Độ cứng tổng

DOC316.32.01176

Titration Method with EDTA

Phương pháp 8213

10–4000 mg/L tính theo $CaCO_3$

Dụng cụ chuẩn độ kỹ thuật số

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho nước, nước thải và nước biển.

Chuẩn bị mẫu thử

Trước khi bắt đầu

Có thể thay thế Gói bột chỉ thị độ cứng ManVer 2 bằng 4 giọt dung dịch chỉ thị độ cứng 2 hoặc một muỗng 0,1 g bột chỉ thị độ cứng ManVer 2.
Giá chuẩn độ TitraStir (tùy chọn) vừa giữ được dụng cụ chuẩn độ kỹ thuật số, vừa khuấy mẫu thử.
Hãy xem lại Bảng Dữ Liệu An Toàn Hóa Chất (MSDS/SDS) của các hóa chất được sử dụng. Luôn sử dụng đúng trang bị bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.
Xử lý dung dịch sau phản ứng theo quy định của địa phương, bang và liên bang. Tham khảo Bảng Dữ Liệu An Toàn Hóa Chất để biết cách xử lý các hóa chất chưa sử dụng. Nếu cần thêm thông tin, hãy liên hệ với bộ phận môi trường, an toàn lao động tại cơ sở hoặc các cơ quan quản lý địa phương.

Các vật dụng cần chuẩn bị

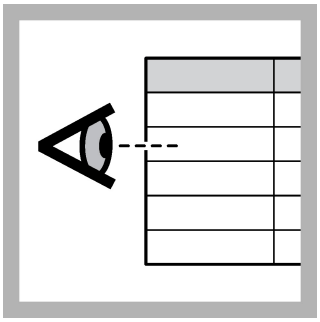
Mô tả	Số lượng
Gói bột chỉ thị độ cứng ManVer 2	1
Dung dịch đệm độ cứng 1	2 mL
Ống chứa dung dịch chuẩn độ EDTA (xem mục Thể tích mẫu và hệ số nhân số chỉ ở trang 3)	1
Dụng cụ chuẩn độ kỹ thuật số	1
Ống dẫn dung dịch cho Bộ Định Lượng Số	1
Cylinder chia vạch (chọn thể tích phù hợp với lượng mẫu sẽ dùng)	1
Bình nón Erlenmeyer 250 mL	1
Nước đã khử ion	thay đổi tùy nhu cầu

Xem thêm Vật tư tiêu hao và sản phẩm thay thế ở trang 6 để biết thông tin đặt hàng.

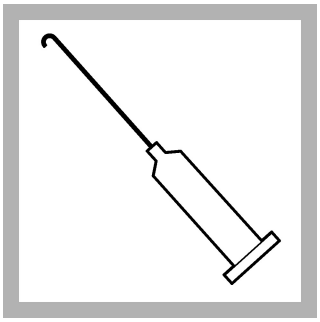
Lấy mẫu và bảo quản mẫu

- Thu mẫu vào các chai thủy tinh hoặc nhựa sạch, đã được rửa bằng chất tẩy và tráng lại với axit nitric pha loãng tỉ lệ 1:1 cùng nước khử ion.
- Để bảo quản mẫu cho phân tích sau, điều chỉnh pH mẫu xuống 2 hoặc thấp hơn bằng axit nitric đậm đặc (khoảng 2 mL cho mỗi lít). Nếu kiểm tra ngay thì không cần thêm axit.
- Bảo quản mẫu đã xử lý ở nhiệt độ tối đa 6 °C (43 °F) không quá 7 ngày.
- Trước khi phân tích, điều chỉnh pH về 7 bằng dung dịch natri hydroxit.
- Hiệu chỉnh kết quả kiểm tra để bù lượng thể tích đã thêm vào.

