Độ cứng, Canxi và Magie

DOC316.32.01043

Calmagite Colorimetric Method

Phương pháp 8030

0,05 đến 4,00 mg/L Ca và Mg tính theo $CaCO_3$

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

Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin thiết bị cụ thể

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình cho thử nghiệm này. Bảng cũng nêu rõ yêu cầu về ống nghiệm và hướng đặt ống đối với các phép thử thêm thuốc thử, như dạng gối bột hoặc thuốc thử khối lượng lớn.

Để sử dụng bảng này, hãy chọn thiết bị, sau đó xem ngang để tìm thông tin phù hợp cho thử nghiệm này.

Bảng 1 Thông tin thiết bị cụ thể

Thiết bị	Vị trí đặt ống nghiệm	Ống mẫu
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Vạch mức nằm bên phải.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Vạch mức hướng về phía người dùng.	
DR 900	Dấu định hướng hướng về phía người dùng.	2401906 

Trước khi bắt đầu

Hãy gắn nắp dụng cụ vào khay chứa mẫu DR 900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ.
Để có kết quả kiểm tra magiê chính xác nhất, giữ nhiệt độ mẫu trong khoảng 21–29 °C (70–84 °F).
Bài kiểm tra này phát hiện sự nhiễm canxi hoặc magiê trong ống trộn, dụng cụ đo hoặc ống mẫu. Để đảm bảo sạch, hãy thực hiện lại bài kiểm tra cho đến khi kết quả ổn định.
Độ cứng tổng tính bằng mg/L bằng mg/L Ca dưới dạng $CaCO_3$ cộng với mg/L Mg dưới dạng $CaCO_3$.
Lượng nhỏ EDTA hoặc EGTA còn sót lại từ các bài kiểm tra trước sẽ làm sai kết quả. Rửa sạch ống mẫu trước mỗi lần sử dụng.
Xem lại Bảng Dữ liệu An toàn (MSDS/SDS) của các hóa chất sử dụng. Đeo đầy đủ thiết bị bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.
Xử lý các dung dịch đã phản ứng theo quy định của địa phương, tiểu bang và liên bang. Tham khảo Bảng Dữ liệu An toàn để biết cách xử lý hóa chất chưa dùng. Liên hệ bộ phận môi trường, sức khỏe, an toàn tại cơ sở hoặc cơ quan quản lý địa phương để được hỗ trợ thêm về việc xử lý.

Các vật dụng cần chuẩn bị

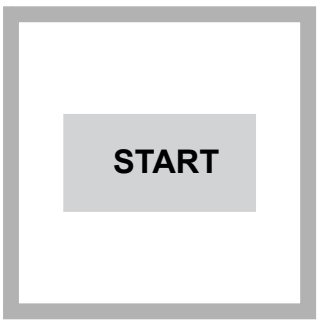
Mô tả	Số lượng
Dung dịch kiềm dùng cho kiểm tra canxi và magiê	1 mL
Dung dịch chỉ thị canxi và magiê	1 mL
Dung dịch EDTA, 1 M	1 giọt
Dung dịch EGTA	1 giọt
Xy lanh chia vạch, 100 mL	1
Dụng cụ nhỏ giọt định lượng, 0.5 mL và 1.0 mL	2
Ô chứa mẫu (Để biết thêm về ô mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, xem Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.)	3

Xem thêm Vật tư tiêu hao và phụ kiện thay thế ở trang 5 để biết thông tin đặt hàng.

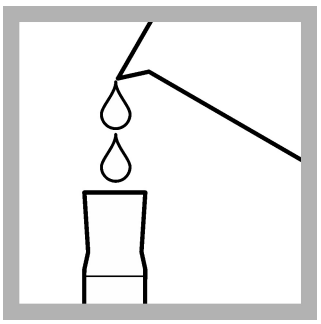
Thu thập và bảo quản mẫu

- Lấy mẫu bằng chai nhựa sạch, đã được rửa với axit clohydric 6 N (50%) và tráng lại bằng nước khử khoáng. Tráng chai với mẫu ba lần trước khi lấy mẫu chính thức.
- Để bảo quản mẫu phân tích sau này, điều chỉnh pH mẫu xuống dưới 2 bằng axit nitric 50% (khoảng 2 mL cho mỗi lít mẫu). Nếu phân tích ngay, không cần thêm axit.
- Bảo quản mẫu ở nhiệt độ phòng tối đa 6 tháng.
- Trước khi phân tích, điều chỉnh lại pH mẫu về khoảng 3–8 bằng dung dịch natri hydroxit 5 N.
- Khi tính kết quả, hãy hiệu chỉnh cho phần pha loãng do thêm các dung dịch.

