

Oxy,dạng hòa tan

DOC316.53.01179

Sửa đổi Azide của phương pháp Winkler

Phương pháp 8215 và 8332

1 đến lớn hơn 10mg/L

Digital titrator

Phạm vi sử dụng và áp dụng: Nước, nước thải và nước biển



Chuẩn bị cho thí nghiệm

Trước khi bắt đầu thí nghiệm:

Sử dụng thiết bị khuấy TitraStir để đạt kết quả tốt nhất.

Thu thập những vật liệu sau:

Mô tả	Số lượng
Bộ thuốc thử Oxy hòa Tan	1
Natri Thiosunfat Titration Cartridge, 2.00 N	nhiều
Chai BOD, có nút đậy, 300-mL	1
Kéo sử dụng mở cho các gói bột	1
Ống xylanh, có vạch định mức, 250-mL	1
Dụng cụ chuẩn độ hiện số (Digital Titrator)	1
Bình đong, Erlenmeyer, 250-mL	1
Gói đựng thuốc thử dạng bột Oxy Hòa Tan 1	1
Gói đựng thuốc thử dạng bột Oxy hòa tan 2	1
Gói đựng thuốc thử dạng bột Oxy hòa tan 3	1
Natri Thiosunfat Titration Cartridge, 0.2000 N	1
Chai BOD, có nút đậy, 60-mL	1
Bình đong, Erlenmeyer, 125-mL	1
Beaker, Polypropylene, 50-mL, ở mức thấp, có miệng	1

Xem [Bảng các vật liệu bị tiêu hao và có thể thay thế](#) để có thông tin đặt hàng

Phương pháp 8215, chai BOD 300-mL



1. Thu thập mẫu nước vào một chai BOD 300-mL sạch. Để mẫu chảy tràn vào chai khoảng 2-3 phút để chắc chắn có được mẫu thử đại diện chính xác

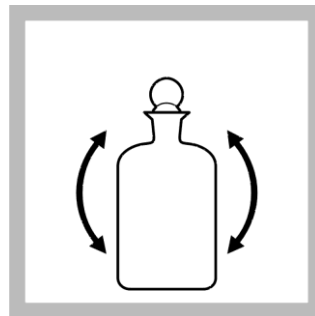


2. Đổ vào chai một gói Mangan Sunfat dạng bột và một gói thuốc thử Iodide-Azide dạng bột



3. Không để không khí vào trong chai, ngay lập tức đóng nắp chai lại. Đảo chai nhiều lần để trộn đều.

Hình thành kết tủa dạng bông. Kết tủa có màu nâu cam khi trong mẫu thử có khí oxy, kết tủa màu trắng khi không có oxy. Kết tủa keo này từ từ lắng xuống trong nước muối. Thông thường quá trình này kéo dài khoảng 5 phút. Khi kết tủa này lắng xuống, tiến hành bước 4.



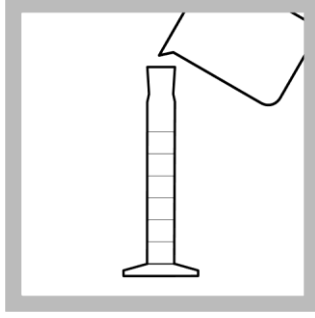
4. Tiếp tục đảo chai nhiều lần và đợi cho đến khi có kết tủa và phần nửa trên của dung dịch trong trở lại.

Chờ cho kết tủa lắng xuống hoàn toàn để đảm bảo phản ứng của mẫu thử và thuốc thử diễn ra hoàn toàn.

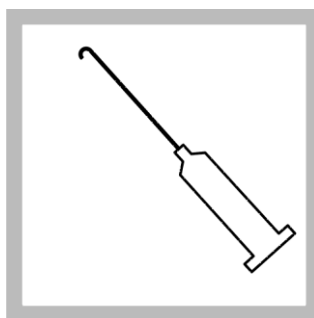


5. Mở nút đáy chai ra và đổ vào một gói Acid Sulfamic dạng bột. Chèn nút đáy lại sao cho không khí vào trong chai. Lắc mẫu thử đã được chuẩn bị nhiều lần để trộn lẫn.

