

Độ axit

DOC316.53.01164

Methyl cam và Phenolphthalein (Tổng)

Phương pháp 8201 và 8202

10 đến 4000 mg/L CaCO_3

Dụng cụ chuẩn độ hiện số

Phạm vi ứng dụng: nước, nước thải và nước biển

Chuẩn bị thí nghiệm

Trước khi làm thí nghiệm

Tránh làm xáo động quá mức khi lấy mẫu và khuấy mẫu để ngăn ngừa các khí thoát ra như cacbon dioxit, hydro sunfit và ammonia.

Có thể dùng 6 giọt dung dịch chỉ thị Bromphenol Blue thay cho 1 gói bột chỉ thị Bromphenol Blue.

Có thể dùng 4 giọt dung dịch chỉ thị Phenolphthalein thay cho 1 gói bột chỉ thị Phenolphthalein

Máy đo pH có thể được sử dụng thay cho chất chỉ thị. Điểm dừng đối với độ axit methyl cam là pH 3.7. Điểm dừng đối với độ axit Phenolphthalein là pH 8.3.

Để thuận tiện khi khuấy trộn mẫu nên sử dụng dụng cụ khuấy TitraStir^{®1}

¹Xem phần *Các dụng cụ và thuốc thử tùy chọn*

Các dụng cụ cần dùng

Mô tả	Số lượng
Bromphenol Blue Indicator Powder Pillow	1 gói
Phenolphthalein Indicator Powder Pillow	1 gói
Sodium Hydroxide Titration Cartridge (xem Thông tin thiết bị sử dụng)	1 cartridge

Digital Titrator-thiết bị chuẩn độ hiện số	1
Ống phân phối dùng cho Digital Titrator	1
Ống đong	1
Bình tam giác, 250-mL	1

Xem [Danh mục các thiết bị và hóa chất có thể sử dụng và thay thế](#) để có thông tin mua hàng.

Độ axit methyl cam (phương pháp 8201)



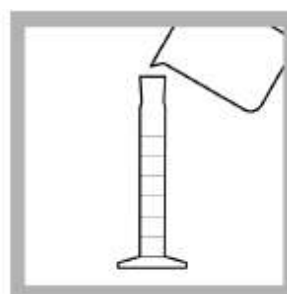
1. Chọn thể tích mẫu và cartridge chuẩn độ theo bảng *Thông tin chọn thang đo*



2. Gắn ống phân phối sạch vào cartridge chuẩn độ. Gắn cartridge vào digital titrator



3. Vận nút phân phối để đuổi khí bên trong cartridge và xả bỏ một vài giọt chất chuẩn độ bên trong. Thiết lập số đếm về lại zero và chùi đầu ống.



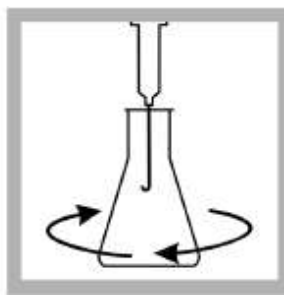
4. Sử dụng ống đong hoặc pipet để lấy đúng thể tích mẫu cần phân tích theo bảng hướng dẫn lựa chọn thể tích.



5. Chuyển mẫu từ ống đong vào bình tam giác sạch, 250mL. Nếu thể tích mẫu sử dụng ít hơn 100mL thì pha loãng đến xấp xỉ 100mL bằng nước khử ion.



6. Cho một gói bột chất chỉ thị Bromphenol Blue vào bình. Lắc để xáo trộn đều.



7. Đặt đầu ống phân phối ngập vào trong dung dịch và lắc đều. Vận nút phân phối trên dụng cụ chuẩn độ để cho chất chuẩn vào dung dịch. Tiếp tục lắc bình và cho chất chuẩn đến khi màu từ vàng sang xanh-tím (pH 3.7)

Ghi lại con số hiển thị (digit) trên dụng cụ chuẩn độ



8. Dùng hệ số nhân trong bảng thông tin để tính toán nồng độ:

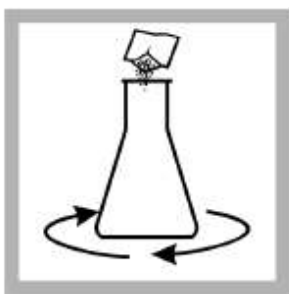
Digits x hệ số nhân = mg/L CaCO₃ methyl cam

Ví dụ: 100mL mẫu được chuẩn độ với 0.1600N Catridge và đã dùng 250 digit để đạt đến điểm dừng. Độ axit sẽ là: $250 \times 0.1 = 25 \text{ mg/L CaCO}_3$

Độ axit Phenolphthalein (tổng) (phương pháp 8202)



1. Lấy phần mẫu thứ hai theo thể tích mà bảng thông tin hướng dẫn chuyển vào bình tam giác sạch, 250mL. Nếu thể tích mẫu sử dụng ít hơn 100mL thì pha loãng đến xấp xỉ 100mL bằng nước khử ion.



