩn độ cho đến khi dung dịch trở thành không màu. Ghi lại số con số cần thiết.
12. Tính toán số g/L clo:

$$\text{g/L clo} = \text{số con số cần thiết} \times 0.5$$

Lưu ý: Chia số g/L clo cho 10 để tính ra % (thể tích) clo (phần trăm thương mại).

Thu thập, lưu trữ và bảo quản mẫu

Dung dịch tẩy trắng soda tương đối không ổn định. Tránh để mẫu tiếp xúc với hơi nóng hoặc ánh sáng. Thu thập mẫu trong chai thủy tinh và lưu trữ ở nơi mát và tối cho đến khi phân tích. Phân tích ngay khi tiến hành thí nghiệm.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp bổ sung dung dịch chuẩn

Hach khuyến cáo mạnh mẽ rằng, để kết quả thí nghiệm được tối ưu, mỗi thuốc thử mới phải được kiểm tra độ chuẩn xác. Độ mạnh của dung dịch chuẩn thiosunfat có thể được kiểm tra bằng cách sử dụng dung dịch chuẩn kali iodua – iodate:

1. Sử dụng pipet loại A chuyển 50.00mL dung dịch chuẩn kali iodua – iodate vào erlen 125mL sạch.
2. Thêm 1 gói bột kali iodua vào erlen và lắc đều.
3. Thêm 3 gói bột thuốc thử axit vào erlen và lắc đều. Lắc cho đến khi tất cả bột được hòa tan.
4. Tiếp tục phép chuẩn độ với bước 9 của phương pháp. Mất khoảng 217 – 227 con số để đạt đến điểm cuối.

Các chất gây nhiễu

Phương pháp chuẩn độ iod giải phóng tương đối các chất gây nhiễu. Thí nghiệm sẽ xác định ion clorit (ClO_2^-) trong việc bổ sung các ion hypoclorit (ClO^-). Tuy nhiên, lượng clorit trong thuốc tẩy thương mại là không đáng kể (thường ít hơn 0.2%).

Một lượng dư lớn các chất kiềm ăn da trong mẫu thuốc tẩy có thể dẫn đến kết quả thấp. Sau khi thêm gói bột thuốc thử axit (bước 5), kiểm tra độ pH của dung dịch bằng giấy pH. Độ pH nên nhỏ hơn 3. Nếu không, bổ sung thêm thuốc thử Axit, một gói 1 lần, cho đến khi pH giảm xuống dưới 3.

Đối với hầu hết các kết quả chính xác, nhiệt độ của nước pha loãng (bước 3) nên nhỏ hơn 20°C (68°F).

Độ chụm

Trong 1 phòng thí nghiệm riêng sử dụng mẫu thuốc tẩy thương mại 91.2 g/L (9.12%) Cl_2 , một người thao tác thu được độ lệch chuẩn của $\pm 1.5 \text{ g/L}$ ($\pm 0.15\%$) Cl_2 .

Tóm tắt phương pháp

Trong điều kiện có tính axit, hypochlorit phản ứng với iodua và tạo thành một lượng tương đương triiodua (I_3^-). I_3^- giải phóng được chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn thiosunfat để một điểm cuối không màu. Số con số thiosunfat cần thiết tỷ lệ thuận với nồng độ hypochlorit trong mẫu thuốc tẩy ban đầu.

Các thuốc thử cần thiết

HR Hypochlorite (Bleach) Reagent Set (khoảng 100 thí nghiệm) 26870-00

Bao gồm: (1) 349-32, (1) 1042-99, (1) 20599-96, (1) 26869-01

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Acid Reagent Powder Pillows	100/pkg	1042-99
Potassium Iodide Powder Pillows.....	50/pkg	20599-96
Sodium Thiosulfate Standard Titrant Solution, 2.26 N	mỗi cái	26869-01
Starch Indicator Solution	100 mL MDB*	349-32

Các dụng cụ cần thiết

Clippers, large	mỗi cái	968-00
Delivery Tubes, 180°	5/pkg	17205-00
Digital Titrator Assembly	mỗi cái	16900-02
Flask, Erlenmeyer, 125-mL	mỗi cái	505-43
Pipet, TenSette®, 0.1–1.0 mL	mỗi cái	19700-01
Pipet Tips for 19700-01 TenSette® Pipet	50/pkg	21856-96

Các thuốc thử tùy chọn

Potassium Iodide-Iodate Standard Solution, 0.0125 N.....1 L 14001-53

Các dụng cụ tùy chọn

pH Paper, 1–11.....	5/pkg	391-33
Pipet, volumetric, Class A, 50.00 mL	mỗi cái	14515-41

* Marked Dropping Bottle

SẮT (10 – 1000 mg/L Fe)

Phương pháp 8214

Sử dụng Cartridge chuẩn độ TitraVer®



1. Chọn thể tích mẫu và Cartridge chuẩn độ TitraVer tương ứng với nồng độ sắt (Fe) sẽ phân tích từ bảng 1.

2. Gắn 1 ống phân phối sạch vào Cartridge chuẩn độ. Gắn cố định Cartridge vào thân thiết bị chuẩn độ. Xem phần mô tả chung, các bước thực hiện, để có hướng dẫn lắp ráp nếu cần thiết.

3. Làm đầy ống dẫn bằng cách xoay nút phân phối để đẩy 1 vài giọt dung dịch chuẩn ra ngoài. Xác lập lại máy đo về 0 và lau sạch phần đầu ống.

Lưu ý: Để thuận lợi hơn, sử dụng Stir Plate TitraStir®. Xem phần mô tả chung, bước 3 trong phần Các bước thực hiện.

4. Sử dụng một ống đong có chia vạch để đo thể tích mẫu từ bảng 1. Chuyển mẫu vào erlen 125mL sạch. Pha loãng đến vạch 100mL với nước khử ion nếu cần.

Bảng 1

Khoảng (mg/L Fe)	Thể tích mẫu (mL)	Cartridge Chuẩn độ (M TitraVer)	Mã hàng	Hệ số nhân
10-40	50	0.0716	20817-01	0.1
25-100	20	0.0716	20817-01	0.25
100-400	50	0.716	20818-01	1.0
250-1000	20	0.716	20818-01	2.5



5. Thêm vào 1 gói bột đệm Citrate và lắc đều.

6. Thêm vào 1 gói bột Natri Periodat và lắc đều.

Lưu ý: Màu vàng chỉ thị sự hiện diện của Fe.

7. Thêm vào 1 gói bột axit Sunfosalicyclic. Màu đỏ sẽ hình thành nếu có mặt Fe.

8. Đặt đầu ống phân phối vào trong dung dịch và lắc erlen trong lúc chuẩn độ mẫu cho đến khi dung dịch chuyển từ màu đỏ về màu vàng ban đầu. Ghi lại số con số cần thiết.

$$\begin{array}{l} \text{Digits} \\ \text{Required} \end{array} \times \begin{array}{l} \text{Digit} \\ \text{Multiplier} \end{array} \\ = \text{mg/L Iron (Fe)} \quad .$$

9. Tính toán: Số con số cần thiết x Hệ số = mg/L sắt (Fe).

Kiểm tra độ chuẩn xác

Việc kiểm tra độ chuẩn xác này được thực hiện khi nghi ngờ có các chất gây nhiễu hoặc kiểm tra lại kỹ thuật phân tích.

1. Sử dụng pipet TenSette® thêm 0.5 mL dung dịch chuẩn Fe 1000 mg/L vào mẫu ở bước 7. Tiếp tục chuẩn độ đến điểm cuối tương tự. Ghi lại số con số cần thiết đã thêm vào.
2. Lặp lại thêm 2 lần nữa, với mỗi lần thêm là 0.5 mL. Chuẩn độ đến điểm cuối sau mỗi lần thêm.
3. Mỗi 0.5 mL dung dịch chuẩn thêm vào đòi hỏi khoảng 10 con số tăng thêm của dung dịch chuẩn 0.716 M hay 100 con số của dung dịch chuẩn 0.0716 M. Nếu sự gia tăng đồng nhất không xảy ra, tham khảo phụ lục A:

Tóm tắt phương pháp

Fe^{2+} bị oxy hóa bởi natri periodate thành ion ferric (Fe^{3+}). Khi axit sulfosalicylic hiện diện, các ion sắt tạo thành một phức màu đỏ, tạo màu cho dung dịch. Phức màu đỏ này bị loại bỏ bằng cách chuẩn độ với EDTA. Axit citric được sử dụng để đệm các dung dịch và ổn định các ion sắt trong dung dịch.

Các thuốc thử cần thiết (đa dạng theo đặc tính của mẫu)

Nhóm các thuốc thử Fe (khoảng 100 thí nghiệm)

10-100 mg/L bao gồm: (1) 984-99, (1) 20815-99, (1) 20816-69, (1) 20817-01 24492-00

100-1000 mg/L bao gồm: (1) 984-99, (1) 20815-99, (1) 20816-69, (1) 20818-01 24493-00

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Citrate Buffer Powder Pillows	100/pkg	20815-99
Sodium Periodate Powder Pillows	100/pkg	984-99
Sulfosalicylic Acid Powder Pillows.....	100/pkg	20816-69
TitraVer® Standard Solution Titration Cartridge, 0.0716 M	mỗi cái	20817-01
TitraVer® Standard Solution Titration Cartridge, 0.716 M	mỗi cái	20818-01
Water, deionized.....	4 L	272-56
Các dụng cụ cần thiết		
Clippers, for opening pillows.....	mỗi cái	968-00
Digital Titrator	mỗi cái	16900-01
Flask, Erlenmeyer, 125 mL.....	mỗi cái	505-43
Select one or more based on sample concentration:		
Cylinder, graduated, 25 mL	mỗi cái	508-40
Cylinder, graduated, 50 mL	mỗi cái	508-41
Các thuốc thử tùy chọn		
Iron Standard Solution, 1000 mg/L as Fe	100 mL	2271-42
Các dụng cụ tùy chọn		
Bottle, wash, poly, 500 mL	mỗi cái	620-11
Clamp, 2-prong, extension, 38 mm.....	mỗi cái	21145-00
Clamp Holder.....	mỗi cái	326-00
Demineralizer Assembly, 473 mL	mỗi cái	21846-00
Delivery Tubes, with 180° hook	5/pkg	17205-00
Delivery Tubes, 90° with hook	5/pkg	41578-00
Pipet, TenSette®, 0.1 to 1.0 mL	mỗi cái	19700-01
Pipet Tips for 19700-01 TenSette® Pipet.....	50/pkg	21856-96
Pipet, volumetric, Class A, 25.0 mL	mỗi cái	14515-40
Pipet, volumetric, Class A, 50.0 mL	mỗi cái	14515-41
Pipet Filler, safety bulb	mỗi cái	14651-00
Support Ring Stand	mỗi cái	563-00
TitraStir® Stir Plate, 115 Vac	mỗi cái	19400-00
TitraStir® Stir Plate, 230 Vac	mỗi cái	19400-10

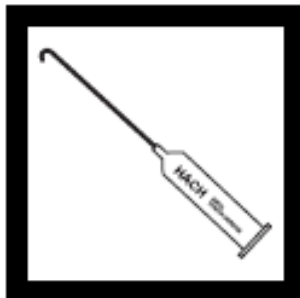
NITRIT (100 – 2500 mg/L NaNO_2)

Phương pháp 8351

Sử dụng dung dịch chuẩn Ceric



1. Chọn thể tích mẫu từ bảng 1 tương ứng với nồng độ NaNO_2 mẫu sẽ phân tích.



2. Gắn 1 ống phân phối sạch vào Cartridge chuẩn độ dung dịch chuẩn Ceric. Gắn cố định ống vào thân máy chuẩn độ, xem phần mô tả chung, các bước thực hiện để có hướng dẫn lắp ráp nếu cần.



