

# Chloride

Phương pháp 8206

Digital titrator

Mercuric Nitrate Method

(10 đến 8000 mg/L Cl<sup>-</sup>)

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

## Chuẩn bị thí nghiệm

Trước khi thí nghiệm:

$$\text{mg/L NaCl} = \text{mg/L Cl}^- \times 1.65$$

$$\text{meq/L Cl}^- = \text{mg/L Cl}^- / 35.45$$

Để tiện lợi hơn khi khuấy, sử dụng dụng cụ khuấy TitraStir®<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Xem thông tin đặt hàng cho Dụng cụ và thuốc thử tùy chọn

Chuẩn bị các vật dụng sau:

Số lượng

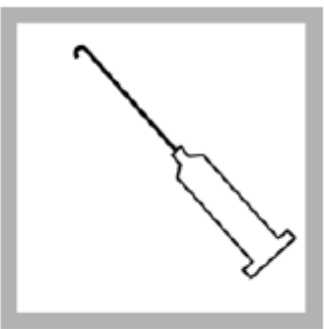
|                                                                           |             |
|---------------------------------------------------------------------------|-------------|
| Diphenylcarbazone Indicator Powder Pillow                                 | 1 gói       |
| Mercuric Nitrate titration cartridge (xem phần Thông tin thang đo cụ thể) | 1 cartridge |
| Digital titrator                                                          | 1           |
| Ống phân phối dùng cho digital titrator                                   | 1           |
| Ống đong định mức                                                         | 1           |
| Erlen, 250-mL                                                             | 1           |

Chú ý: Xem thông tin đặt hàng trên trang 4 trong Danh mục thay thế và tiêu thụ.

## Chloride



1. Chọn thể tích mẫu và cartridge tương ứng theo thông tin tra cứu ở bảng Thông tin thang đo cụ thể



2. Gắn ống phân phối sạch vào đầu cartridge chuẩn độ. Sau đó gắn đầu cartridge vào digital titrator



3. Giữ digital titrator với đầu cartridge hướng lên. Vận nút phân phối để xả bỏ vài giọt chất chuẩn. Thiết lập con số đếm về 0 và lau sạch đầu ống



4. Sử dụng ống đong định mức hoặc pipet để đong mẫu theo thể tích tra từ bảng Thông tin thang đo cụ thể và đổ mẫu vào erlen loại 250mL.



5. Nếu thể tích mẫu sử dụng ít hơn 100mL thì pha loãng bằng nước khử ion đến xấp xỉ 100mL.



6. Cho 1 gói chứa chất chỉ thị Diphenylcarbazone vào mẫu và khuấy để xáo trộn đều. Kết quả sẽ chính xác nếu một lượng nhỏ chất bột không hòa tan hết.



7. Đặt ống phân phối vào trong dung dịch và lắc đều erlen. Vặn nút để phân phối chất chuẩn vào dung dịch. Tiếp tục lắc bình erlen và cho chất chuẩn đến khi thay đổi từ màu vàng sang màu hồng nhạt.

Ghi lại con số hiển thị trên bộ đếm của digital titrator



8. Sử dụng hệ số nhân trong bảng Thông tin thang đo cụ thể để tính nồng độ:  
Con số x hệ số nhân = mg/L Cl<sup>-</sup>

Ví dụ: 100mL mẫu được chuẩn độ với cartridge 0.2256N và ghi nhận con số là 250 để đạt đến điểm cuối. Nồng độ sẽ là  $250 \times 0.1 = 25 \text{ mg/L Cl}^-$

**Bảng 1 Thông tin thang đo cụ thể**

| Thang đo (mg/L Cl <sup>-</sup> ) | Thể tích mẫu (mL) | Titration cartridge (N Hg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ) | Hệ số nhân |
|----------------------------------|-------------------|------------------------------------------------------------|------------|
| 10–40                            | 100               | 0.2256                                                     | 0.1        |
| 40–160                           | 25                | 0.2256                                                     | 0.4        |
| 100–400                          | 100               | 2.256                                                      | 1          |
| 200–800                          | 50                | 2.256                                                      | 2          |
| 500–2000                         | 20                | 2.256                                                      | 5          |
| 1000–4000                        | 10                | 2.256                                                      | 10         |
| 2000–8000                        | 5                 | 2.256                                                      | 20         |

## Lấy mẫu, bảo quản và lưu trữ

Thu thập mẫu vào bình thủy tinh hoặc nhựa sạch. Mẫu có thể bảo quản trong 07 ngày trước khi phân tích.