Quy trình Calmagite



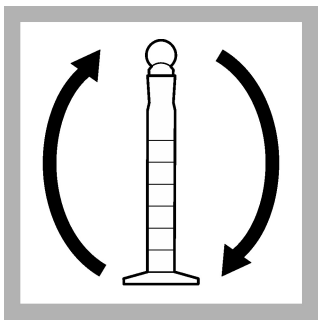
1. Khởi động chương trình **225 Độ cứng, Mg**. Để biết thêm chi tiết về ống mẫu, bộ điều hợp hoặc tấm chắn ánh sáng, hãy tham khảo Thông tin thiết bị cụ thể trang 1.
Lưu ý: *Tên chương trình có thể khác nhau tùy thiết bị, nhưng số chương trình không thay đổi.*



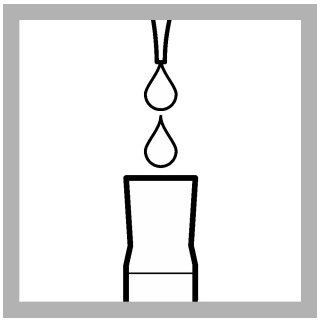
2. Đổ 100 mL mẫu vào ống trộn chia vạch 100 mL.



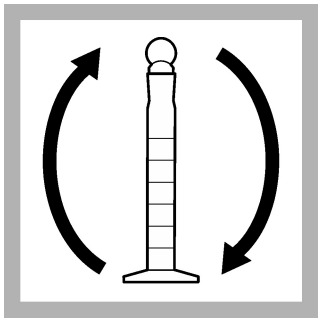
3. Dùng pipet 1,0 mL để thêm 1,0 mL Dung dịch chỉ thị Canxi và Magiê.



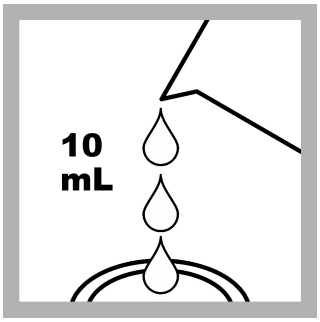
4. Đậy nắp ống trộn, sau đó lắc đảo nhiều lần để hòa trộn đều.



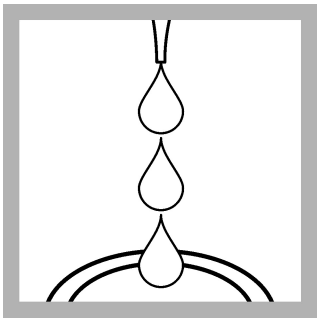
5. Dùng ống nhỏ giọt 1,0 mL để thêm 1,0 mL dung dịch kiềm vào kiểm tra Canxi và Magiê.



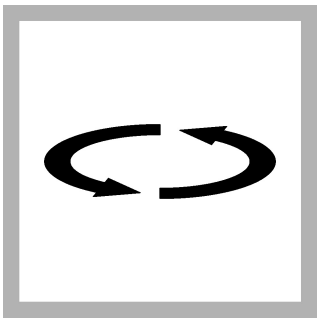
6. Đậy nút vào ống trộn. Lật ngược ống vài lần để trộn đều dung dịch.



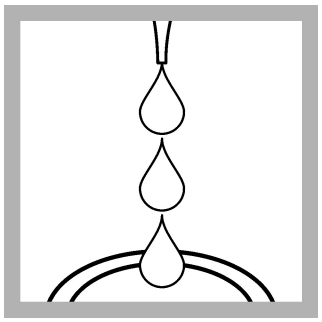
7. Rót 10 mL dung dịch vào mỗi một trong ba ống mẫu.



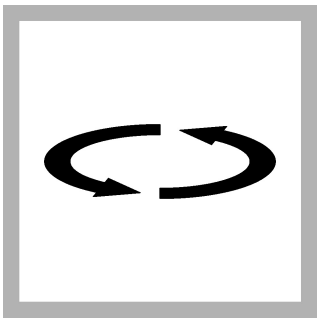
8. Chuẩn bị mẫu trắng: Thêm một giọt dung dịch EDTA 1 M vào ống mẫu đầu tiên.



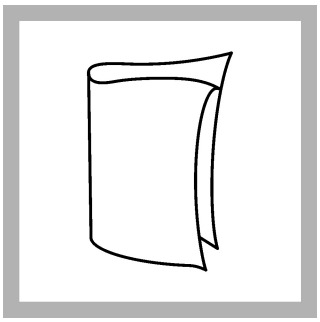
9. Lắc đều để hòa tan.