3. Giữ Digital Titrator với đầu Cartridge hướng lên. Xoay nút phân phối cho đến khi 1 vài giọt dung dịch chuẩn rơi ra ngoài. Xác lập lại máy đo về 0 và lau sạch đầu ống.

Lưu ý: Để tiện lợi hơn sử dụng TitraStir® Stir Plate. Xem phần mô tả chung, bước 3 trong từng bước.



4. Sử dụng một ống đong có chia vạch để đo thể tích mẫu từ bảng 1. Chuyển mẫu vào erlen 125mL sạch. Thêm nước khử ion đến vạch 75mL nếu cần.

Lưu ý: Nên sử dụng pipet cho mẫu có thể tích nhỏ hơn 10mL.



5. Thêm 5 giọt dung dịch chuẩn axit sunfuric 5.25 N vào erlen và lắc đều.



6. Thêm vào 1 giọt dung dịch chỉ thị ferroin vào erlen và lắc đều.



7. Đặt đầu ống phân phối vào trong dung dịch và lắc erlen trong lúc chuẩn độ với dung dịch chuẩn Ceric cho đến khi dung dịch chuyển từ cam sang màu xanh trong. Ghi lại số con số cần thiết.



8. Tính toán: Số con số cần thiết x Hệ số = mg/L Natri nitrit (NaNO_2).

Lưu ý: Xem phần tiêu chuẩn hóa dung dịch Ceric để xác định nồng độ đương lượng.

Bảng 1

Nồng độ mẫu sẽ phân tích (NaNO ₂)	Thể tích mẫu (mL)	Hệ số nhân
100-400	25	0.86
400-800	10	2.15
800-1500	5	4.31
1500-2500	2	10.78

Tiêu chuẩn hóa dung dịch Ceric

Nồng độ đương lượng của dung dịch Ceric đôi khi tăng theo thời gian. Trước khi sử dụng, kiểm tra lại nồng độ đương lượng theo các bước sau. Việc tiêu chuẩn hóa này nên được thực hiện hằng tháng.

- Sử dụng 1 ống đong có chia độ hoặc pipet để đo 50 mL nước khử ion vào erlen 125 mL.
- Thêm 5 mL dung dịch chuẩn axit sunfuric. Lắc đều.
- Gắn 1 ống phân phối sạch vào Cartridge chuẩn độ dung dịch chuẩn Ceric.
- Giữ Digital Titrator với đầu Cartridge hướng lên. Xoay nút phân phối cho đến khi 1 vài giọt dung dịch chuẩn rơi ra ngoài. Xác lập lại máy đo về 0 và lau sạch đầu ống.
- Đặt đầu ống phân phối vào trong dung dịch. Trong khi lắc erlen, thêm vào 200 con số dung dịch chuẩn Ceric.
- Gắn 1 ống phân phối sạch vào Cartridge chuẩn độ Natri thiosunfat 0.200 N.
- Giữ Digital Titrator với đầu Cartridge hướng lên. Xoay nút phân phối cho đến khi 1 vài giọt dung dịch chuẩn rơi ra ngoài. Xác lập lại máy đo về 0 và lau sạch đầu ống.
- Đặt đầu ống phân phối vào trong dung dịch. Trong khi lắc erlen, chuẩn độ với Natri thiosunfat cho đến khi dung dịch chuyển vàng đậm sang màu vàng nhạt. Ghi lại số con số cần thiết. Bước này yêu cầu khoảng 400 – 450 con số của dung dịch chuẩn.
- Thêm vào 1 giọt dung dịch chỉ thị ferroin. Lắc đều. dung dịch sẽ chuyển sang màu xanh nhạt.
- Tiếp tục chuẩn độ với dung dịch chuẩn Ceric (sử dụng Cartridge chuẩn độ Natri thiosunfat 0.200 N) đến khi dung dịch chuyển từ màu xanh nhạt sang màu cam. Ghi lại số con số cần thiết.
- Tính toán hệ số hiệu chỉnh:

Hệ số hiệu chỉnh = số con số cần thiết/500
- Nhân số mg/L Natri nitrit từ bước 8 của phương pháp chuẩn độ Nitrit cho hệ số hiệu chỉnh để có được nồng độ Natri nitrit đúng.

Lấy mẫu và lưu trữ mẫu

Thu thập mẫu trong các chai nhựa hay thủy tinh sạch. Nên phân tích ngay.

Nếu không thể phân tích ngay, bảo quản mẫu trong khoảng 24 – 48 giờ ở 4°C (39°F) hoặc thấp hơn. Làm ấm đến nhiệt độ phòng trước khi phân tích. Không sử dụng các chất bảo quản có tính axit.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Hòa tan 1.000 g Natri nitrit sạch với 100 mL nước khử ion. Pha loãng đến 1000 mL với nước khử ion để chuẩn bị dung dịch chuẩn Natri nitrit 1000 mg/L. sử dụng mẫu dung dịch chuẩn 5.0 và bắt đầu với bước 4 của phương pháp chuẩn độ. Việc phân tích nên cho ra kết quả 1000 mg/L theo công thức tính toán ở bước 8 của phương pháp chuẩn độ.

Tóm tắt phương pháp

Natri nitrit được chuẩn độ với ion Ceri hóa trị 4, 1 chất oxy hóa mạnh, trong sự hiện diện của chất chỉ thị ferroin. Sau khi Ceri oxy hóa Nitrit, nó oxy hóa chất chỉ thị, gây ra sự thay đổi màu dung dịch từ cam sang xanh gỗ. Nồng độ Natri nitrit tỷ lệ với lượng chất chuẩn đã dùng.

Các thuốc thử cần thiết

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Ceric Standard Solution Titration Cartridge, 0.5 N	mỗi cái	22707-01
Ferroin Indicator Solution.....	29 mL DB	1812-33
Sulfuric Acid Standard Solution, 5.25 N	100 mL MDB	2449-32

Các dụng cụ cần thiết

Digital Titrator	mỗi cái	16900-01
Flask, Erlenmeyer, 125 mL.....	mỗi cái	505-43
Select one or more based on sample volume:		
Cylinder, graduated, 100 mL, poly	mỗi cái	1081-42
Pipet, serological, 10 mL	25/pkg	20931-28

Các dụng cụ cần thiết (sử dụng TitraStir® Stir Plate Modification)

Delivery Tubes, 90° with hook	5/pkg	41578-00
Digital Titrator	mỗi cái	16900-01
Flask, Erlenmeyer, 125 mL.....	mỗi cái	505-43
Stir Bar, octagonal, Teflon-coated, 50.8 x 7.9 mm	mỗi cái	20953-55
TitraStir® Stir Plate, 115 Vac	mỗi cái	19400-00
TitraStir® Stir Plate, 230 Vac	mỗi cái	19400-10

Các thuốc thử tùy chọn

Sodium Thiosulfate Titration Cartridge, 0.200 N	mỗi cái	22675-01
Sodium Nitrite, ACS	454 g	2452-01
Sulfuric Acid Standard Solution, 19.2 N	100 mL	2038-32
Water, deionized.....	4 L	272-56

Các dụng cụ tùy chọn

Balance, electronic, analytical	mỗi cái	22310-00
Flask, volumetric, Class A, 50 mL	mỗi cái	14547-41

OXY HÒA TAN (1 đến lớn hơn 10 mg/L DO)

Phương pháp 8215 và 8332

Phương pháp Azide Modification của Winkler

Sử dụng chai BOD 300 mL



1. Lấy mẫu nước vào chai BOD 300 mL sạch.

Lưu ý: Cho mẫu đầy tràn chai khoảng 2 – 3 phút để chắc chắn rằng không có bọt khí trong chai.

Lưu ý: Nếu mẫu không được phân tích ngay lập tức, xem cách lấy mẫu và lưu trữ mẫu trang 122

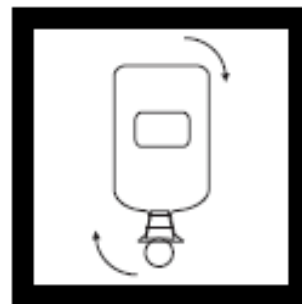


2. Thêm vào 1 gói bột Mangan (II) sunfat và 1 gói bột thuốc thử kiểm iodua – azid.



3. Đẩy nút chai ngay để không khí không lọt vào chai. Đảo ngược vài lần để trộn đều mẫu.

Lưu ý: Một kết tủa bông sẽ hình thành. Nó sẽ có màu cam nâu nếu có mặt oxy hoặc trắng nếu oxy không hiện diện. Làm lắng kết tủa từ từ trong nước muối và thường phải chờ 5 phút trước khi tiếp tục bước 5.



4. Chờ cho đến khi kết tủa trong dung dịch lắng hẳn. Tiếp tục đảo ngược chai vài lần chờ đến khi kết tủa lắng.

Lưu ý: Chờ kết tủa lắng 2 lần để đảm bảo mẫu và thuốc thử phản ứng hoàn toàn.



5. Mở nút chai và thêm vào 1 gói bột axit sunfamic. Tiếp tục đẩy nút chai lại sao cho không có không khí lọt vào chai và đảo ngược chai vài lần.



6. Chọn 1 thể tích mẫu và Cartridge chuẩn độ Natri thiosunfat tương ứng với nồng độ oxy hòa tan (DO) sẽ phân tích từ bảng 1.



7. Gắn 1 ống phân phối sạch vào Cartridge chuẩn độ. Gắn cố định Cartridge vào thân thiết bị chuẩn độ. Xem phần mô tả chung, các bước thực hiện, để hướng dẫn lắp



8. Xoay nút phân phối để đẩy một vài giọt dung dịch chuẩn ra ngoài. Xác lập lại máy đo về 0 và lau sạch phần đầu.

Lưu ý: Để tiện lợi hơn nên sử dụng TitraStir®

Lưu ý: Kết tủa sẽ hòa tan và dung dịch có màu vàng nếu oxy hiện diện.

ráp, nếu cần thiết.

Stir Plate: Xem phần mô tả chung, bước 3 trong phần các bước thực hiện.



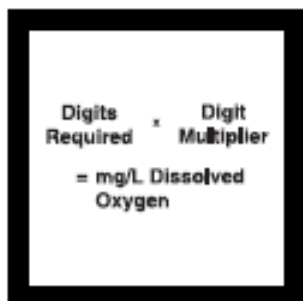
9. Sử dụng ống đong có chia vạch để đo thể tích mẫu từ bảng 1. Chuyển mẫu vào erlen 250mL.

10. Đặt đầu ống phân phối vào trong dung dịch và lắc erlen trong lúc chuẩn độ với Natri thiosunfat cho đến khi dung dịch thành màu vàng nhạt.

11. Thêm 2 ống nhỏ giọt 1 mL dung dịch chỉ thị hồ tinh bột và lắc đều.

Lưu ý: Màu xanh sẫm sẽ xuất hiện.