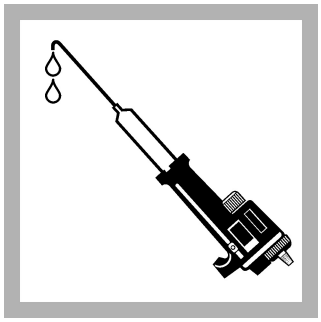
Quy trình thử nghiệm



1. Chọn thể tích mẫu và ống chuẩn độ từ Bảng 1 ở trang 3.



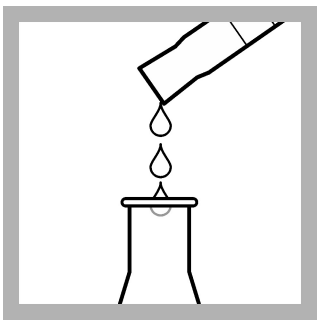
2. Gắn ống dẫn sạch vào header chuẩn độ kỹ thuật số. Kết nối ống chuẩn độ với thiết bị Digital Titrator.



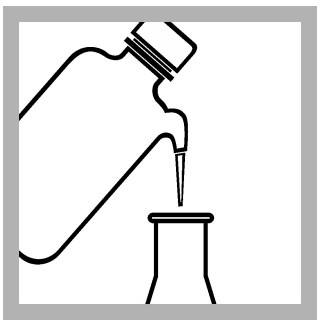
3. Giữ Digital Titrator sao cho đầu ống hướng lên trên. Vặn núm điều chỉnh để đẩy hết không khí ra ngoài cùng vài giọt thuốc thử. Đặt lại bộ đếm về số 0 và làm sạch đầu ống.



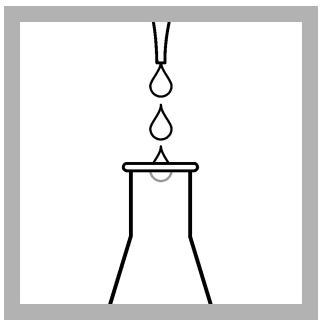
4. Dùng ống đong chia vạch hoặc pipet[1] để đo thể tích mẫu theo Bảng 1 trang 3.



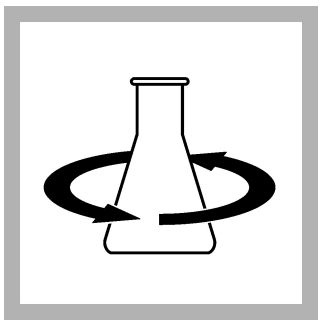
5. Rót mẫu vào bình tam giác Erlenmeyer sạch, dung tích 250 mL.



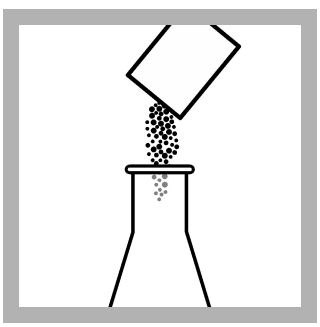
6. Nếu thể tích mẫu nhỏ hơn 100 mL, pha loãng lên khoảng 100 mL bằng nước khử ion.



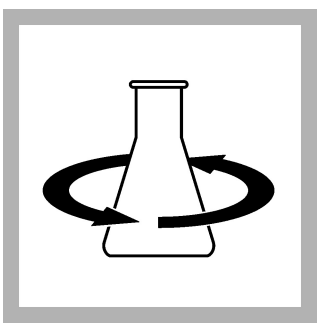
7. Thêm 2 mL dung dịch đệm Độ cứng 1.



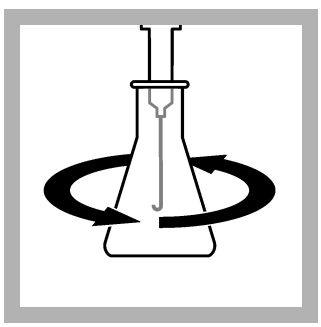
8. Lắc đều để hòa tan.



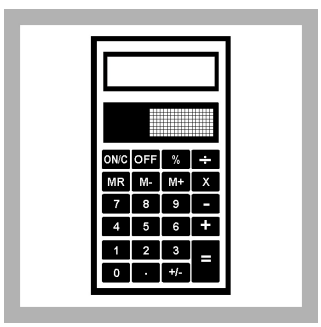
9. Thêm toàn bộ gói bột chỉ thị độ cứng ManVer 2 vào dung dịch.