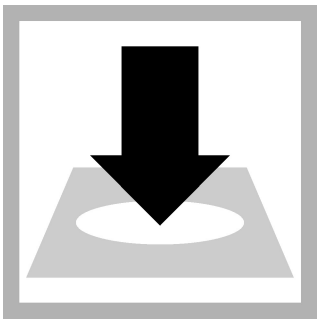
10. Mẫu magiê: Nhỏ một giọt dung dịch EGTA vào ô mẫu thứ hai.



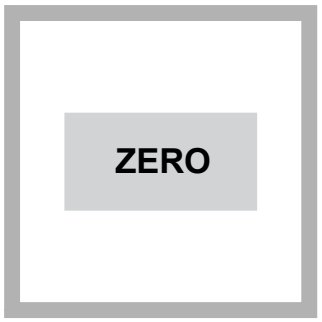
11. Lắc đều để hòa tan.



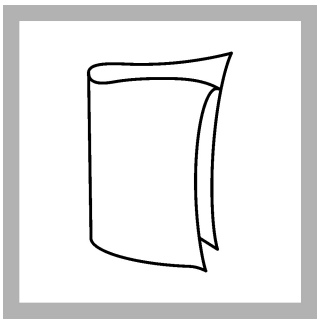
12. Làm sạch ống mẫu trắng.



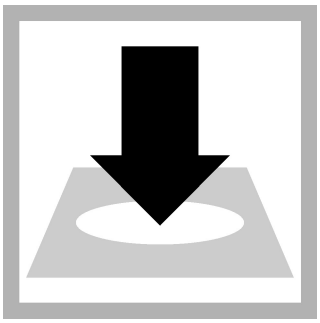
13. Đặt ống mẫu trắng vào giá đỡ.



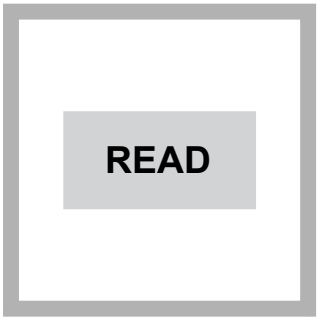
14. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị 0.00 mg/L $CaCO_3$.



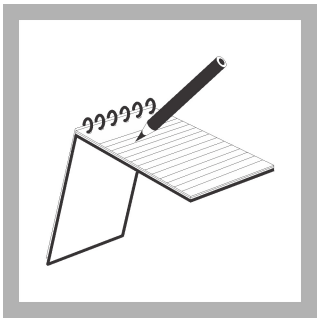
15. Làm sạch ống mẫu đã chuẩn bị.



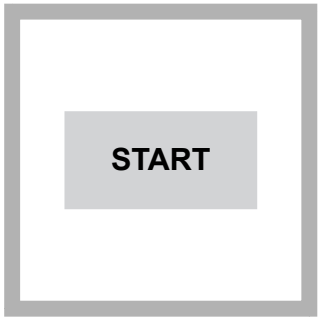
16. Mẫu magiê: Đặt ống mẫu magiê đã chuẩn bị vào giá đỡ.



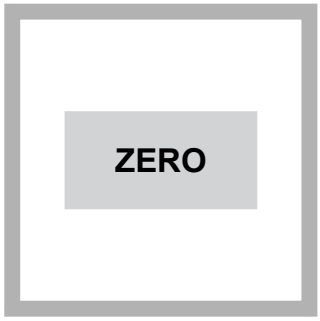
17. Nhấn **READ**. Kết quả hiển thị đơn vị mg/L magnesium dưới dạng calcium carbonate. Giá trị này là lượng magnesium trong mẫu được biểu thị bằng $CaCO_3$.



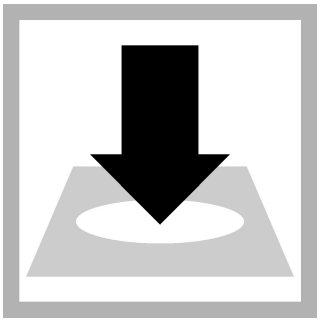
18. Không lấy ống mẫu ra khỏi thiết bị. Ghi lại hoặc chọn **STORE** để lưu kết quả magnesium trước khi thực hiện bước tiếp theo.



19. Thoát khỏi chương trình magnesium. Khởi động chương trình **220 Độ cứng, Ca**.



20. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị 0.00 mg/L $CaCO_3$.



21. **Mẫu canxi:** Đặt ống mẫu thứ ba vào giá đỡ mẫu.



22. Nhấn **READ**. Kết quả hiển thị đơn vị mg/L canxi dưới dạng calcium carbonate. Giá trị này là lượng canxi trong mẫu được biểu thị bằng $CaCO_3$.