12. Tiếp tục chuẩn độ đến điểm cuối không màu. Ghi lại số con số cần thiết.



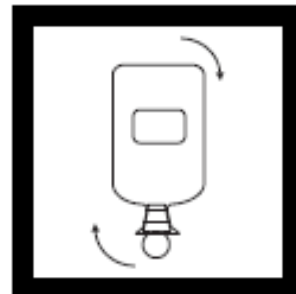
13. Tính toán: Số con số cần thiết x Hệ số = mg/L DO

Bảng 1

Khoảng (mg/L D.O.)	Thể tích mẫu (mL)	Cartridge Chuẩn độ (N Na ₂ S ₂ O ₃)	Mã hàng	Hệ số nhân
1-5	200	0.200	22675-01	0.01
2-10	100	0.200	22675-01	0.02
>10	200	2.000	14401-01	0.1

Phương pháp 8332

Sử dụng chai BOD 60 mL



1. Lấy mẫu nước vào chai BOD thủy tinh đầy bằng nút 60 mL sạch.

Lưu ý: Cho mẫu đầy tràn chai khoảng 2 – 3 phút để chắc chắn rằng không có bọt khí trong chai.

Lưu ý: Nếu mẫu không được phân tích ngay lập tức, xem cách lấy mẫu và lưu trữ mẫu trang 122

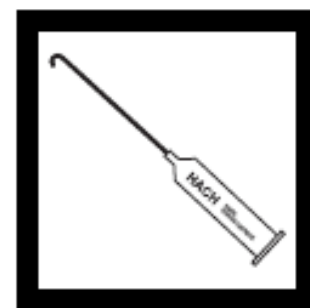
2. Thêm vào 1 gói bột thuốc thử oxy hòa tan 1 và 1 gói bột thuốc thử oxy hòa tan 2.

3. Đậy nút chai ngay để không khí không lọt vào chai. Đảo ngược vài lần để trộn đều mẫu.

Lưu ý: Một kết tủa bông sẽ hình thành. Nó sẽ có màu cam nâu nếu có mặt oxy hoặc trắng nếu oxy không hiện diện. Làm lắng kết tủa từ từ trong nước muối và thường phải chờ 5 phút trước khi tiếp tục bước 5.

4. Chờ cho đến khi kết tủa trong dung dịch lắng hẳn. Tiếp tục đảo ngược chai vài lần chờ đến khi kết tủa lắng.

Lưu ý: Chờ kết tủa lắng 2 lần để đảm bảo mẫu và thuốc thử phản ứng hoàn toàn.



5. Mở nút chai và thêm vào 1 gói bột oxy hòa tan 3. Tiếp tục đậy nút chai lại sao cho không có không khí lọt vào chai và đảo ngược chai vài lần.

Lưu ý: Kết tủa sẽ hòa tan và dung dịch có màu vàng nếu oxy hiện diện.

6. Đo chính xác 20 mL mẫu đã chuẩn bị và chuyển nó vào erlen 125 mL.

7. Gắn 1 ống phân phối sạch vào Cartridge chuẩn độ Natri thiosulfat 0.2000 N. Gắn cố định Cartridge vào thân thiết bị chuẩn độ. Xem phần mô tả chung, các bước thực hiện, để hướng dẫn lắp ráp, nếu cần thiết.

8. Xoay nút phân phối để đẩy một vài giọt dung dịch chuẩn ra ngoài. Xác lập lại máy đo về 0 và lau sạch phần đầu.

Lưu ý: Để tiện lợi hơn nên sử dụng TitraStir® Stir Plate. Xem phần mô tả chung, bước 3 trong phần các bước thực



9. Chuẩn độ dung dịch đã chuẩn bị Natri thiosunfat 0.2000 N cho đến khi mẫu chuyển từ màu vàng sang không màu. Ghi lại số con số cần thiết.

10. Tính toán: Số con số cần thiết $\times 0.1 = \text{mg/L DO}$

Lấy mẫu và lưu trữ mẫu

Lấy mẫu và xử lý mẫu là rất quan trọng để có được kết quả có nghĩa. Oxy hòa tan chứa trong mẫu thay đổi theo độ sâu, dòng chảy, nhiệt độ, bùn lắng, ánh sáng, hoạt động của vi sinh vật, sự khuấy trộn, thời gian di chuyển, và các yếu tố khác. Một thí nghiệm oxy hòa tan hiếm khi phản ánh được tất cả các điều kiện trong nước. Một số mẫu lấy tại các thời điểm khác nhau, vị trí và độ sâu được khuyến nghị cho kết quả đáng tin cậy nhất.

Thu thập các mẫu trong các Chai BOD sạch (xem bước 1). Nếu việc lưu trữ là cần thiết, thực hiện từ bước 1-5 của phương pháp và bảo quản trong tối ở 10-20°C. Đổ đầy tràn nước vào chai bằng cách đổ một lượng nhỏ nước vào phần miệng loe của chai. Đậy nút chai BOD vào phần miệng loe của chai. Các mẫu được bảo quản như thế này có thể giữ được 4-8 giờ. Bắt đầu với bước 6 khi phân tích.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Kiểm tra độ mạnh của dung dịch Natri thiosunfat bằng cách sử dụng dung dịch chuẩn iodat – iodua tương đương với 10 mg/L oxy hòa tan. Đối với chai BOD 300 mL, bắt đầu với bước 5 thêm gói bột axit sunfamic. Đối với chai BOD 60 mL bắt đầu với bước 5 thêm gói bột oxy hòa tan 3. Phép chuẩn độ nên tốn khoảng 10 mL. Nếu lớn hơn 10.5 mL để đạt đến điểm kết thúc, thay thế dung dịch Natri thiosunfat.

Các chất gây nhiễu

Sự gây nhiễu của Nitrit được loại bỏ bằng azid trong các thuốc thử. Các chất khử hay oxy hóa khác có thể gây nhiễu, như phương pháp oxy hòa tan khoảng cao (phép đo màu) trong cuốn hướng dẫn này hay điện cực oxy hòa tan.

Tóm tắt phương pháp

Mẫu được xử lý bằng mangan sunfat và thuốc thử kiểm iodua – azid để tạo thành 1 màu cam nâu. Khi axit hóa mẫu, kết tủa này phản ứng với iodua để tạo thành iod tự do như triiodua tỷ lệ với nồng độ oxy. Iod được chuẩn độ với Natri thiosunfat đến điểm cuối không màu.

Các thuốc thử cần thiết cho chai BOD 300 mL

(Đa dạng với đặc tính của mẫu)

Nhóm thuốc thử Oxy hòa tan (khoảng 50 thí nghiệm)	22722-00
Bao gồm: (1) 349-32, (2) 1071-68, (2) 1072-68, (1) 22675-01, (2) 20762-68	

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Alkaline Iodide-Azide Powder Pillows	25/pkg	1072-68
Manganous Sulfate Powder Pillows	25/pkg	1071-68
Sodium Thiosulfate Titration Cartridge, 0.2000 N	mỗi cái	22675-01
Sodium Thiosulfate Titration Cartridge. 2.00 N	mỗi cái	14401-01
Starch Indicator Solution.....	100 mL MDB*	349-32
Sulfamic Acid Powder Pillows.....	25/pkg	20762-68

Các dụng cụ cần thiết cho chai BOD 300 mL

Bottle, with stopper, BOD, 300-mL	mỗi cái	621-00
Clippers, for opening pillows	mỗi cái	968-00
Cylinder, graduated, 250-mL	mỗi cái	508-46
Digital Titrator.....	mỗi cái	16900-01
Flask, Erlenmeyer, 250-mL	mỗi cái	505-46

Các thuốc thử cần thiết cho chai BOD 60 mL

Dissolved Oxygen 1 Reagent Powder Pillows.....	100/pkg	981-99
Dissolved Oxygen 2 Reagent Powder Pillows.....	100/pkg	982-99
Dissolved Oxygen 3 Reagent Powder Pillows.....	25/pkg	987-68
Sodium Thiosulfate Titration Cartridge, 0.2000 N	mỗi cái	22675-01

Các dụng cụ cần thiết cho chai BOD 60 mL

Bottle, with stopper, BOD, 60-mL.....	mỗi cái	1909-02
Clippers, for opening pillows.....	mỗi cái	968-00
Cylinder, graduated, 50-mL	mỗi cái	1081-41
Digital Titrator	mỗi cái	16900-01
Flask, Erlenmeyer, 125 mL.....	mỗi cái	505-43

Các thuốc thử tùy chọn

Iodate-Iodide Standard Solution, 10 mg/L as DO	500 mL*	401-49
--	---------------	--------

Các dụng cụ tùy chọn

Cap, BOD Bottle, plastic	6/pkg	2419-06
Clamp Holder.....	mỗi cái	326-00
Clamp, 2-prong, extension, 38 mm.....	mỗi cái	21145-00
Delivery Tubes, with 180° hook	5/pkg	17205-00
Delivery Tubes, 90° with hook	5/pkg	41578-00
Sewage Sampler, Lab-Line	mỗi cái	427-00
Support Ring Stand	mỗi cái	563-00
TitraStir® Stir Plate, 115 Vac	mỗi cái	19400-00
TitraStir® Stir Plate, 230 Vac	mỗi cái	19400-10

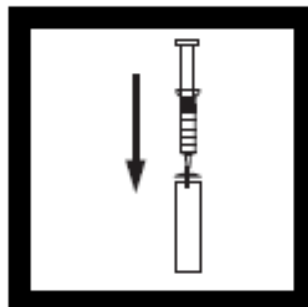
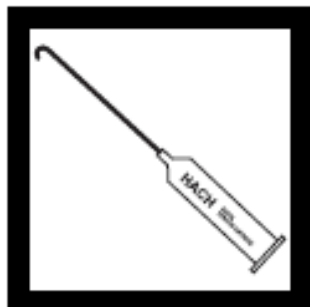
Các bước thực hiện và bộ dụng cụ cho việc đo oxy hòa tan di động sử dụng phương pháp này là có sẵn từ Hach.

* Liên hệ với Hach để có cỡ lớn hơn.

ĐỘ MẶN (0 – 100 ppt* độ mặn)

Phương pháp 10073

Sử dụng Nitrat thủy ngân



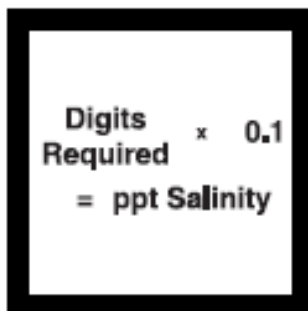
1. Gắn 1 ống phân phối sạch vào Cartridge chắn độ Nitrat thủy ngân. Gắn cố định Cartridge vào thân thiết bị chuẩn độ. Xem phần mô tả chung, các bước thực hiện, để có hướng dẫn lắp ráp nếu cần thiết.

2. Làm đầy ống phân phối bằng cách xoay nút cho đến khi dung dịch chuẩn bắt đầu chảy ra từ miệng ống. Xác lập lại máy đo về 0 và lau sạch phần đầu ống.

Lưu ý: Để thuận lợi hơn, sử dụng Stir Plate TitraStir®. Xem phần mô tả chung, bước 3 trong phần Các bước thực hiện

3. Sử dụng 1 ống tiêm 3 mL (3 cc) để lấy 2.0 mL mẫu nước, thêm vào vial đã được cung cấp.

4. Đổ đầy vial tới vạch 10 mL với nước khử ion.



5. Thêm vào vial 1 gói bột thuốc thử Diphenylcarbazone và lắc đều

Lưu ý: Kết quả sẽ không bị ảnh hưởng nếu 1 phần

6. Chuẩn độ với Nitrat thủy ngân cho đến khi màu của dung dịch chuyển từ màu vàng sang màu hồng nhạt. ghi lại số con số cần thiết.