10. Lắc đều để hòa tan.



11. Đặt đầu ống dẫn thuốc thử vào trong dung dịch. Lắc đều bình tam giác. Xoay núm trên Digital Titrator để thêm thuốc thử vào dung dịch. Tiếp tục lắc đều bình. Thêm thuốc thử cho đến khi màu chuyển từ đỏ sang xanh dương tinh khiết. Ghi lại số hiển thị trên bộ đếm.



12. Dùng hệ số nhân trong Bảng 1 ở trang 3 để tính nồng độ. Số đã dùng × hệ số nhân = mg/L (hoặc Gdh) tổng độ cứng dưới dạng $CaCO_3$.

[1] Độ chính xác của phép chuẩn độ phụ thuộc trực tiếp vào việc đo thể tích mẫu. Với các thể tích nhỏ, nên sử dụng pipet để tăng độ chính xác.

Thể tích mẫu và hệ số nhân số chỉ

Chọn một khoảng trong Bảng 1 hoặc Bảng 2 tùy theo trường hợp, sau đó xem các thông tin liên quan cho phép thử này theo hàng bảng. Dùng hệ số nhân số chỉ để tính nồng độ trong quy trình xét nghiệm.

Ví dụ: Mẫu 50 mL được chuẩn độ bằng ống chuẩn độ EDTA 0,800 M và máy đếm hiển thị 250 số chỉ tại điểm kết thúc. Nồng độ là 250 số chỉ × 2,0 = 500 mg/L dưới dạng $CaCO_3$ (hoặc với ống chuẩn độ EDTA 0,714 M, 250 x 0,1 = 25 mg/L Gdh).

Bảng 1 Thể tích mẫu và hệ số nhân số chỉ—mg/L

Khoảng (mg/L dưới dạng $CaCO_3$)	Thể tích mẫu (mL)	Ống chuẩn độ	Hệ số nhân số chỉ
10–40	100	0,0800	0,1
40–160	25	0,0800	0,4
100–400	100	0,800	1,0
200–800	50	0,800	2,0
500–2000	20	0,800	5,0
1000–4000	10	0,800	10,0

Bảng 2 Thể tích mẫu và hệ số nhân số chỉ—Gdh

Khoảng (mg/L dưới dạng $CaCO_3$)	Thể tích mẫu (mL)	Ống chuẩn độ	Hệ số nhân số chỉ
1–4	100	0,1428	0,01
4–16	25	0,1428	0,04
10–40	50	0,714	0,1
25–100	20	0,714	0,25
> 100	10	0,714	0,5

Đơn vị chuyển đổi

Để thay đổi đơn vị hoặc dạng hóa học của kết quả thử nghiệm, nhân kết quả với hệ số trong Bảng 3.

Bảng 3 Chuyển đổi đơn vị

mg/L Độ cứng tổng quy đổi theo CaCO3 sang...	nhân với...	Ví dụ
mg/L Độ cứng tổng quy đổi theo Ca	0,40	1000 mg/L theo $CaCO_3$ x 0,40 = 400 mg/L Ca
Độ cứng theo đơn vị Đức (Gdh)	0,056	1000 mg/L theo $CaCO_3$ × 0,056 = 56 Gdh
Grain trên gallon (gpg)	0,058	1000 mg/L theo $CaCO_3$ x 0,058 = 58 gpg
mg/L Độ cứng tổng quy đổi theo Mg	0,243	1000 mg/L theo $CaCO_3$ x 0,243 = 243 mg/L Mg

Mối quan hệ giữa các dạng độ cứng

- mg/L Độ cứng Mg quy đổi theo $CaCO_3$ = mg/L Độ cứng tổng quy đổi theo $CaCO_3$ – mg/L Độ cứng Ca quy đổi theo $CaCO_3$
- mg/L $MgCO_3$= mg/L Độ cứng Mg quy đổi theo $CaCO_3$ × 0,842
- mg/L Mg = mg/L $MgCO_3$ × 0,29

Các yếu tố gây nhiễu

⚠ CẢNH BÁO



Nguy cơ hóa chất. Kali xyanua là chất độc. Chỉ thêm kali xyanua vào mẫu sau khi đã bổ sung Dung dịch đệm Độ cứng 1. Duy trì dung dịch xyanua ở pH trên 11 để tránh phát sinh khí hydro xyanua. Xử lý dung dịch đã dùng theo đúng quy định của địa phương, bang và liên bang.