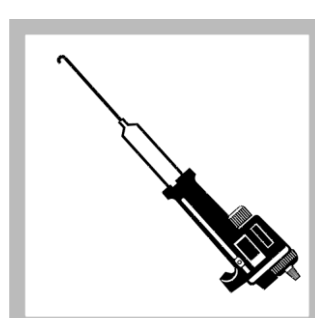
Kết tủa sẽ hòa tan và để lại màu vàng nếu có khí oxy trong dung dịch.



6. Chọn một lượng mẫu và một Sodium Thiosulfate Titration Cartridge từ bảng [Hệ số thể tích](#) tương ứng với nồng độ Oxy Hòa Tan (DO) mong muốn.



7. Đưa vào Titration Cartridge một ống phân phối sạch. Gắn khay vào thân dụng cụ chuẩn độ.

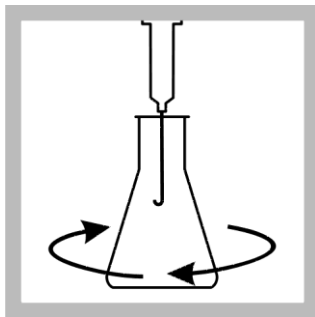


8. Vận nướm vận chuyển cho nhỏ ra một vài giọt chất chuẩn. Thiết lập lại bộ đếm số về không và lau sạch đầu ống phân phối.

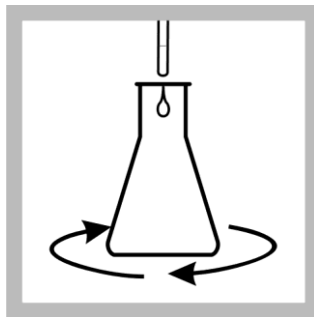
Phương pháp 8215, chai BOD 300-mL (tiếp theo)



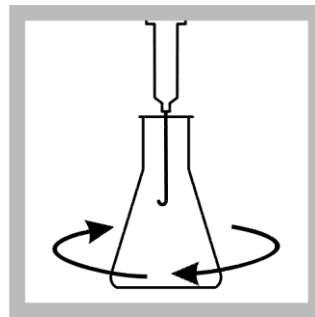
9. Sử dụng một xylanh có chia mức để đo lượng mẫu theo bảng [Hệ số thể tích](#). Chuyển mẫu thử qua một bình Erlenmeyer 250-mL.



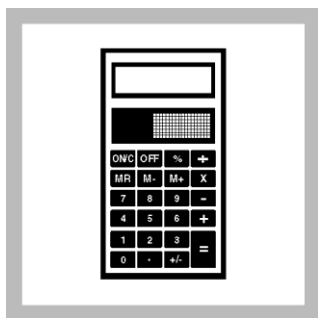
10. Đặt đầu vòi ống phân phối vào trong dung dịch và xoay lắc bình thí nghiệm trong khi chuẩn độ với Natri thiosulfate cho tới khi xuất hiện màu vàng nhạt.



11. Cho vào 2 giọt khoảng 1-mL Dung dịch tinh bột chỉ thị và khuấy để trộn đều. Sẽ xuất hiện màu xanh đậm.



12. Tiếp tục quá trình chuẩn độ cho tới khi dung dịch trở nên không màu. Ghi lại các số liệu cần thiết.



13. Tính toán: Số hiển thị trên dụng cụ chuẩn độ x hệ số nhân = Lượng Oxy hòa tan tính theo đơn vị mg/L

Bảng 1 Hệ số thể tích

Thang đo (mg/LDO)	Thể tích (mL)	Titration Cartridge (N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)	Hệ số nhân
100–400	150	0.200	0.01
200–800	75	0.200	0.02
600–2400	25	2.000	0.10

Phương pháp 8332, chai BOD 60-mL



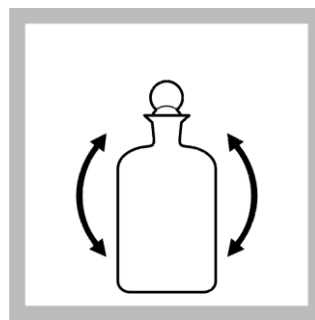
1. Thu thập mẫu nước vào một chai BOD 60-mL sạch. Để mẫu thử chảy tràn vào bình khoảng 2-3 phút để chắc chắn có được mẫu đại diện chính xác