7. Xác định độ mặn của mẫu nước bằng phần ngàn (ppt) bằng cách nhân kết quả đọc cho 0.1.

Lưu ý: Kết quả có thể được biểu diễn bằng đơn vị

* ppt = phần ngàn

nhỏ bột thuốc thử Diphenylcarbazone không tan.	mg/L Cl ⁻ bằng cách nhân độ mặn ppt cho 569. Kết có thể được biểu diễn bằng đơn vị mg/L NaCl bằng cách nhân độ mặn ppt cho 940
--	--

Tóm tắt phương pháp

Phương pháp Nitrat thủy ngân của phép phân tích Clorua trở nên phổ biến vì nó cho 1 điểm cuối rõ nét từ màu vàng sang tím hồng dưới tác dụng của Diphenylcarbazone. A single, stable powder has been developed, kết hợp giữa chất chỉ thị màu với đệm thích hợp để thiết lập 1 độ pH chính xác.

Các thuốc thử cần thiết

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Diphenylcarbazone Reagent Powder Pillows	100/pkg	967-99
Mercuric Nitrate Titration Cartridge, 2.570 N	mỗi cái	23937-01

Các dụng cụ cần thiết

Vial, 2, 5, 10, 15, 20, 25-mL marks	mỗi cái	2193-00
Syringe, 3 cc, Luer lock tip.....	mỗi cái	43213-00
Demineralizer Assembly, 473 mL	mỗi cái	21846-00

Các dụng cụ tùy chọn

TitraStir® Stir Plate, 115 Vac	mỗi cái	19400-00
TitraStir® Stir Plate, 230 Vac	mỗi cái	19400-10

SUNFIT (4 đến > 400 mg/L SO_3^{2-})

Phương pháp 8216

Sử dụng iodat – iodua



1. Chọn 1 thể tích mẫu tương ứng với nồng độ sunfit (SO_3^{2-}) sẽ phân tích từ bảng 1.

2. Gắn 1 ống phân phối sạch vào Cartridge chuẩn độ iodat – iodua ($\text{KIO}_3 - \text{KI}$) tương ứng. Gắn cố định Cartridge vào thân thiết bị chuẩn độ. Xem phần mô tả chung, các bước thực hiện, để có hướng dẫn lắp ráp nếu cần thiết.

3. Xoay nút phân phối để đẩy một vài giọt dung dịch chuẩn ra ngoài. Xác lập lại máy đo về 0 và lau sạch phần đầu.

Lưu ý: Để tiện lợi hơn nên sử dụng TitraStir® Stir Plate. Xem phần mô tả chung, bước 3 trong phần các bước thực hiện.

4. Sử dụng một ống đong có chia vạch hay pipet để đo thể tích mẫu từ bảng 1. Chuyển mẫu vào erlen 125mL sạch. Pha loãng đến vạch 50 mL với nước khử ion.

Lưu ý: Tránh sự xáo trộn không cần thiết trong suốt quá trình thực hiện.

Lưu ý: Xem cách lấy mẫu và lưu trữ mẫu trang 127.

Bảng 1

Khoảng (mg/L SO_3^{2-})	Thể tích mẫu (mL)	Cartridge Chuẩn độ (N $\text{KIO}_3\text{-KI}$)	Mã hàng	Hệ số nhân
Đến 160	50	0.3998	14961-01	0.4
100-400	20	0.3998	14961-01	1.0
200-800	10	0.3998	14961-01	2.0
>400	5	0.3998	14961-01	4.0



1. Thêm 1 gói bột thuốc thử oxy hòa tan 3 và lắc nhẹ.

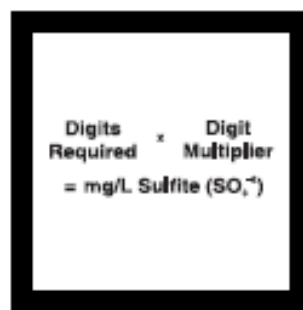
Lưu ý: 0.5 mL dung dịch chuẩn axit sunfuric 19.2 N có thể thay thế 1 gói bột.



2. Thêm 1 ống nhỏ giọt đầy dung dịch chỉ thị hồ tinh bột và lắc đều.



3. Đặt đầu ống phân phối vào trong dung dịch và lắc erlen trong lúc chuẩn độ với iodat - iodua cho đến điểm cuối có màu xanh bền vững. ghi lại số con số cần thiết.



4. Tính toán: Số con số cần thiết x hệ số = mg/L sunfit (SO_3^{2-}).

Lưu ý: Để có được nồng độ của các dạng sunfit khác, nhân số mg/L SO_3^{2-} đã xác định ở bước 8 cho hệ số tương ứng từ bảng 2.

Bảng 2

Các dạng	Hệ số
Bisunfit, Hydro sunfit (HSO_3^-)	1.01
Natri Bisunfit, Natri Hydro Sunfit (NaHSO_3)	1.30
Sodium Metabisunfit, Natri Pyrosunfit ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$)	1.19
Natri Sunfit (Na_2SO_3)	1.58

Lấy mẫu và lưu trữ mẫu

Mẫu phải được phân tích ngay lập tức. Làm lạnh hay làm nóng mẫu đến 50°C hoặc thấp hơn.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp bổ sung dung dịch chuẩn

Phương pháp kiểm tra độ chuẩn xác này được thực hiện khi nghi ngờ có các chất gây nhiễu hoặc để kiểm tra lại kỹ thuật phân tích.

- Bê gãy đầu ống tiêm dung dịch chuẩn sunfit Voluette® 5000 mg/L SO_3^{2-} .
 - Sử dụng pipet TenSette® để thêm 0.1mL dung dịch chuẩn vào mẫu đã chuẩn độ ở bước 7. Tiếp tục chuẩn độ đến điểm cuối tương tự. Ghi lại số con số cần thiết.
 - Lặp lại bằng cách thêm 0.2 mL và 0.3 mL, chuẩn độ đến điểm cuối sau mỗi lần thêm.
 - Mỗi 0.1mL dung dịch chuẩn thêm vào đòi hỏi tăng thêm 25 con số của dung dịch chuẩn. Nếu sự gia tăng đồng nhất này không xảy ra, tham chiếu phụ lục A: Kiểm tra độ chuẩn xác và bổ sung dung dịch chuẩn.
- 1 dung dịch chuẩn tương đương với 40 mg/L sunfit có thể được chuẩn bị bằng cách pha loãng 10.0 mL dung dịch chuẩn Natri thiosunfat 0.025 N đến 250 mL trong bình đong thể tích. Chuẩn độ 50 mL, sử dụng phương pháp trên.

Các chất gây nhiễu

Sunfua, vật liệu hữu cơ và các chất có thể oxy hóa khác sẽ gây ra sai số dương trong phép chuẩn độ. Nitrit sẽ phản ứng với sunfit gây ra các kết quả thấp. 1 số kim loại, đặc biệt là đồng, xúc tác quá trình oxy hóa sunfit thành sunfat. Thêm 1 gói bột oxy hòa tan 3 trên 1 lít mẫu ngay khi lấy mẫu sẽ giúp loại bỏ các ảnh hưởng của Nitrit và đồng.

Tóm tắt phương pháp

Ion sunfit được chuẩn độ với dung dịch chuẩn Kali iodat – iodia trong điều kiện có tính axit đến màu xanh hồ tinh bột ở điểm cuối. Thể tích dung dịch chuẩn đã sử dụng tỷ lệ với nồng độ sunfit.

Các thuốc thử cần thiết

Nhóm các thuốc thử sunfit (khoảng 100 thí nghiệm)..... 22723-00

Bao gồm: (1) 349-32, (1) 987-99, (1) 14961-01

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Dissolved Oxygen 3 Reagent Powder Pillows	100/pkg	987-99
Iodate-Iodide Titration Cartridge, 0.3998 N	each	14961-01
Starch Indicator Solution.....	100 mL MDB*	349-32
Water, deionized	4 L	272-56

Các dụng cụ cần thiết

Clippers, for opening pillows.....	mỗi cái	968-00
Digital Titrator	mỗi cái	16900-01
Flask, Erlenmeyer, 125 mL.....	mỗi cái	505-43
Chọn 1 hay nhiều hơn dựa trên nồng độ mẫu:		
Cylinder, graduated, 10 mL	mỗi cái.....	508-38
Cylinder, graduated, 25 mL	mỗi cái	508-40
Cylinder, graduated, 50 mL	mỗi cái	508-41

Các thuốc thử tùy chọn

Sodium Thiosulfate Standard Solution, 0.025 N	1000 mL	24093-53
Sulfite Standard Solution, Voluette® Ampules, 5,000 mg/L SO ₃ 10 mL	16/pkg	14267-10
Sulfuric Acid Standard Solution, 19.2 N	100 mL MDB	2038-32

Các dụng cụ tùy chọn

Bottle, wash poly, 500 mL	mỗi cái	620-11
Clamp, 2-prong, extension, 38 mm.....	mỗi cái	21145-00
Clamp Holder.....	mỗi cái.....	326-00
Demineralizer Assembly, 473 mL	mỗi cái.....	21846-00
Delivery Tubes, with 180° hook	5/pkg	17205-00
Delivery Tubes, 90° with hook	5/pkg	41578-00
Flask, volumetric, Class B, 250 mL.....	mỗi cái.....	547-46
Pipet, TenSette® 0.1 to 1.0 mL	mỗi cái.....	19700-01
Pipet Tips for 19700-01 TenSette® Pipet.....	50/pkg	21856-96
Pipet, volumetric, Class A, 5 mL	mỗi cái	14515-37
Pipet, volumetric, Class A, 10 mL	mỗi cái	14515-38
Pipet, volumetric, Class A, 20 mL	mỗi cái	14515-20
Pipet, volumetric, Class A, 50 mL	mỗi cái.....	14515-41

* Liên hệ với Hach để có cỡ lớn hơn

Pipet Filler, safety bulb	mỗi cái.....	14651-00
Support Ring Stand	mỗi cái	563-00
TitraStir® Stir Plate, 115 Vac	mỗi cái	19400-00
TitraStir® Stir Plate, 230 Vac	mỗi cái	19400-10
Voluette® Ampule Breaker Kit	mỗi cái.....	21968-00

CÁC DUNG DỊCH CHUẨN ĐỘ ĐỤC

Phương pháp 8217

Chuẩn bị nước không có độ đục

Giai đoạn 1: Lắp ráp bộ lọc



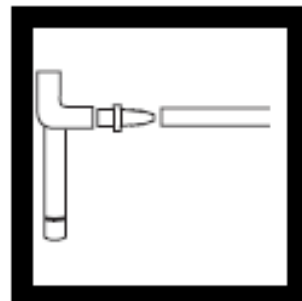
1. Gắn thân phễu lọc vào bình lọc 100 mL.



2. Sử dụng kẹp nhựa để định vị miếng màng lọc 0.45 µm lên trên phần thân phễu.



3. Đẩy lên trên phễu lọc thân bộ lọc.



4. Gắn 1 ống mềm chân không vào máy hút nước và mở nước.



5. Gắn ống mềm chân không vào thân bình lọc.



6. Đổ tổng cộng khoảng 800 mL, chia làm 3 lần, với nước khử ion qua phễu lọc và chờ cho đến khi nước chảy qua hết phễu lọc. Bỏ phần nước rửa này đi.