Một số chất gây nhiễu có thể ngăn cản quá trình đổi màu tại điểm cuối chuẩn độ. Nếu giảm thể tích mẫu thử, chất gây nhiễu có thể bị pha loãng tới mức không còn ảnh hưởng đáng kể. Bảng 4 liệt kê các chất có thể gây nhiễu cho phép thử này.

Bảng 4 Các yếu tố gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Độ axit	Độ axit 10.000 mg/L tính theo CaCO3 không gây nhiễu.
Độ kiềm	Độ kiềm 10.000 mg/L tính theo CaCO3 không gây nhiễu.
Nhôm	Gây nhiễu khi mẫu chứa hơn 0,20 mg/L nhôm. Sau khi thêm Dung dịch đệm Độ cứng 1, hãy bổ sung 0,5 gam kali xyanua trong quá trình thử để loại bỏ nhiễu do tối đa 1 mg/L nhôm. Ngoài ra, có thể dùng một gói bột CDTA để loại bỏ nhiễu. Xem chi tiết tại Sử dụng CDTA để loại bỏ nhiễu kim loại ở trang 5.
Barit	Barit được định lượng đồng thời với canxi và có thể gây nhiễu trong phép thử này, tuy nhiên hiếm khi gặp nồng độ barit cao trong nước tự nhiên.
Clorua	Nồng độ clorua trong nước biển không ảnh hưởng đến kết quả. Dung dịch bão hòa clorua sẽ không cho điểm kết thúc rõ ràng.
Coban	Gây nhiễu trực tiếp và được tính vào kết quả phép thử. Thêm 0,5 gam kali xyanua sau khi thêm Dung dịch Đệm Độ cứng 1 trong quy trình thử để loại bỏ nhiễu từ tối đa 20 mg/L coban. Ngoài ra, có thể sử dụng một gói bột CDTA để xử lý nhiễu này. Tham khảo Sử dụng CDTA để loại bỏ nhiễu kim loại trang 5.
Đồng	Gây nhiễu khi mẫu chứa 0,1 mg/L đồng. Thêm 0,5 gam kali xyanua sau khi thêm Dung dịch Đệm Độ cứng 1 trong quy trình thử để loại bỏ nhiễu từ tối đa 100 mg/L đồng. Ngoài ra, có thể sử dụng một gói bột CDTA để xử lý nhiễu này. Tham khảo Sử dụng CDTA để loại bỏ nhiễu kim loại trang 5.
Sắt	Nồng độ sắt trên 8 mg/L sẽ tạo điểm kết thúc màu đỏ cam đến xanh lục. Kết quả sẽ chính xác đến 20 mg/L sắt với kiểu điểm kết thúc này.
Mangan	Gây nhiễu khi mẫu chứa trên 5 mg/L mangan.
Niken	Gây nhiễu khi mẫu chứa 0,5 mg/L niken. Thêm 0,5 gam kali xyanua sau khi đã thêm Dung dịch Đệm Độ Cứng 1 trong quá trình thử nghiệm để loại bỏ nhiễu đối với tối đa 200 mg/L niken. Ngoài ra, có thể sử dụng một gói bột CDTA để loại bỏ nhiễu. Xem Sử dụng CDTA để loại bỏ nhiễu kim loại ở trang 5.
Orthophosphate	Tạo thành canxi phosphate và khiến điểm cuối diễn ra chậm. Nếu để đủ thời gian cho canxi phosphate tan trong quá trình chuẩn độ, orthophosphate sẽ không gây ảnh hưởng đến phép thử.
Polyphosphate	Gây nhiễu ở mọi mức độ.
Ion kim loại đa hóa trị	Mặc dù ít phổ biến hơn canxi và magiê, các ion kim loại đa hóa trị khác cũng được chuẩn độ cùng với canxi và magiê và được tính vào kết quả.
Stronti	Stronti được chuẩn độ cùng lúc với canxi và gây nhiễu cho phép thử này, tuy nhiên hiếm có mức stronti cao trong nước tự nhiên.