2. Cho một gói bột chất chỉ thị Phenolphthalein vào bình. Lắc để xáo trộn đều.



7. Đặt đầu ống phân phối ngập vào trong dung dịch và lắc đều. Vận nút phân phối trên dụng cụ chuẩn độ để cho chất chuẩn vào dung dịch. Tiếp tục lắc bình và cho chất chuẩn đến khi dung dịch từ không màu chuyển sang màu hồng nhạt tồn tại trong 30 giây.

Ghi lại con số hiển thị



8. Dùng hệ số nhân trong bảng thông tin để tính toán nồng độ:

Digits x hệ số nhân = mg/L CaCO₃ phenolphthalein

Ví dụ: 100mL mẫu được chuẩn độ với 1.600N Catridge và đã dùng 250 digit để đạt đến điểm dừng. Độ axit sẽ là: $250 \times 1.0 = 250 \text{ mg/L}$

(digit) trên dụng cụ chuẩn độ CaCO_3

Bảng 1 Thông tin hướng dẫn chọn thang đo

Thang đo (mg/L as CaCO_3)	Thể tích mẫu sử dụng (mL)	Titration cartridge (N NaOH)	Hệ số nhân
10–40	100	0.16	0.1
40–160	25	0.16	0.4
100–400	100	1.6	1
200–800	50	1.6	2
500–2000	20	1.6	5
1000–4000	10	1.6	10

Chất gây nhiễu

Các chất liệt kê trong bảng 2 có thể gây nhiễu cho phương pháp này.

Bảng 2 Các chất gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức gây nhiễu
Clo	Clo có thể gây nhiễu chất chỉ thị. Bổ sung 1 giọt 0.1 N Natri thiosunfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) vào mẫu để loại trừ clo trước khi phân tích.
Độ màu hoặc độ đục	Độ màu hoặc độ đục của mẫu có thể làm che sự thay đổi màu của điểm dừng. Sử dụng máy đo pH thay cho chất chỉ thị và chuẩn độ đến pH 3.7 cho độ axit methyl cam hoặc pH 8.3 cho độ axit phenolphthalein.
Kim loại có thể thủy phân	Mẫu có chứa các kim loại có thể thủy phân như sắt, mangan hay nhôm có thể phải được xử lý trước khi thực hiện thí nghiệm độ axit phenolphthalein. - Đong mẫu vào trong bình thủy tinh - Dùng digital titrator và ống cartridge axit sunfuric có nồng độ mol như loại được sử dụng cho xác định độ axit để điều chỉnh pH mẫu xuống pH4 hoặc thấp hơn. Ghi lại con số chuẩn độ của axit được bổ sung để hạ thấp pH của mẫu - Bổ sung 5 giọt dung dịch H_2O_2 30% - Đun sôi dung dịch trong 2-5 phút - Để dung dịch nguội đến nhiệt độ phòng - Bổ sung chất chỉ thị phenolphthalein và tiến hành chuẩn độ mẫu - Trừ đi con số dùng chuẩn độ axit ở bước 2 có được vào kết quả của bước 6. Nhân con số này với hệ số nhân theo bảng hướng dẫn để xác định độ axit phenolphthalein trong mẫu.

Thu thập, chuẩn bị và bảo quản mẫu

Thu mẫu trong bình thủy tinh hoặc bình nhựa sạch. Cho mẫu đầy bình và vặn chặt nắp

Tránh xáo động quá mức hoặc việc phơi trần một thời gian lâu ngoài không khí

Thực hiện các bước phân tích của phương pháp càng nhanh càng tốt sau khi thu thập mẫu để cho kết quả chuẩn xác nhất. Mẫu có thể được bảo quản đến 24h nếu được làm lạnh ở 4 °C (39 °F) hoặc thấp hơn.

Làm nóng mẫu đến nhiệt độ phòng trước khi phân tích

Kiểm tra độ chuẩn xác

Xác nhận điểm dừng

Sử dụng 1 gói đệm với cùng pH tại điểm dừng với chất chỉ thị để đảm bảo màu tại điểm dừng chính xác.

Methyl cam-cho 50mL nước khử ion vào bình đóng. Cho 1 gói đệm pH 3.7 và 1 gói chất chỉ thị Bromphenol Blue vào và lắc đều. Sử dụng dung dịch này cho việc so sánh trong quá trình chuẩn độ với mẫu.

Phenolphthalein-cho 50mL nước khử ion vào bình đóng. Cho 1 gói đệm pH 8.3 và 1 gói chất chỉ thị Phenolphthalein vào và lắc đều. Sử dụng dung dịch này cho việc so sánh trong quá trình chuẩn độ với mẫu.