7. Tiếp tục thêm 800 mL nước khử ion qua phễu lọc và chứa trong bình lọc. Gỡ ống mềm chân không ra và tắt nước.



8. Sử dụng nước khử ion đã lọc này cho việc pha loãng formazin.

Giai đoạn 2: Chuẩn bị các dung dịch chuẩn dùng Cartridge formazin



1. Lắc mạnh Cartridge Formazin trong một phút để hòa trộn huyền phù formazin
2. Gắn cố định 1 ống phân phối sạch vào Cartridge Formazin 4000 NTU. Cắt phần đầu ống ra khỏi ống phân phối bằng kéo. Gắn Cartridge vào thân thiết bị chuẩn độ. Xem phần mô tả chung, các bước thực hiện để có hướng dẫn lắp ráp nếu cần thiết.
3. Làm đầy ống phân phối bằng cách xoay nút phân phối cho đến khi 1 vài giọt formazin rơi ra khỏi ống. Xác lập máy đo về 0 và lau sạch phần đầu.
4. Chọn nồng độ dung dịch chuẩn được liệt kê trong bảng 1. Phân phối formazin vào trong bình đo thể tích loại A sạch. Pha loãng nước độ đục – tự do đến vạch và hòa trộn dung dịch. Xem bảng bên dưới cho dung dịch chuẩn mà bạn cần.

Lưu ý: Để tiện lợi hơn nên sử dụng TitraStir® Stir Plate. Xem phần mô tả chung, bước 3 trong phần các bước thực hiện.

Bảng 1

Nồng độ Formazin (NTU)	Số con số cần thiết	Thể tích bình
100	1000	50-mL
40	400	50-mL
10	100	50-mL
4	80	100-mL

Chuẩn bị dung dịch chuẩn formazin 1 NTU

Vẫn có 1 lượng độ đục dư thừa chỉ trong nước tinh khiết nhất đã sử dụng để pha loãng formazin. Ở mức 1 NTU, độ đục có thể ảnh hưởng đến giá trị của dung dịch chuẩn formazin 1 cách đáng kể, gây ra sai số dương. Các bước sau hiệu chỉnh độ đục của nước pha loãng khi thực hiện cho 1 NTU dung dịch chuẩn formazin trong bình định mức nhóm A 500 mL.

1. Chuẩn hóa máy đo độ đục với 1 dung dịch chuẩn thứ cấp trong 1 khoảng thích hợp cho việc đo lường nước pha loãng, thường là khoảng 0 – 1 NTU.
2. Đo và ghi lại độ đục của nước pha loãng đã sử dụng cho 1 NTU dung dịch formazin.

3. Tính toán số con số cần thiết để phân phối 1 lượng formazin chính xác vào bình định mức nhóm A 500 mL cho 1 dung dịch chuẩn 1 NTU:

$$\text{Số con số} = 100(1 - T_w)$$

Trong đó: T_w là độ đục của nước pha loãng

4. Phân phối 1 cách cẩn thận số con số đã tính toán vào bình đo thể tích 500 mL. Pha loãng với nước pha loãng đến vạch 500 mL và khuấy trộn.

Chuẩn bị dung dịch chuẩn formazin bất kỳ

Công thức sau có thể được sử dụng để xác định số con số cần thiết để phân phối formazin cho 1 dung dịch chuẩn có giá trị bất kỳ.

$$\text{Số con số} = (0.2)(V)(T_D - T_w)$$

Trong đó:

T_D = độ đục mong muốn của dung dịch chuẩn formazin

T_w = độ đục của nước pha loãng (đại lượng này có thể được giảm xuống nếu nhỏ hơn hoặc bằng 1% giá trị T_D)

V = thể tích bình tính bằng mL

Ví dụ 1:

Một lít dung dịch chuẩn formazin 0.5 NTU được yêu cầu. Nước pha loãng có độ đục là 0.05 NTU. Bởi vì độ đục nước pha loãng bằng 10% của dung dịch chuẩn mong muốn, nên việc hiệu chỉnh nước pha loãng phải được thực hiện.

Số con số formazin bằng:

$$\text{Số con số} = (0.2)(1000.0)(0.5 - 0.05) = 90$$

Vì vậy, 90 số của formazin phân phối trong bình định mức nhóm A 1000 mL và pha loãng đến thể tích với nước 0.05 NTU sẽ cho 1 dung dịch chuẩn formazin 0.5 NTU. Kích thước của bình định mức nên được lựa chọn để số lượng con số tính được khoảng 100 hoặc nhiều hơn.

Ví dụ 2:

50 mL dung dịch chuẩn formazin 50 NTU được yêu cầu. Nước pha loãng có độ đục là 0.1 NTU. Bởi vì nước pha loãng chỉ bằng 0.2% dung dịch chuẩn mong muốn. Việc hiệu chỉnh nước pha loãng có thể bỏ qua:

Số con số cần thiết để phân phối formazin là:

$$\text{Số con số} = (0.2)(50.0)(50) = 500$$

500 con số formazin pha loãng với 50 mL nước pha loãng sẽ cho 1 dung dịch chuẩn formazin 50 NTU.

Các chất gây nhiễu

Bởi vì thủy tinh bẩn hoặc bị trầy xước, các bọt khí và màu sắc trong mẫu sẽ ảnh hưởng tới các phép đo độ đục, các phần tử mẫu phải được scratch-free và mẫu nên không màu và không có bọt khí.

Tóm tắt phương pháp

Việc đo độ đục dựa trên sự tán xạ ánh sáng bởi các hạt lơ lửng (đất sét, cát, vi khuẩn) trong dung dịch. Lượng ánh sáng phân tán ở 90° với ánh sáng tới trực tiếp tỷ lệ thuận với độ đục.

Độ đục được đo bằng nephelometric turbidity units (NTUs). Những đơn vị đo lường này được dựa trên số lượng ánh sáng tán xạ bởi các hạt của dung dịch chuẩn polymer tham chiếu được gọi là formazin. Formazin, một hỗn hợp hydrazine sulfate và hexamethylenetetramine, tạo ra các hạt phân tán ánh sáng bằng cách tái sản xuất.

Cartridge Formazin 4000 NTU của Hach, khi được sử dụng với thiết bị chuẩn độ hiển thị số của Hach, cung cấp một phương pháp nhanh chóng nhưng chính xác cho việc chuẩn bị của các dung dịch chuẩn formazin được sử dụng trong hiệu chuẩn máy đo độ đục.

Các thuốc thử cần thiết

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Formazin Titration Cartridge, 4000 NTU	mỗi cái	2461-01
Water, deionized	4 L	272-56

Các dụng cụ cần thiết

Clippers, for opening pillows	mỗi cái	968-00
Digital Titrator	mỗi cái	16900-01
Filter Holder, 47 mm, magnetic base	mỗi cái	13529-00
Aspirator, vacuum pump, poly	mỗi cái	2131-00
Filters, membrane, 0.45 microns	100/pkg	13530-00
Flask, filtering, 1000 mL	mỗi cái	546-53
Flask, volumetric, Class A, 50 mL	mỗi cái	14574-41
Flask, volumetric, Class A, 100 mL	mỗi cái	14574-42
Flask, volumetric, Class A, 500 mL	mỗi cái	14574-49
Stopper, rubber, No. 7, one hole	6/pkg	2119-07
Tubing, rubber, 2.4 mm ID	12 ft	560-19
Tweezers, plastic	mỗi cái	14282-00

Các dụng cụ tùy chọn

Bottle, wash poly, 500 mL	mỗi cái	620-11
Clamp, 2-prong, extension, 38 mm	mỗi cái	21145-00
Clamp Holder	mỗi cái	326-00
Demineralizer Assembly, 473 mL	mỗi cái	21846-00
Delivery Tubes, with 180° hook	5/pkg	17205-00
TitraStir® Stir Plate, 115 Vac	mỗi cái	19400-00
TitraStir® Stir Plate, 230 Vac	mỗi cái	19400-10

CÁC AXIT BAY HƠI

Phương pháp 8218

Sử dụng Natri hydroxit



1. Chưng cất mẫu và lấy 150 mL mẫu chưng cất.

Lưu ý: Sử dụng phương pháp các axit bay hơi, sự chưng cất mẫu, đi kèm với Nhóm các dụng cụ chưng cất cho mục đích chưng cất mô tả trong phương pháp bổ sung dung dịch chuẩn cho việc kiểm tra nước và nước thải.

2. Gắn cố định 1 ống phân phối sạch vào Cartridge chuẩn độ Natri hydroxit 0.9274 N.. Gắn Cartridge vào thân thiết bị chuẩn độ. Xem phần mô tả chung, các bước thực hiện để có hướng dẫn lắp ráp nếu cần thiết.

3. Làm đầy ống phân phối bằng cách xoay nút cho đến khi dung dịch chuẩn bắt đầu chảy ra từ miệng ống. Xác lập lại máy đo về 0 và lau sạch phân đầu ống.

Lưu ý: Để thuận lợi hơn, sử dụng Stir Plate TitraStir®. Xem phần mô tả chung, bước 3 trong phần Các bước thực hiện.

4. Chọn thể tích chưng cất tương ứng với nồng độ axit bay hơi sẽ phân tích như axit acetic từ bảng 1. Sử dụng ống đong có chia vạch chuyển thể tích chưng cất vào erlen 250 mL sạch và pha loãng đến vạch 150 mL với nước khử ion.

Bảng 1

Khoảng (mg/L CH ₃ COOH)	Thể tích (mL)	Cartridge Chuẩn độ (N NaOH)	Mã hàng	Hệ số nhân
100-400	150	0.9274	14842-01	1
200-800	75	0.9274	14842-01	2
600-2400	25	0.9274	14842-01	6



5. Thêm 1 gói bột chỉ thị Phenolphthalein và lắc đều.

6. Đặt đầu ống dẫn vào trong dung dịch và lắc erlen trong lúc chuẩn độ với NaOH cho đến khi màu hồng nhạt xuất hiện. Ghi lại số con số cần thiết.

7. Tính toán:

Số con số cần thiết x hệ số = mg/L axit bay hơi (như axit acetic CH_3COOH)

Lưu ý: Xấp xỉ 70 % axit bay hơi trong mẫu sẽ được tìm thấy bằng cách chưng cất. Điều này sẽ được tính toán trong phép tính.

Tóm tắt phương pháp

Một mẫu đã axit hóa bằng axit sunfuric được chưng cất và phần chưng cất được chuẩn độ đến điểm kết thúc phenolphthalein với dung dịch chuẩn natrihydroxit.