2. Đổ vào chai một gói thuốc thử dạng bột Oxy Hòa Tan 1 và một gói thuốc thử dạng bột Oxy Hòa Tan 2



3. Không để không khí vào trong chai, ngay lập tức đóng nắp chai lại. Đảo chai nhiều lần để trộn đều. Hình thành kết tủa dạng bông. Kết tủa có màu nâu cam nếu trong mẫu thử có khí oxy, kết tủa màu trắng khi không có oxy. Kết tủa keo này từ từ lắng xuống trong nước muối. Thông thường quá trình này kéo dài khoảng 5 phút. Khi kết tủa này lắng xuống, tiến hành bước 4.

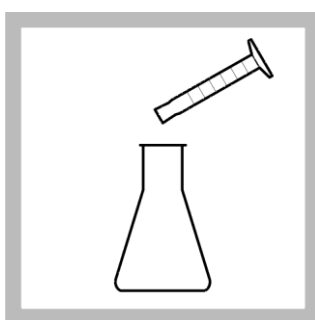


4. Tiếp tục đảo chai nhiều lần và đợi cho đến khi có kết tủa và phần nửa trên của dung dịch trong trở lại. Chờ cho kết tủa lắng xuống hoàn toàn để đảm bảo phản ứng của mẫu thử và thuốc thử diễn ra hoàn toàn.

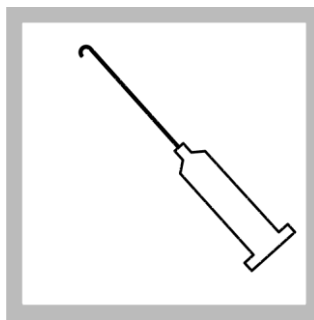


5. Mở nút chai và đổ vào một gói thuốc thử dạng bột Oxy Hòa Tan 3. Chèn nút đầy lại mà không để cho không khí vào trong bình. Lắc mẫu thử đã được chuẩn bị nhiều lần để trộn lẫn.

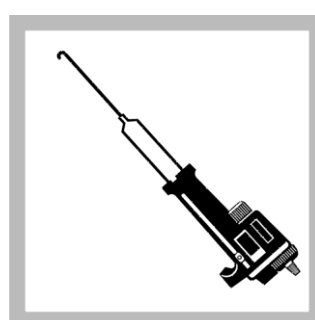
Kết tủa sẽ hòa tan và để lại màu vàng nếu có khí oxy trong dung dịch.



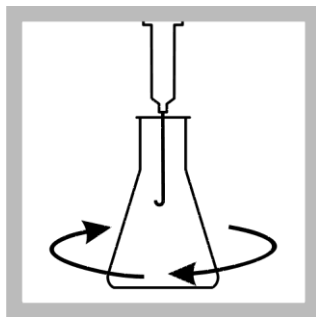
6. Đo một lượng chính xác 20mL mẫu thử đã được chuẩn bị và chuyển sang một bình Erlenmeyer 50-mL



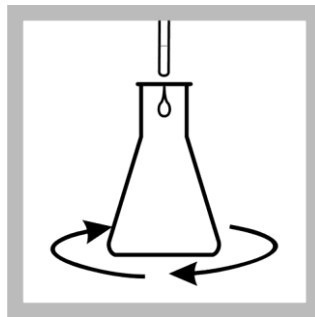
7. Gắn 0.200N Sodium Thiosulfate Titration Cartridge vào một ống phân phối thân thẳng sạch. Gắn khay vào thân dụng cụ chuẩn độ hiện số.



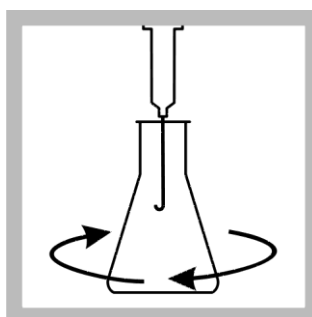
8. Vận nướm vận chuyển cho nhỏ ra một vài giọt chất chuẩn. Thiết lập lại bộ đếm số về không và lau sạch đầu vòi.