Bảng 4 Các yếu tố gây nhiễu (tiếp theo)

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Kẽm	Gây nhiễu ở mức 5 mg/L kẽm. Thêm 0,5 gam kali xyanua sau khi nhỏ dung dịch đệm Độ cứng 1 trong quá trình kiểm tra để loại bỏ nhiễu do kẽm lên đến 100 mg/L. Ngoài ra, có thể dùng một gói bột CDTA để khử nhiễu. Tham khảo Sử dụng CDTA để loại bỏ nhiễu kim loại ở trang 5.
Mẫu đệm mạnh hoặc pH mẫu quá cao/thấp	Có thể làm cho thuốc thử không điều chỉnh được pH mẫu chính xác. Có thể cần tiền xử lý mẫu. Trước khi phân tích, điều chỉnh pH về 7.

Sử dụng CDTA để loại bỏ nhiễu kim loại

Thêm một gói bột muối magiê CDTA để loại bỏ nhiễu kim loại ở mức bằng hoặc thấp hơn các giá trị trong Bảng 5. Nếu mẫu chứa nhiều hơn một kim loại với nồng độ bằng hoặc vượt quá mức trong Bảng 5, hãy thêm một gói bột muối magiê CDTA nữa.

Kết quả khi sử dụng CDTA muối magiê bao gồm cả độ cứng từ các kim loại này. Nếu biết nồng độ từng kim loại, có thể hiệu chỉnh để chỉ lấy độ cứng từ canxi và magiê. Giá trị độ cứng của các ion kim loại khác nằm trong Bảng 6.

Độ cứng kim loại = (mg/L kim loại trong mẫu) x (hệ số tương đương độ cứng)

Độ cứng canxi và magiê = (tổng độ cứng) – (độ cứng kim loại)

Bảng 5 Mức độ nhiễu với một gói CDTA

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Nhôm	50 mg/L
Coban	200 mg/L
Đồng	100 mg/L
Sắt	100 mg/L
Mangan	200 mg/L
Niken	400 mg/L
Kẽm	300 mg/L

Bảng 6 Hệ số quy đổi độ cứng (mg/L tính theo $CaCO_3$)

Chất gây nhiễu	Hệ số quy đổi độ cứng
Nhôm	3,710
Bari	0,729
Coban	1.698
Đồng	1.575
Sắt	1.792
Mangan	1.822
Niken	1.705
Strontium	1.142
Kẽm	1.531

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm tiêu chuẩn (bổ sung mẫu)

Sử dụng phương pháp thêm tiêu chuẩn để xác nhận quy trình kiểm tra, hóa chất, thiết bị, kỹ thuật và phát hiện các yếu tố gây nhiễu trong mẫu.

Những vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn Ampule Hardness Voluette, 10.000 mg/L dưới dạng CaCO3
- Dụng cụ mở ampule
- Bộ pipet TenSette, dung tích 0,1–1,0 mL và đầu pipet