Các thuốc thử cần thiết

Nhóm các thuốc thử axit bay hơi (khoảng 100 thí nghiệm) 24602-00

Bao gồm: (1) 942-99, (1) 14842-01

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Phenolphthalein Indicator Powder Pillows	100/pkg	942-99
Sodium Hydroxide Titration Cartridge, 0.9274 N	mỗi cái.....	14842-01
Water, deionized.....	4 L	272-56

Các dụng cụ cần thiết

Cylinder, graduated, 250 mL	mỗi cái	508-46
Digital Titrator	mỗi cái	16900-01
Flask, Erlenmeyer, 250 mL.....	mỗi cái	505-46

Các dụng cụ tùy chọn

Clamp, 2-prong, extension, 38 mm	mỗi cái	21145-00
Clamp Holder	mỗi cái	326-00
Delivery Tubes, with 180° hook.....	5/pkg	17205-00
Delivery Tubes, 90° with hook.....	5/pkg	41578-00
Distillation Heater and Support Apparatus, 115 Vac	mỗi cái	22744-00
Distillation Heater and Support Apparatus, 230 Vac	mỗi cái	22744-02
Distillation Apparatus Set	mỗi cái	22653-00
Standard Methods for the Examination of Water		

and Wastewater, 19th ed.	quyển.....	22708-00
Support Ring Stand	mỗi cái	563-00
TitraStir® Stir Plate, 115 Vac	mỗi cái	19400-00
TitraStir® Stir Plate, 230 Vac	mỗi cái	19400-10

PHỤ LỤC A

Kiểm tra độ chuẩn xác và bổ sung dung dịch chuẩn

Hầu hết các phương pháp trong cuốn hướng dẫn sử dụng này kiểm tra độ chuẩn xác dựa trên phương pháp bổ sung dung dịch chuẩn. Bổ sung dung dịch chuẩn là một kỹ thuật được chấp nhận rộng rãi để kiểm tra tính phù hợp của kết quả thí nghiệm. Còn được gọi là "spiking" và "known additions", kỹ thuật này bổ sung một lượng nhỏ các thành phần (tham số) được đo lường cho một mẫu đã phân tích và phép phân tích được lặp đi lặp lại. Sự gia tăng trong các kết quả thí nghiệm phải bằng lượng dung dịch chuẩn được thêm vào. Các kết quả có thể được sử dụng để kiểm tra chất lượng các thuốc thử, thiết bị và phương pháp.

Bước đầu tiên – Kiểm tra độ chuẩn xác

Thực hiện phương pháp và kiểm tra độ chuẩn xác như đã mô tả trong cuốn hướng dẫn sử dụng này. Trong mỗi lần kiểm tra độ chuẩn xác số con số dự kiến cho mỗi lượng dung dịch chuẩn được thêm vào. Nếu số con số cần thiết thực tế nằm trong khoảng 1% số con số dự kiến, người phân tích có thể kết luận câu trả lời cho mẫu là chính xác và các thuốc thử, dụng cụ, phương pháp được sử dụng để làm việc là đúng cách.

Bước thứ 2 – Cây quyết định

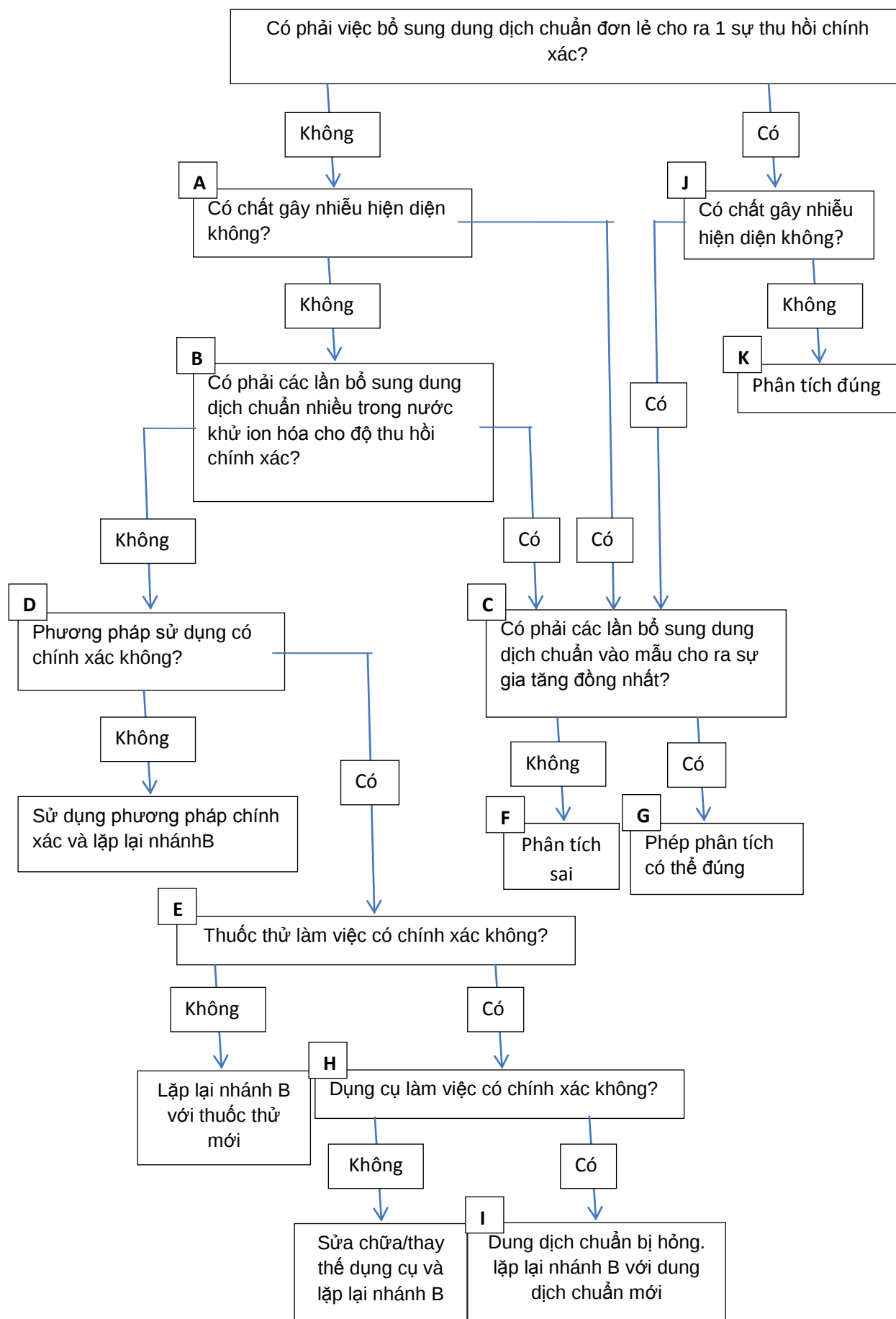
Nếu số con số cần thiết thực tế thay đổi một cách đáng chú ý, nó phải được kết luận vấn đề gây ra bởi các thuốc thử, thiết bị, quy trình hay một chất gây nhiễu. Bằng cách làm theo cách tiếp cận xử lý sự cố hợp lý, nguồn gốc của vấn đề có thể được xác định một cách hệ thống. Sử dụng cây quyết định các bước thực hiện trong hình 1 rất dễ dàng xác định vấn đề. Sự giải thích từng bước trong cây quyết định ở bên dưới.

Bước 3 – Phân nhánh

Nhánh A

Giả sử lần đầu tiên, hoặc cả ba lần bổ sung dung dịch chuẩn vào mẫu không đưa ra được sự gia tăng số giá chính xác. Một nguyên nhân có thể gây ra điều này là có thể có sự hiện diện của chất gây nhiễu. Các nguyên nhân khác có thể là thuốc thử bị hỏng, phương pháp không chính xác, dụng cụ hỏng dung dịch chuẩn bị hỏng được sử dụng để bổ sung dung dịch chuẩn. Nếu các chất gây nhiễu hoặc vắng mặt hoặc giả định là vắng mặt, tiến đến nhánh B. Nếu chất gây nhiễu có mặt, tiến đến nhánh C. Phương pháp Clorua, Phương pháp Nitrate bạc, được sử dụng như một ví dụ trong suốt các bước sau.

Hình 1: Cây quyết định



Nhánh B

Lập lại việc Kiểm tra độ chuẩn xác được đưa ra trong phương pháp thay thế một thể tích nước khử Ion hóa tương tự cho mẫu. Ví dụ, sử dụng các phương pháp Clorua, dùng Nitrate bạc:

1. Lấy 50.0 mL mẫu nước khử Ion hóa và làm theo phương pháp Clorua, dùng Nitrate bạc. Ghi lại số con số cần thiết cho phép chuẩn độ.
2. Thêm 0.10 mL dung dịch chuẩn Clorua 12500 mg/L, và chuẩn độ đến điểm cuối. Ghi lại số con số cần thiết để chuẩn độ.
3. Lập lại, thêm 2 lần 0.1 mL dung dịch chuẩn Clorua 12.500 nữa, chuẩn độ đến điểm kết thúc sau mỗi lần thêm. Ghi lại số con số cần thiết.
4. Lập bảng như hình dưới đây:

Bảng 1

Tổng thể tích dung dịch chuẩn thêm vào (mL)	Tổng số con số đã dùng	Tổng nồng độ dung dịch chuẩn thêm vào (mg/L)	Tổng các thông số tìm được (mg/L)
0			
0.1			
0.2			
0.3			

Tổng thể tích dung dịch chuẩn đã thêm vào (mL) sẽ thay đổi phụ thuộc vào phương pháp sử dụng.

Tổng số con số đã dùng là tổng số con số ghi lại sau mỗi phép chuẩn độ

Tổng nồng độ dung dịch chuẩn đã thêm vào (mg/L) được xác định cho mỗi lần thêm theo công thức sau:

$$\frac{\text{tổng thể tích dung dịch chuẩn đã thêm (mL)}}{\text{thể tích mẫu (mL)}} \times \text{nồng độ dung dịch chuẩn} \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}} \right) = \text{tổng nồng độ dung dịch chuẩn đã thêm}$$

Tổng các thông số tìm được (mg/L) được xác định bằng cách làm theo các bước tính toán của phương pháp đã dùng. Sử dụng 1 thể tích nước khử ion hóa tương tự như thể tích mẫu đã dùng. Việc bổ sung dung dịch chuẩn sẽ không thay đổi hệ số.

Thực hiện các bước trên, hoàn thành bảng như sau:

Bảng 2

Tổng thể tích dung dịch chuẩn thêm vào (mL)	Tổng số con số đã dùng	Tổng nồng độ dung dịch chuẩn thêm vào (mg/L)	Tổng các thông số tìm được (mg/L)
0	0	0	0
0.1	25	25	25
0.2	50	50	50
0.3	75	75	75

Để hoàn thành bảng, thực hiện các phép tính dựa trên công thức đã cho ở trên như sau:

Lần thêm đầu tiên:

$$\frac{0.1}{50} \times 12500 = \text{tổng nồng độ dung dịch chuẩn đã thêm} = 25 \text{ mg/L}$$

Lần thêm thứ 2:

$0.1 + 0.1 = 0.2 \text{ mL}$ = tổng thể tích dung dịch chuẩn đã thêm (mL)

0.2 mL theo công thức trên cho ra tổng nồng độ dung dịch chuẩn đã thêm là 50 mg/L

Lần thêm thứ 3:

$0.1 + 0.1 + 0.1 = 0.3 \text{ mL}$ = tổng thể tích dung dịch chuẩn đã thêm (mL)

0.3 mL theo công thức trên cho ra tổng nồng độ dung dịch chuẩn đã thêm là 75 mg/L

Các dữ liệu được đưa ra ở trên cho thấy một số điểm:

- Các hóa chất, dụng cụ, phương pháp và dung dịch chuẩn trong điều kiện làm việc tốt. Kết luận này được đưa ra vì clorua thêm vào mẫu nước khử ion hóa đã được khôi phục hoàn toàn với sự gia tăng đồng nhất trong các bước.
- Khi clorua thêm vào nước khử ion hóa đã được khôi phục, nhưng không được phục hồi trong quá trình kiểm tra độ chuẩn xác, người ta có thể kết luận mẫu có chứa các chất gây nhiễu ngăn chặn các thuốc thử hoạt động đúng.
- Các phân tích đầu tiên của mẫu nước đã đưa ra một kết quả không chính xác.