Phương pháp bổ sung chuẩn (spike mẫu)

- Dung dịch axit sulfuric, 0.500N
- Dụng cụ bẻ ống ampule
- TenSette Pipet loại 0.1-1.0mL

1. Mở dung dịch chuẩn
2. Sử dụng TenSette Pipet để cho 0.1mL dung dịch chuẩn vào mẫu đã được chuẩn độ.
Lắc đều
3. Chuẩn độ mẫu đã spike cho đến điểm dừng. Ghi lại lượng chất chuẩn đã sử dụng để đạt đến điểm dừng
4. Sử dụng TenSette Pipet để cho 0.2mL dung dịch chuẩn vào mẫu đã được chuẩn độ.
Lắc đều
5. Chuẩn độ mẫu đã spike cho đến điểm dừng. Ghi lại lượng chất chuẩn đã sử dụng để đạt đến điểm dừng
6. Sử dụng TenSette Pipet để cho 0.3mL dung dịch chuẩn vào mẫu đã được chuẩn độ.

Lắc đều

7. Chuẩn độ mẫu đã spike cho đến điểm dừng. Ghi lại lượng chất chuẩn đã sử dụng để đạt đến điểm dừng
8. Mỗi 0.1mL dung dịch chuẩn được bổ sung vào mẫu sẽ đạt khoảng 25 digit của cartridge 1.600N hoặc 250 digits của cartridge 0.1600N để đạt đến điểm dừng. Nếu nhiều hay ít hơn con số này thì mẫu có thể có chất gây nhiễu (xem phần gây nhiễu) hoặc nồng độ của chất chuẩn độ đã thay đổi.

Tóm tắt phương pháp

Chất chỉ thị Bromphenol xanh hay phenolphthalein được sử dụng để chuẩn độ mẫu với Natri hydroxit để đạt đến điểm dừng dựa vào sự thay đổi màu. Bromphenol xanh cho điểm dừng dễ nhận biết hơn methyl cam. Việc chuẩn độ đến pH 3.7 xác định độ axit vô cơ mạnh (cũng được tham khảo như là độ axit methyl cam), trong khi điểm dừng pH 8.3 phenolphthalein bao gồm thành phần axit yếu hơn và cũng là xác định độ axit tổng. Kết quả được trình bày theo mg/L CaCO₃ ở pH xác định.

Danh mục các thiết bị thay thế và hóa chất tiêu hao

Thuốc thử sử dụng

Description	Quantity/Test	Unit	Catalog number
Acidity Reagent Set (approximately 100 tests)			2272800
(1) Bromphenol Blue Powder Pillows	1 pillow	100/pkg	1455099
(1) Phenolphthalein Indicator Powder Pillows	1 pillow	100/pkg	94299
(1) Sodium Hydroxide Titration Cartridge, 0.1600 N	varies	each	1437701
(1) Sodium Hydroxide Titration Cartridge, 1.600 N	varies	each	1437901

Thiết bị cần thiết

Description	Quantity/Test	Unit	Catalog number
Digital Titrator	1	each	1690001
Flask, Erlenmeyer, graduated, 250-mL	1	each	50546
Graduated cylinder—select one or more based on range:			
Cylinder, graduated, 10-mL	1	each	50838
Cylinder, graduated, 25-mL	1	each	50840
Cylinder, graduated, 50-mL	1	each	50841
Cylinder, graduated, 100-mL	1	each	50842

Chất chuẩn khuyến khích sử dụng

Description	Unit	Catalog number
Sulfuric Acid Standard Solution, 0.500 N H ₂ SO ₄ , 10-mL	100 mL	212132

Thuốc thử và thiết bị tùy chọn

Description	Unit	Catalog number
Buffer Powder Pillows, pH 3.7	25/pkg	1455168
Buffer Powder Pillows, pH 8.3	25/pkg	89868
Stir bar, octagonal 28.6 mm x 7.9 mm	each	2095352
TenSette Pipet, 0.1 to 1.0 mL	each	1970001
Pipet tips	50/pkg	2185696
TitraStir Stir Plate, 115 VAC	each	1940000
TitraStir Stir Plate, 230 VAC	each	1940010
Water, deionized	500 mL	27249
Sulfuric Acid DT cartridge, 0.1600	each	1438801
Sulfuric Acid DT cartridge, 1.600	each	1438901
Pipet, volumetric, Class A, 10 mL	each	1451538
Pipet, volumetric, Class A, 20 mL	each	1451520
Pipet Filler, safety bulb	each	1465100
Bottles, sampling, poly, 500 mL	each	2087079
Bromphenol Blue indicator solution	100 mL MDB	1455232
Phenolphthalein Indicator solution, 5 g/L	100 mL MDB	16232
pH meter	each	—
Delivery tube, 180° hook	5/pkg	1720500