## Các chất cản trở

Các chất cản trở có thể gây nhiễu đối với test này

**Bảng 2 Chất cản trở**

| Chất cản trở                            | Mức độ gây nhiễu                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  |
|-----------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Bromua, Br <sup>-</sup>                 | Gây nhiễu trực tiếp và bao gồm trong kết quả                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      |
| Cromate, CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> | Nồng độ trên 10mg/L gây nhiễu đối với phương pháp này                                                                                                                                                                                                                                                                                                             |
| Ion sắt III, Fe <sup>3+</sup>           | Nồng độ trên 10mg/L gây nhiễu đối với phương pháp này                                                                                                                                                                                                                                                                                                             |
| Iot, I <sup>-</sup>                     | Gây nhiễu trực tiếp và bao gồm trong kết quả                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      |
| pH                                      | Trung hòa mẫu có tính bazơ mạnh hoặc axit mạnh về pH 2 đến 7 bằng axit sunfuric 5.25N hoặc natri hydroxit 5.0N. Nếu máy đo pH được sử dụng để điều chỉnh pH thì lấy riêng một phần mẫu để xác định đúng lượng axit hoặc bazơ cần bổ sung. Sau đó lấy cùng thể tích mẫu và cho đúng lượng axit hoặc bazơ đã được thí nghiệm. Điện cực pH có thể gây nhiễm bẩn mẫu. |
| Sulfua, S <sup>2-</sup>                 | Thực hiện các bước sau đây để loại trừ sự gây nhiễu của sulfua<br>1 Cho 1 gói thuốc thử -Sulfide Inhibitor Reagent Powder Pillow vào mẫu xấp xỉ 125mL<br>2 Xáo trộn đều trong 1 phút<br>3 Lọc mẫu qua giấy lọc được gấp lại<br>4 Sử dụng mẫu đã lọc để dùng cho test này                                                                                          |
| Sulfite, SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>  | Nồng độ trên 10mg/L gây nhiễu đối với phương pháp này. Loại trừ gây nhiễu sulfite bằng cách thêm 3 giọt H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , 30% vào mẫu trước khi thực hiện test.                                                                                                                                                                                     |

## Kiểm tra độ chuẩn xác

Sử dụng phương pháp bổ sung dung dịch chuẩn để phát hiện nếu mẫu có chất gây nhiễu và để xác nhận kỹ thuật phân tích.

### Phương pháp bổ sung dung dịch chuẩn (Sample Spike)

Yêu cầu để kiểm tra độ chuẩn xác:

- Chloride Voluette® Ampule Standard Solution, 12,500-mg/L Cl<sup>-</sup>
- Dụng cụ bẻ ống ampule
- TenSette Pipet, 0.1–1.0 mL

1. Mở ống ampule chứa dung dịch chuẩn

2. Sử dụng TenSette® Pipet để lấy 0.1 mL Chloride dung dịch chuẩn cho vào mẫu được chuẩn độ. Lắc để xáo trộn đều.

3. Chuẩn độ mẫu đã bổ sung dung dịch chuẩn cho tới khi đạt điểm kết thúc. Ghi lại lượng chất chuẩn đã dùng để đạt đến điểm kết thúc.

4. Sử dụng TenSette® Pipet để lấy 0.2 mL Chloride dung dịch chuẩn cho vào mẫu được chuẩn độ. Lắc để xáo trộn đều.

5. Chuẩn độ mẫu đã bổ sung dung dịch chuẩn cho tới khi đạt điểm kết thúc. Ghi lại lượng chất chuẩn đã dùng để đạt đến điểm kết thúc.

6. Sử dụng TenSette® Pipet để lấy 0.3 mL Chloride dung dịch chuẩn cho vào mẫu được chuẩn độ. Lắc để xáo trộn đều.

7. Chuẩn độ mẫu đã bổ sung dung dịch chuẩn cho tới khi đạt điểm kết thúc. Ghi lại lượng chất chuẩn đã dùng để đạt đến điểm kết thúc.

8. Mỗi 0.1 mL chất chuẩn thêm vào sẽ cần khoảng 12.5 digit cartridge chuẩn độ 2.256N hoặc 125 digit cartridge chuẩn độ 0.2256N để đạt đến điểm kết thúc.

Nếu chất chuẩn dùng nhiều hoặc ít hơn lượng này, vấn đề có thể do kĩ thuật của người phân tích, có chất cản trở (Xem bảng 2) hoặc có vấn đề với thuốc thử hoặc dụng cụ.

## Tóm tắt phương pháp

Khi sử dụng dung dịch chuẩn Nitrat thủy ngân, mẫu được chuẩn độ trong điều kiện axit có sự hiện diện của chất chỉ thị Diphenylcarbazone. Khi sự bổ sung vượt quá một lượng nhỏ ion thủy ngân một phức có màu hồng tím sẽ tạo thành với chất chỉ thị và là dấu hiệu cho nhận biết điểm kết thúc.

## Danh mục thay thế và tiêu thụ

### Thuốc thử cần thiết

| Description                                        | Quantity/Test | Unit    | Catalog number |
|----------------------------------------------------|---------------|---------|----------------|
| Chloride Reagent Set (approximately 100 tests):    |               |         | 2272600        |
| (2) Diphenylcarbazone Powder Pillows               | 1 pillow      | 100/pkg | 83699          |
| (1) Mercuric Nitrate Titration Cartridge, 0.2256 N | varies        | each    | 1439301        |
| (1) Mercuric Nitrate Titration Cartridge, 2.256 N  | varies        | each    | 92101          |

### Dụng cụ 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          |
| Delivery tubes w/ 180° hook                           | 1             | each | 1720500        |
| Delivery tubes w/ 90° hook                            | 1             | each | 4157800        |

### Dung dịch chuẩn nên dùng

| Description                                                                       | Unit   | Catalog number |
|-----------------------------------------------------------------------------------|--------|----------------|
| Chloride Standard Solution, Voluette® Ampule, 12,500-mg/L Cl <sup>-</sup> , 10-mL | 16/pkg | 1425010        |
| Voluette breaker                                                                  | 1      | 2196800        |