Nếu kết quả trên đưa ra được sự gia tăng như dự kiến giữa các lần thêm, tiến tới nhánh C. Nếu kết quả không đưa ra được các số gia như dự kiến, tiến hành nhánh D.

Nhánh C

Nếu các ion gây nhiễu hiện diện, có thể kết luận phép phân tích không chính xác. Tuy nhiên, khi việc kiểm tra độ chuẩn xác hoàn thành, có thể đạt được các kết quả chính xác một cách xấp xỉ. Lập bảng kết quả như sau:

Bảng 3

Tổng thể tích dung dịch chuẩn thêm vào (mL)	Tổng số con số đã dùng	Tổng nồng độ dung dịch chuẩn thêm vào (mg/L)	Tổng các thông số tìm được (mg/L)
0		0	
0.1			
0.2			
0.3			

Tổng thể tích dung dịch chuẩn đã thêm vào (mL) sẽ thay đổi phụ thuộc vào phương pháp sử dụng.

Tổng số con số đã dùng là tổng số con số ghi lại sau mỗi lần thêm dung dịch chuẩn theo quy định về kiểm tra độ chuẩn xác.

Tổng nồng độ dung dịch chuẩn đã thêm vào (mg/L) được xác định cho mỗi lần thêm theo công thức sau:

$$\frac{\text{tổng thể tích dung dịch chuẩn đã thêm (mL)}}{\text{thể tích mẫu (mL)}} \times \text{nồng độ dung dịch chuẩn} \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}} \right) = \text{tổng nồng độ dung dịch chuẩn đã thêm}$$

Tổng các thông số tìm được (mg/L) được xác định bằng cách làm theo các bước tính toán của phương pháp đã dùng. Sử dụng 1 thể tích nước khử ion hóa tương tự như thể tích mẫu đã dùng. Việc bổ sung dung dịch chuẩn sẽ không thay đổi hệ số.

Nếu các bậc giữa mỗi lần thêm gần như đồng nhất (ví dụ: khác nhau 25 con số hay 25 mg/L giữa mỗi lần thêm), tiến hành nhánh G. Nếu các kết quả không đồng nhất (ví dụ: 13, 10 và 6 mg/L) tiến hành nhánh F.

Ví dụ, một mẫu nước được phân tích cho clorua với kết quả là 100 mg/L. Các nhà phân tích nghi ngờ có các chất gây nhiễu, bổ sung 0.10 mL dung dịch chuẩn clorua 12500 mg/L vào 50.0 mL dung dịch mẫu. Thay vì tăng 25 mg/L như mong đợi, các nhà phân tích đã cho thấy tăng 13 mg/L.

Các nhà phân tích thêm 0.1 mL dung dịch chuẩn lần bổ sung thứ 2 và thứ 3. Phép chuẩn độ đã được thực hiện và lập bảng các kết quả. Các giá số tương ứng là 10 (123 trừ đi 113) và 6 (129 trừ đi 123) mg/L. Các nhà phân tích tiến hành nhánh F.

Bảng 4

Tổng thể tích dung dịch chuẩn thêm vào (mL)	Tổng số con số đã dùng	Tổng nồng độ dung dịch chuẩn thêm vào (mg/L)	Tổng các thông số tìm được (mg/L)
0	100	0	100
0.1	113	25	113
0.2	123	50	123
0.3	129	75	129

Để hoàn thành bảng, thực hiện các phép tính dựa trên công thức đã cho ở trên như sau:

Lần thêm đầu tiên:

$$\frac{0.1}{50} \times 12500 = \text{tổng nồng độ dung dịch chuẩn đã thêm} = 25 \text{ mg/L}$$

Lần thêm thứ 2:

$0.1 + 0.1 = 0.2 \text{ mL}$ = tổng thể tích dung dịch chuẩn đã thêm (mL)

0.2 mL theo công thức trên cho ra tổng nồng độ dung dịch chuẩn đã thêm là 50 mg/L

Lần thêm thứ 3:

$0.1 + 0.1 + 0.1 = 0.3 \text{ mL}$ = tổng thể tích dung dịch chuẩn đã thêm (mL)

0.3 mL theo công thức trên cho ra tổng nồng độ dung dịch chuẩn đã thêm là 75 mg/L

Nhánh D

Kiểm tra cẩn thận các chỉ dẫn hoặc hướng dẫn sử dụng các phương pháp, đảm bảo các kỹ thuật, thuốc thử, dung dịch chuẩn, thể tích mẫu, và hệ số được sử dụng là thích hợp. Kiểm tra lại có không khí hoặc chất lỏng khác so với chất thử chuẩn đang được sử dụng trong ống phân phối, bằng cách đẩy một vài giọt dung dịch ra ngoài. Nếu phương pháp được sử dụng có lỗi, lặp lại nhánh B sử dụng các phương pháp chính xác. Nếu phương pháp đúng, tiến hành nhánh E.

Nhánh E

Kiểm tra chất lượng các thuốc thử. Điều này có thể được thực hiện dễ dàng bằng cách sử dụng một dung dịch chuẩn đã biết tiến hành kiểm tra hoặc sử dụng các thuốc thử mới. Một loạt dung dịch chuẩn đã biết được đưa ra trong Bảng 1 trang 20. Nếu thuốc thử được xác định là bị hỏng, lặp lại nhánh B với thuốc thử mới. Nếu các thuốc thử được chứng minh trong tình trạng tốt, tiến hành nhánh H.

Nhánh F

Các ví dụ về sự gia tăng không đồng nhất giữa các lần thêm dung dịch chuẩn trong 1 mẫu được chỉ ra trong bảng 5, bảng 6 và hình 2 trang 186. Những đồ thị này minh họa ảnh hưởng của các chất gây nhiễu khi bổ sung dung dịch chuẩn và các chất trong mẫu. Những đồ thị đã được thực hiện bằng cách biểu diễn tổng nồng độ dung dịch chuẩn đã thêm (mg/L) trên trục X và Tổng thông số tìm được (mg/L) trên trục Y như thể hiện trong hình 2 trang 186.

Bảng 5 đồ thị A

Tổng thể tích dung dịch chuẩn thêm	Tổng số con số đã dùng	Tổng nồng độ dung dịch chuẩn thêm vào	Tổng các thông số tìm được (mg/L)
0	100	0	100
0.1	113	25	113
0.2	123	50	123
0.3	129	75	129

Bảng 6 đồ thị B

Tổng thể tích dung dịch chuẩn thêm	Tổng số con số đã dùng	Tổng nồng độ dung dịch chuẩn thêm vào	Tổng các thông số tìm được (mg/L)
0	0	0	0
0.1	25	25	0
0.2	50	50	25
0.3	75	75	50

Cả hai đồ thị này cho thấy bốn điểm dữ liệu không nằm trên một đường thẳng. Đồ thị A minh họa một sự gây nhiễu càng lúc càng gia tăng khi nồng độ dung dịch chuẩn tăng lên. Loại nhiễu này là không phổ biến và có thể được gây ra do phương pháp, thuốc thử hoặc các dụng cụ sai hoặc bị trục trặc. Thực hiện nhánh B để đảm bảo rằng giả sử có chất gây nhiễu hiện diện.

Đồ thị B minh họa sự gây nhiễu của một hóa chất thông thường trở nên ít hơn hoặc thậm chí bằng không khi nồng độ dung dịch chuẩn gia tăng. Đồ thị cho thấy việc bổ sung dung dịch chuẩn lần đầu tiên đã được tiêu thụ bởi chất gây nhiễu và những lần bổ sung còn lại đã tăng đúng 25mg/L cho mỗi lần bổ sung 0.1 mL dung dịch chuẩn. Sự gây nhiễu rõ ràng trong đồ thị B có thể là kết quả của một lỗi trong việc bổ sung dung dịch chuẩn, và phép phân tích nên được lặp đi lặp lại với một phần mẫu mới.

Hai ví dụ minh họa các chất gây nhiễu hóa học chắc chắn nhất do kết quả của phép phân tích đầu tiên của mẫu nước không chính xác. Khi gặp phải loại nhiễu này, xem lại các phần các chất gây nhiễu của phương pháp để có các bước khắc phục. Nếu thất bại, các nhà phân tích nên cố gắng để phân tích các mẫu với một phương pháp thay thế, nếu có thể, sử dụng một hóa chất khác.

Nhánh G

Các ví dụ về sự gia tăng không đồng nhất giữa các lần thêm dung dịch chuẩn trong 1 mẫu được chỉ ra trong bảng 7 và bảng 8 trang 185. Những đồ thị này minh họa ảnh hưởng của các chất gây nhiễu theo việc bổ sung dung dịch chuẩn và theo các chất trong mẫu. Những đồ thị đã được thực hiện bằng cách biểu diễn tổng nồng độ dung dịch chuẩn đã thêm (mg/L) trên trục X và Tổng thông số tìm được (mg/L) trên trục Y như thể hiện trong hình 2 trang 186.

Bảng 7 đồ thị C

Tổng thể tích dung dịch chuẩn thêm	Tổng số con số đã dùng	Tổng nồng độ dung dịch chuẩn thêm vào	Tổng các thông số tìm được (mg/L)
0	50	0	50
0.1	63	25	63
0.2	75	50	75
0.3	88	75	88

Đồ thị C minh họa một sự gây nhiễu thông thường với một ảnh hưởng đồng nhất theo dung dịch chuẩn và các chất trong mẫu. Bốn điểm dữ liệu tạo thành một đường thẳng, nhưng số gia chuẩn độ giữa các lần bổ sung là không đúng. Đường thẳng giữa những các lần bổ sung có thể được ngoại suy trở lại thông qua trục hoành. Điểm giao nhau của đường thẳng với trục hoành cho một ước tính chính xác nồng độ các chất chưa biết trong mẫu. Trong ví dụ này, phân tích đầu tiên của mẫu cho 50 mg/L. Kết quả xác định bằng đồ thị (100 mg/L) dùng phương pháp kiểm tra độ chuẩn xác nên gần với kết quả chính xác. Ảnh hưởng của các chất gây nhiễu khác cũng có thể có mặt, hoặc nhiễu có thể không nhất quán trong tất cả các mẫu. Sử dụng một phương pháp khác không có các chất gây nhiễu, hoặc loại bỏ các chất gây nhiễu được ưu tiên thực hiện hơn dùng phép ngoại suy hoặc sử dụng cách tính toán % phục hồi.

Nhiều cũng có thể gây ra bởi lỗi trong phương pháp, khiếm khuyết trong dụng cụ hoặc các dung dịch chuẩn. Trước khi giả định chất gây nhiễu là hóa chất trong tự nhiên, thực hiện nhánh B.