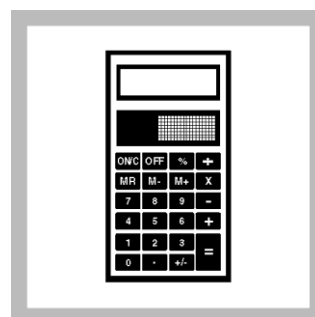
9. Chuẩn độ dung dịch đã chuẩn bị với 0.2000N SodiumThiosulfatecho tới khi xuất hiện màu vàng nhạt. Ghi lại số liệu



10.Cho vào 2 giọt khoảng1-mL dung dịch tinh bột chỉ thị và khuấy để trộn đều. Sẽ xuất hiện màu xanh đậm.



11.Tiếp tục quá trình chuẩn độ cho tới khi dung dịch trở nên không màu. Ghi lại các số liệu cần thiết.



12.Tính toán:
Số hiển thị trên dụng cụ chuẩn độ $\times 0.1$ = Lượng Oxy hòa tan tính theo đơn vị mg/L

Chất cản trở

Các chất cản trở của Nitrit bị hủy bởi azide trong thuốc thử. Các quá trình khử hay oxy hóa các chất có thể gây trở ngại. Nếu các quá trình này diễn ra, hãy sử dụng một phương pháp khác, ví dụ như phương pháp sử dụng Oxy hòa tan ở mức cao (thang đo màu, phương pháp 8166) hoặc dùng điện cực đo Oxy hòa tan (4500OG).

Thu thập, bảo quản và lưu trữ mẫu thử

Việc lấy mẫu và thao tác với mẫu thử là rất quan trọng trong việc thu thập các kết quả có ý nghĩa. Lượng Oxy Hòa Tan có trong mẫu nước được thí nghiệm có thể thay đổi theo độ sâu, sự khuếch tán của không khí, nhiệt độ, bùn đặc, ánh sáng, hoạt động của vi sinh vật, sự xáo trộn, thời gian vận chuyển và các tác nhân khác. Một thí nghiệm Oxy Hòa Tan hiếm khi phản ánh chính xác điều kiện tổng quan của môi trường nước. Nên lấy nhiều mẫu thử ở những thời điểm, vị trí và độ sâu khác nhau sẽ đưa ra những kết quả chính xác nhất. Mẫu thử phải được kiểm tra thí nghiệm ngay sau khi thu thập được, mặc dù chỉ là một kết quả sai nhỏ nếu quá trình đọc kết quả hấp thụ mất nhiều giờ đồng hồ sau đó.

- Thu thập các mẫu thử đựng vào những chai BOD sạch.
- Nếu cần thiết phải lưu trữ lại, từ bước 1 chuyển sang bước 4 và lưu trữ ở trong tối ở nhiệt độ 10–20°C.
- Niêm phong bình bằng nước bằng cách đổ một lượng nhỏ nước vào phần miệng loe của nút đậy bình.
- Dùng một nắp bình BOD bịt lên miệng loe của bình.
- Mẫu thử được bảo quản như trên có thể giữ được từ 4-8 giờ. Bắt đầu từ bước 5 khi tiến hành phân tích.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Kiểm tra độ mạnh của Dung dịch Natri Thiosulfate bằng cách sử dụng dung dịch chuẩn Iodate-Iodide nồng độ 10mg/L-DO.

1. Đối với quá trình 300-mL, bắt đầu từ bước 5, đổ một gói Acid Sulfamic Acid Dạng bột vào một lượng 200-mL Dung dịch chuẩn Iodate-Iodide.
2. Sử dụng thể tích là 100-mL khi dùng 0.200N Natri Thiosulfate Titration Cartridge để chuẩn độ. Quá trình chuẩn độ nên rơi có kết quả trong khoảng 500 số. Nếu cần hơn 525 số để đạt đến điểm kết thúc, thay thế Natri Thiosulfate Cartridge.
3. Sử dụng thể tích là 200-mL khi dùng 2.00N Natri Thiosulfate Titration Cartridge. Quá trình chuẩn độ nên rơi có kết quả trong khoảng 100 số. Nếu cần hơn 105 số để đạt đến điểm kết thúc, thay thế Natri Thiosulfate Cartridge.