1. Thực hiện quy trình kiểm tra để xác định nồng độ mẫu thử.
2. Dùng pipet TenSette để thêm 0,1 mL dung dịch chuẩn vào mẫu đã được chuẩn độ.
3. Chuẩn độ mẫu đã bổ sung đến điểm kết thúc. Ghi lại số chỉ trên bộ đếm.
4. Thêm tiếp 0,1 mL dung dịch chuẩn vào mẫu đã chuẩn độ.
5. Chuẩn độ mẫu đã bổ sung đến điểm kết thúc. Ghi lại số chỉ trên bộ đếm.
6. Thêm tiếp 0,1 mL dung dịch chuẩn vào mẫu đã chuẩn độ.
7. Chuẩn độ mẫu đã bổ sung đến điểm kết thúc. Ghi lại số chỉ trên bộ đếm.
8. So sánh kết quả thực tế với kết quả đúng. Kết quả đúng cho chuẩn độ này là 10 số của cartridge chuẩn độ 0,800 M hoặc 100 số của cartridge chuẩn độ 0,0800 (hoặc 11 số của dung dịch chuẩn độ 0,714 M hoặc 56 số của dung dịch chuẩn độ 0,1428 M) cho mỗi lần thêm 0,1 mL dung dịch chuẩn. Nếu lượng dung dịch chuẩn độ nhiều hoặc ít hơn đáng kể, có thể xảy ra vấn đề về kỹ thuật sử dụng, hóa chất, thiết bị hoặc có yếu tố gây nhiễu.

Phương pháp dung dịch chuẩn

Áp dụng phương pháp dung dịch chuẩn để kiểm tra tính chính xác của quy trình, hóa chất, thiết bị và kỹ thuật thực hiện.

- Dung dịch chuẩn Calcium Chloride, 1000 mg/L dưới dạng CaCO3
- Dung dịch đệm Hardness 1
- Gói bột chỉ thị độ cứng ManVer 2
- Pipet đo thể tích 20 mL, loại Class A và bóng an toàn để hút pipet
- Bình tam giác Erlenmeyer 250 mL
- Nước khử ion

1. Dùng pipet để thêm 20,0 mL dung dịch chuẩn calcium chloride vào bình tam giác 250 mL.
2. Pha loãng dung dịch chuẩn đến khoảng 100 mL bằng nước khử ion.
3. Thêm một gói dung dịch đệm Hardness 1 và một gói bột chỉ thị độ cứng ManVer 2. Lắc đều để hòa tan.
4. Chuẩn độ dung dịch chuẩn đã chuẩn bị đến điểm kết thúc. Tính nồng độ dung dịch chuẩn. Kết quả đúng là 1000 mg/L hoặc 55,9 Gdh dưới dạng CaCO3.
5. So sánh kết quả thực tế với kết quả đúng. Nếu lượng dung dịch chuẩn độ nhiều hoặc ít hơn đáng kể, có thể xảy ra vấn đề về kỹ thuật sử dụng, hóa chất hoặc thiết bị.

Tóm tắt phương pháp

Mẫu thử được thêm dung dịch đệm (gồm một amin hữu cơ và muối của nó) để điều chỉnh pH lên 10,1. Sau đó, thuốc nhuộm hữu cơ calmagite được thêm vào làm chất chỉ thị. Thuốc nhuộm này phản ứng với các ion canxi và magiê tạo thành phức màu đỏ. Tiếp theo, dung dịch chuẩn độ EDTA (ethylenediaminetetraacetic acid) được thêm vào, phản ứng với các ion canxi và magiê tự do trong mẫu. Khi EDTA đã phản ứng hết với các ion magiê tự do, nó sẽ tách ion magiê khỏi chất chỉ thị, làm màu chỉ thị chuyển từ đỏ sang xanh.

Vật tư tiêu hao và sản phẩm thay thế

Hóa chất cần thiết

Mô tả	Số lượng/Lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bộ hóa chất, phạm vi 10–160 mg/L (khoảng 100 lần thử)	—	cái	2448000
Gói bột chỉ thị độ cứng ManVer 2	1 gói	100 cái/gói	85199

Vật tư tiêu hao và phụ kiện thay thế (tiếp theo)