Các yếu tố gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Ca > 1.0 mg/L; Mg > 0.25 mg/L	Để kết quả kiểm tra canxi chính xác nhất, hãy thực hiện lại với mẫu đã được pha loãng nếu nồng độ canxi vượt quá 1.0 mg/L và magiê vượt quá 0.25 mg/L tính theo $CaCO_3$. Nếu một trong hai thông số thấp hơn mức này thì không cần kiểm tra lại.
Crôm (Cr^{3+})	Trên 0.25 mg/L
Đồng (Cu^{2+})	Trên 0.75 mg/L
EDTA	Trên 0.2 mg/L tính theo $CaCO_3$
EDTA hoặc EGTA	Cặn còn lại trong ống mẫu từ các lần kiểm tra trước có thể làm sai kết quả. Hãy rửa sạch ống mẫu trước khi sử dụng.
Sắt (Fe^{2+})	Trên 1,4 mg/L
Sắt (Fe^{3+})	Trên 2,0 mg/L
Mangan (Mn^{2+})	Trên 0,20 mg/L
Kẽm (Zn^{2+})	Trên 0,050 mg/L

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp dung dịch chuẩn

Dùng phương pháp dung dịch chuẩn để xác thực quy trình thử nghiệm, hóa chất và thiết bị.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn Canxi 2.00 mg/L (tính theo CaCO3)

1. Tiến hành kiểm tra theo hướng dẫn để đo nồng độ dung dịch chuẩn.
2. So sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế.

Lưu ý: *Có thể điều chỉnh hiệu chuẩn gốc nhẹ bằng tuỳ chọn hiệu chỉnh chuẩn để thiết bị cho ra giá trị mong muốn của dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn đã điều chỉnh sẽ được sử dụng cho tất cả các kết quả thử. Điều chỉnh này giúp tăng độ chính xác khi có sự thay đổi nhỏ về hóa chất hoặc thiết bị.*

Hiệu suất phương pháp

Dữ liệu hiệu suất phương pháp dưới đây dựa trên các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm, đo bằng máy quang phổ trong điều kiện lý tưởng. Kết quả thực tế có thể khác nhau tuỳ thuộc vào điều kiện kiểm tra.

Chương trình	Tiêu chuẩn	Độ chính xác (Khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Biến động nồng độ trên mỗi 0,010 đơn vị hấp thụ thay đổi
220	2,00 mg/L Ca	1,90–2,10 mg/L Ca	0,05 mg/L Ca
225	2,00 mg/L Mg	1,92–2,08 mg/L Mg	0,05 mg/L Mg

Tóm tắt phương pháp

Phương pháp đo màu để xác định độ cứng bổ sung cho phương pháp chuẩn độ truyền thống, bởi vì phương pháp đo màu có thể xác định được nồng độ rất thấp của canxi và magiê. Ngoài ra, một số kim loại gây nhiễu trong phương pháp chuẩn độ có thể không gây nhiễu khi mẫu được pha loãng đến phạm vi phù hợp với thử nghiệm này. Thuốc chỉ thị calmagite tạo màu xanh tím trong môi trường kiềm mạnh và chuyển sang màu đỏ khi phản ứng với canxi hoặc magiê tự do.

Việc xác định canxi và magiê được thực hiện bằng cách tạo phức chelat với EGTA để loại bỏ màu đỏ của canxi, sau đó dùng EDTA để loại bỏ màu đỏ của cả canxi và magiê. Đo cường độ màu đỏ ở các trạng thái khác nhau giúp xác định nồng độ canxi và magiê. Bước sóng đo là 522 nm đối với máy quang phổ hoặc 520 nm đối với máy đo màu.

Vật tư tiêu hao và thiết bị thay thế

Hóa chất cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã hàng
Bộ hóa chất đo độ cứng, bao gồm:	—	100 lần thử	2319900
Dung dịch kiềm, dùng cho kiểm tra canxi và magiê	1 mL	100 mL MDB	2241732
Dung dịch chỉ thị canxi và magiê	1 mL	100 mL MDB	2241832
Dung dịch EDTA, 1 M	1 giọt	50 mL SCDB	2241926
Dung dịch EGTA	1 giọt	50 mL SCDB	2229726

Thiết bị cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã hàng
Xy lanh trộn, chia vạch, 100 mL, dạng cao	1	cái	2088642
Dụng cụ nhỏ giọt, nhựa định lượng 0,5 mL và 1,0 mL	2	20 cái/thùng	2124720

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã hàng
Axit Nitric, loại đậm đặc	500 mL	15249
Dung dịch chuẩn Natri Hydroxide, 5.0 N	100 mL MDB	245032
Giấy đo pH, thang 0–14	100 tờ/gói	2601300

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, 1989–2015. All rights reserved.

02/2015, Edition 10