Đối với quá trình 60-mg/L:

1. Bắt đầu quá trình phân tích từ bước 5, cho thêm một Gói đựng thuốc thử dạng bột Oxy hòa tan 3 vào 60mL thể tích dung dịch chuẩn Iodate-Iodide.
2. Sử dụng thể tích là 20mL bằng 2.00N Natri Thiosulfate Titration Cartridge. Quá trình chuẩn độ nên rơi có kết quả trong khoảng 100 số. Nếu cần hơn 105 số để đạt đến điểm kết thúc, thay thế Natri Thiosulfate Cartridge.

Tóm tắt phương pháp

Mẫu thử được thí nghiệm với mangasulfate và thuốc thử kiểm iodide-azide để tạo kết tủa màu nâu cam. Sau quá trình axit hóa của mẫu thử, kết tủa này phản ứng với iodide để sinh ra iodine tự do dạng triiodide tương ứng theo tỉ lệ với nồng độ oxy. Iodine được chuẩn độ bằng Natri thiosulfate cho tới điểm kết thúc không màu.

Các vật liệu bị tiêu hao và có thể thay thế

Các chất phản ứng cần thiết cho phương pháp dùng chai BOD 300-mL.

Mô tả	Đơn vị	Catalog #
Bộ thuốc thử Oxy Hòa Tan (khoảng 50 thí nghiệm)		2272200
Gồm:		
(2) Gói AlkalineIodide-Azide dạng bột 50/pkg		107266
(2) Gói ManganousSulfateDạng bột50/pkg		107166
(1) Natri Thiosulfate Titration Cartridge, 0.2000 N	each	2267501
(1) Dung dịch Tinh bột Chỉ thị	100 mL MDB ¹	34932
(2) Gói Acid Sulfamic dạng bột	50/pkg	2076266
Natri Thiosulfate Titration Cartridge, 2.00 N	each	1440101

¹ MDB là Marked Dropper Bottle: Bình nhỏ giọt được đánh dấu

Các thiết bị cần thiết cho phương pháp dùng chai BOD 300-mL

Mô tả	Đơn vị	Catalog #
Chai BOD có nút đậy, 300-mL	each	62100
Kéo sử dụng mở gói bột	each	96800
Ống xylanh chia mức, 250-mL	each	50846
Dụng cụ chuẩn độ hiện số	each	1690001
Bình thí nghiệm Erlenmeyer, 250-mL	each	50546
Ống phân phối có đầu móc w/ 180°	each	1720500
Ống phân phối có đầu móc w/ 90°	each	4157800

Các chất phản ứng cần thiết cho phương pháp dùng chai BOD 60-mL

Mô tả	Đơn vị	Catalog #
Gói đựng Chất phản ứng Dạng bột Oxy Hòa Tan 1	100/pkg	98199
Gói đựng Chất phản ứng Dạng bột Oxy Hòa Tan 2	100/pkg	98299
Gói đựng Chất phản ứng Dạng bột Oxy Hòa Tan 3	25/pkg	98768
Natri Thiosulfate Titration Cartridge, 0.2000 N	each	2267501

Các thiết bị cần thiết cho phương pháp dùng chai BOD 60-mL

Mô tả	Đơn vị	Catalog #
Chai BOD có nút đậy, 60-mL	1	190902
Kéo sử dụng mở gói bột	1	96800
Dụng cụ chuẩn độ hiện số	1	1690001
Bình thí nghiệm Erlenmeyer, 125-mL	1	50543
Cốc chứa Polypropylene, 50-mL, Ở mức thấp, có miệng	1	108041
Ống phân phối có đầu móc w/ 180°	1	1720500
Ống phân phối có đầu móc w/ 90°	1	4157800

Các dung dịch chuẩn cần thiết

Dung dịch chuẩn Iodate-Iodide, 10-mg/L asDO	500 mL	40149
Nhiệt kế -10 – 225 °C 405 mm	1	2635700
Nắp, chai BOD có nắp chụp	6/pkg	241906
Chai BOD được đánh số (#1-24)	24/pkg	2898700



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:

In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224

Outside the U.S.A. – Contact the HACH Office or distributor serving you.

On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY

WORLD HEADQUARTERS

Telephone: (970) 669-3050

FAX: (970) 669-2932