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch đệm, Độ cứng 1	1 mL	100 mL MDB	42432
Ống chuẩn độ EDTA, 0.0800 M	thay đổi	cái	1436401
Bộ thuốc thử, dải 100–4000 mg/L (khoảng 100 lần kiểm tra):	—	cái	2448100
Gối bột chỉ thị độ cứng ManVer 2	1 gói	100 cái/gói	85199
Dung dịch đệm, Độ cứng 1	1 mL	100 mL MDB	42432
Ống chuẩn độ EDTA, 0.800 M	thay đổi	cái	1439901
Bộ thuốc thử, dải 1–16 G.d.h. (khoảng 100 lần kiểm tra):	—	cái	2447800
Gối bột chỉ thị độ cứng ManVer 2	1 gói	100 cái/gói	85199
Dung dịch đệm, Độ cứng 1	1 mL	100 mL MDB	42432
Ống chuẩn độ EDTA, nồng độ 0,1428 M	thay đổi	cái	1496001
Bộ thuốc thử cho phạm vi 10–100+ G.d.h. (khoảng 100 lần kiểm tra):	—	cái	2447900
Gối bột chỉ thị độ cứng ManVer 2	1 gói	100 cái/gói	85199
Dung dịch đệm, Độ cứng 1	1 mL	100 mL MDB	42432
Ống chuẩn độ EDTA, nồng độ 0,714 M	thay đổi	cái	1495901

Thiết bị cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Cylinder chia vạch—Chọn một hoặc nhiều loại tùy theo thể tích mẫu:			
Ống chia vạch, 5 mL	1	cái	50837
Ống chia vạch, 10 mL	1	cái	50838
Ống chia vạch, 25 mL	1	cái	50840
Ống chia vạch, 50 mL	1	cái	50841
Ống chia vạch, 100 mL	1	cái	50842
Bộ chuẩn độ điện tử	1	cái	1690001
Ống dẫn cho bộ chuẩn độ điện tử, đầu móc chữ J	1	5 ống/bộ	1720500
Bình tam giác Erlenmeyer, 250 mL	1	cái	50546
Pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL	1	cái	1970001
Đầu cắm pipet dùng cho Pipet TenSette® loại 0,1–1,0 mL	1	50 cái/hộp	2185696

Tiêu chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch chuẩn Canxi Clorua, 1000 mg/L tính theo $CaCO_3$	1 Lít	12153
Dung dịch chuẩn độ cứng, 10.000 mg/L tính theo $CaCO_3$, ống Voluette 10 mL	16 cái/bộ	218710
Tiêu chuẩn kiểm soát chất lượng độ cứng, dải cao	500 mL	2833349
Tiêu chuẩn kiểm soát chất lượng độ cứng, dải thấp	500 mL	2833449

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dụng cụ bẻ ống Ampule, Ampule Voluette 10 mL®	cái	2196800
Gói bột muối Magie CDTA	100 cái/gói	1408099
Ống dẫn dành cho Bộ chuẩn độ điện tử, góc uốn 90 độ dùng cùng giá chuẩn độ TitraStir	5 cái/gói	4157800
Dung dịch chỉ thị độ cứng ManVer	100 mL	42532
Bột chỉ thị độ cứng ManVer 2	113 g	28014
Axit Nitric, dạng đậm đặc	500 mL	15249
Dung dịch Axit Nitric, tỷ lệ 1:1	500 mL	254049
Bóng bơm an toàn cho pipet	cái	1465100
Pipet định mức, loại A, 10 mL	cái	1451538
Pipet định mức, loại A, 20 mL	cái	1451520
Pipet định mức, loại A, 25 mL	cái	1451540
Kali Xyanua, chuẩn ACS	100 g	76714
Chai lấy mẫu có nắp, nhựa polyethylene mật độ thấp, 250 mL	12 cái/bộ	2087076
Muỗng đo lường, 0.1 g	cái	51100
Dung dịch Natri Hydroxide, 5 N	50 mL	245026
Muỗng đo lường, 0.1 g	cái	51100
Muỗng đo lường, 0.5 g	cái	90700
Thanh khuấy hình bát giác	cái	2095352
Giá đỡ chuẩn độ TitraStir®, 115 VAC	cái	1940000
Giá đỡ chuẩn độ TitraStir® , 230 VAC	cái	1940010

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

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 2007–2015. All rights reserved.

04/2015, Edition 8