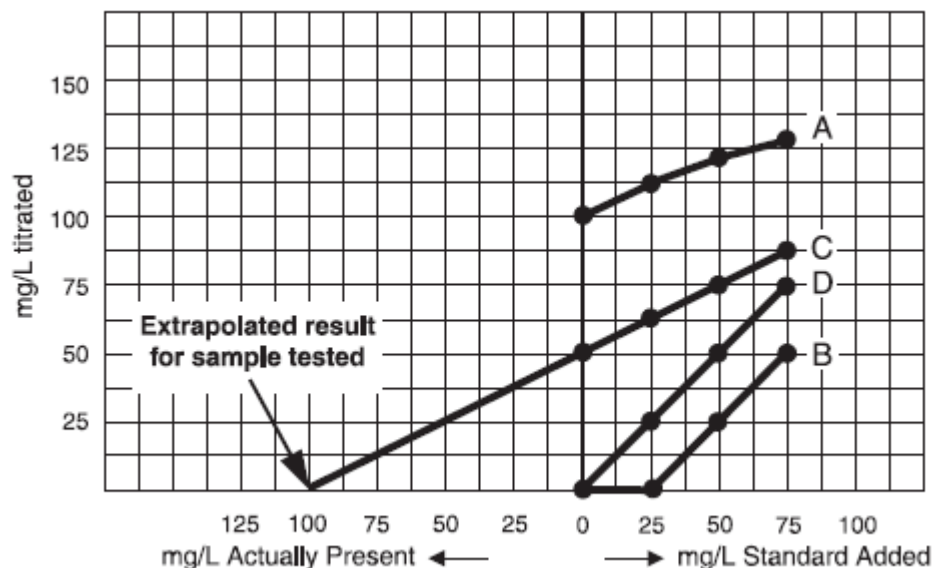
Bảng 8 đồ thị D

Tổng thể tích dung dịch chuẩn thêm vào (mL)	Tổng số con số đã dùng	Tổng nồng độ dung dịch chuẩn thêm vào (mg/L)	Tổng các thông số tìm được (mg/L)
0	0	0	0
0.1	25	25	25
0.2	50	50	50
0.3	75	75	75

Đồ thị D minh họa kết quả chính xác nhưng có thể ẩn một vấn đề đối với các nhà phân tích. Các số gia đồng nhất và sự phục hồi của dung dịch chuẩn là hoàn toàn. Kết quả của phép phân tích đầu tiên là 0mg/L và đồ thị đi qua điểm 0 mg/L. Nếu các chất gây nhiễu hiện diện, sự gây nhiễu có thể đủ để thay đổi kết quả mẫu, nhưng không đủ để ngăn chặn các nhà phân tích tìm ra gia sự tăng đồng nhất và phục hồi hoàn toàn trong những lần bổ sung. Đây là một tình trạng không phổ biến và kết quả có thể đúng trừ khi nhiễu bất thường có thể xảy ra. Tham khảo phần các chất gây nhiễu trong phương pháp cụ thể.

Hình 2

Đồ thị các lần bổ sung dung dịch chuẩn



Nhánh H

Kiểm tra hoạt động của thiết bị sử dụng trong việc thực hiện thí nghiệm. Kiểm tra lại khối lượng chính xác của mẫu và dung dịch chuẩn được sử dụng. Kiểm tra dụng cụ thủy tinh được sử dụng trong phương pháp, đảm bảo rằng chúng thật sạch. Các Pipet và ống đong có chia vạch là một nguồn của các chất ô nhiễm và sẽ không cung cấp khối lượng chính xác. Nếu lỗi được tìm thấy trong thiết bị, lặp lại nhánh B sau khi sửa chữa hoặc thay thế thiết bị. Nếu thiết bị làm việc tốt, tiến hành nhánh I.

Nhánh I

Sau khi chứng minh rằng các thủ tục, thuốc thử, và bộ máy là chính xác và vận hành đúng, chỉ có thể nguyên nhân gây ra cho các bổ sung tiêu chuẩn không hoạt động đúng trong nước khử ion hóa là tiêu chuẩn được sử dụng trong việc thực hiện những bổ sung tiêu chuẩn. Chuẩn bị hoặc có được một tập hợp mới về tiêu chuẩn và lặp lại Chi nhánh B.

Nhánh J

Nếu việc bổ sung dung dịch chuẩn cho kết quả chính xác, các nhà phân tích sau đó phải xác định xem có chất gây nhiễu hiện diện không. Nếu chất gây nhiễu không có mặt, kết quả của phép phân tích trước khi bổ sung dung dịch chuẩn là chính xác. Nếu chất can thiệp có mặt, tiến hành nhánh C.

Một trong các khoản hỗ trợ lớn nhất đối với các nhà phân tích là sự hiểu biết về các thành phần của mẫu nước. Một nhà phân tích không cần phải biết thành phần chính xác của mỗi mẫu, nhưng cần phải nhận thức được tiềm năng của nhiễu trong các phương pháp phân tích được sử dụng. Khi thực hiện một phương pháp cụ thể, các nhà phân tích nên biết nhiễu có mặt hay không để tin vào tính chính xác của kết quả. Một khi đã biết có các chất gây nhiễu, phân các chất gây nhiễu của mỗi phương pháp mô tả làm thế nào để có kết quả chính xác đối với các nhiễu thông thường.

Nếu kết quả thu được chính xác với một lần bổ sung dung dịch chuẩn khi không có chất gây nhiễu, cơ hội xuất hiện của một lỗi trong kết quả mẫu là rất nhỏ. Các nguồn có thể của lỗi không được bọc lộ bao gồm: chất lượng mẫu, số lượng mẫu (trừ khi mẫu và thể tích dung dịch chuẩn được sử dụng là bằng nhau), và xác định điểm kết thúc không phù hợp.

CÁC BỘ PHẬN THAY THẾ VÀ PHỤ KIỆN

CÁC BỘ PHẬN THAY THẾ VÀ PHỤ KIỆN CHO MODEL 16900 DIGITAL TITRATOR

Mô tả	Số lượng	Mã hàng
Digital Titrator including delivery tubes, manual, and case.....	mỗi cái	16900-01
Delivery Tubes, 180° hook.....	5/pkg	17205-00
Case	mỗi cái	46602-00
Digital Titrator Manual	mỗi cái.....	16900-08

CÁCH ĐẶT HÀNG

Qua điện thoại:

6:30 sáng đến 5:00 chiều thứ 2 đến thứ 6 : (800) 227-HACH, (800-227-4224)

Qua mail:

Hach Company P.O. Box 389 Loveland, CO 80539-0389 U.S.A.

Fax:

(970) 669-2932

Thông tin đặt hàng bằng email: orders@hach.com

Thông tin cần thiết

Số tài khoản của Hach (nếu có)

Tên và số điện thoại của bạn

Số đơn đặt hàng

Mô tả tóm tắt hoặc số model

Địa chỉ thanh toán

Địa chỉ vận chuyển

Mã hàng

Số lượng

Các khách hàng quốc tế

Hach duy trì một mạng lưới trên toàn thế giới các đại lý và nhà phân phối. Để xác định vị trí đại diện gần nhất, gửi E-mail đến: intl@Hach.com hoặc liên hệ:

Tại Canada, châu Mỹ La tinh, Châu Phi, Châu Á, bờ Thái Bình Dương:

Điện thoại: (970) 669-3050; FAX: (970) 669-2932

Tại châu Âu, Trung Đông, châu Phi, Địa Trung Hải: Công ty Hach, c/o Tiến sĩ Bruno Lange GmbH Willstätterstr. 11D-40549 Düsseldorf, Đức

Điện thoại: 49 / [0] 211.52.88.0

Fax: 49 / [0] 211.52.88.231

Dịch vụ sửa chữa

Việc ủy quyền phải được phép từ Công ty Hach trước khi gửi bất kỳ bộ phận để sửa chữa. Xin vui lòng liên hệ với Trung tâm Dịch vụ Hach nếu cần phục vụ tại địa phương của bạn.

Tại Hoa Kỳ:

Công ty Hach

100 Dayton Avenue

Ames, Iowa 50010

(800) 227-4224 (Mỹ) Điện thoại: (515) 232-2533

FAX: (515) 232-1276

Tại Canada:

Bán hàng và Dịch vụ Hach Canada Ltd.

1313 Border Street, Đơn vị 34 Winnipeg, Manitoba

R3H 0x4

(800) 665-7635 (Canada)

Điện thoại: (204) 632-5598

FAX: (204) 694-5134

E-mail: canada@hach.com

Tại châu Mỹ Latin, vùng Caribê, Viễn Đông,

Tiểu lục địa Ấn Độ, Châu Phi, Châu Âu, hay Trung Đông:

Trụ sở chính Thế giới Công ty Hach

P.O. hộp 389 Loveland, Colorado, 80539-0389 U.S.A.

Điện thoại: (970) 669-3050

FAX: (970) 669-2932

E-mail: intl@hach.com

CHẾ ĐỘ BẢO HÀNH

Hach bảo hành các sản phẩm của mình cho người đặt hàng gốc đối với bất cứ sai sót nào liên quan đến lỗi vật liệu hoặc trong thời gian 1 năm cho quá trình vận chuyển hàng từ ngày được đóng gói chuyển đi trừ được ghi chú trong hướng dẫn sản phẩm.

Khi hư hỏng được phát hiện trong thời hạn bảo hành, Hach đồng ý, theo chế độ của sản phẩm, sản phẩm sẽ được sửa chữa hay thay thế phần bị lỗi hoặc hoàn trả lại tiền mua sau khi trừ các chi phí vận chuyển ban đầu và phí giữ hàng. Bất cứ sản phẩm được sửa hay thay thế theo chế độ bảo hành đều được bảo hành tiếp phần còn lại ban đầu của sản phẩm theo đúng thời hạn bảo hành quy định.

Bảo hành không áp dụng cho các sản phẩm có thể được tiêu thụ như thuốc thử hóa chất hoặc các thành phần có thể tiêu hao của một sản phẩm nhưng không bị giới hạn, như đèn và ống.

Liên hệ Hach hoặc đại lý để hỗ trợ bảo hành ban đầu. Các sản phẩm không được trả lại mà không có ủy quyền từ Hach.

Những vấn đề không thuộc phạm vi bảo hành

- Thiệt hại do thiên tai, do các hoạt động chiến tranh (công khai hay không công khai), khủng bố, xung đột xã hội hay hành động thực thi pháp luật của chính quyền.

- Thiệt hại do sử dụng không đúng, cầu thả, rủi ro hay ứng dụng hoặc cài đặt không đúng cách
- Thiệt hại gây ra bởi sửa chữa hay cố gắng sửa máy mà không phải do Hach ủy quyền
- Bất cứ sản phẩm nào không được sử dụng đúng cách với tài liệu hướng dẫn được Hach cung cấp.
- Chi phí vận chuyển để đưa hàng trở lại
- Chi phí vận chuyển để giải quyết hoặc chuyển nhanh một chi tiết của sản phẩm cần bảo hành
- Phí đưa hàng đến vị trí để sửa chữa

Phản bảo hành này bao gồm việc bảo hành cấp tốc duy nhất cho các sản phẩm. Tất cả bảo đảm ngụ ý không kể các giới hạn, bảo hành phần cơ và tình trạng cho mục đích riêng đều được từ chối.

Một số bang trong nước Mỹ không cho phép sự từ bỏ các cam kết ngầm và nếu thực sự nơi của khách hàng cũng tương tự thì các giới hạn trên không được áp dụng. Việc bảo hành sẽ theo luật riêng và khách hàng cũng có thể có các luật khác nhau ở những bang khác nhau.

Quy định bảo hành là kết thúc, toàn bộ, hoàn tất và không chấp nhận ngoài các nội dung bảo hành và không ai được ủy quyền hay đại diện thay mặt cho Hach để lập ra các quy định bảo hành khác.

Giới hạn việc sửa chữa

Việc sửa chữa, thay thế hay hoàn trả tiền mua dựa vào các quy định nêu trên thì loại trừ việc sửa chữa vi phạm việc bảo hành này. Trên căn bản của pháp lý hay dưới bất kì điều luật bất kì, trong không sự kiện dẫn Hach có trách nhiệm pháp lý cho bất kì hư hỏng ngẫu nhiên hay do hậu quả của bất cứ hình thức vi phạm bảo hành hoặc do sơ suất.