

TIÊU CHUẨN NGÀNH

64 TCN 116:1999

CHẤT LƯỢNG NƯỚC - PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG FLORUA TRONG NƯỚC THẢI CÔNG NGHIỆP

1. PHẠM VI ÁP DỤNG

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp so màu với phức màu Ziriconi-alizarin sunfonat xác định florua.

2. PHƯƠNG PHÁP LẤY MẪU VÀ BẢO QUẢN MẪU

- Lấy mẫu theo TCVN 5999-95.
- Lượng mẫu lấy để xác định florua không ít hơn 250ml.
- Bảo quản mẫu theo TCVN 5993-95.

3. PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH

3.1 Nguyên tắc

Ion florua tạo với một phần Ziriconi của phức màu đỏ Ziriconi-alizarin-sunfonat. Sự giảm màu đỏ của phức màu đỏ tỉ lệ thuận với hàm lượng florua.

3.2 Các yếu tố cản trở

- Clorua cản trở phép xác định, loại trừ bằng cách thêm bạc sunfat vào dung dịch mẫu trước khi chưng cất.
- Sau khi chưng cất, các ion gây cản trở như sắt, nhuộm, sunfat, photphat được loại trừ.

3.3 Dụng cụ và thuốc thử

3.3.1 Dụng cụ

- Bộ chưng cất (hình 1).
- Máy đo quang, có thể dùng cuvet dày $2 \div 5$ cm, bước sóng $\lambda = 520 \div 550$ nm môi trường
- Các dụng cụ thủy tinh thông thường: bình định mức, pipet, ống đong...

3.3.2 Hoá chất

Các hoá chất sử dụng có độ tinh khiết phân tích (TKPT) hoặc tinh khiết hoá học (TKHH).

- Natri hidroxit, dung dịch 0,2N hoặc 5%.
- Cát sạch chuẩn bị như sau: lấy cát trắng rửa gạn nhiều lần, sau đó ngâm trong HCl (1:2) trong khoảng 3 đến 4 giờ, rửa gạn nhiều lần bằng nước máy và với nước cất đến hết axit theo giấy quì. Sấy khô trên bếp điện và nung 1 giờ ở 600°C .
- Bạc sunfat.
- Axit sunfuric $d = 1,84$ và dung dịch (1:2)
- Dung dịch Alizarin sunfonat 90mg/l: Hoà tan 0,0900g Alizarin sunfonat trong nước và thêm đến thể tích 1000ml.
- + Axit monocloraxetic 0,4M: Hoà tan 37,3g axit monocloraxetic trong nước và thêm đến thể tích 1000ml.
- + Trộn dung dịch axit monocloraxetic với dung dịch Natri hidroxit 0,2N theo tỉ lệ (1:1).
- Dung dịch Ziriconi clorua 0,001M: Hoà tan 0,32g $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ trong 50ml nước cất. Thêm cẩn thận 33,3ml axit sunfuric $d = 1,84$. Để nguội, thêm nước đến 1000ml. Dung dịch đựng trong chai màu, sau 1 giờ chuẩn bị có thể sử dụng được.

- Dung dịch florua tiêu chuẩn 0,1mg/ml: Hoà tan 0,221g Natri florua, đã sấy khô ở 105°C, trong nước cất, chuyển vào bình định mức 1000ml, thêm nước đến vạch, lắc kỹ.
- Dung dịch florua tiêu chuẩn 0,01mg/ml: Pha loãng 10 lần dung dịch 0,1mgF/ml.

3.4 Xây dựng đường chuẩn

Cho dung dịch florua 0,01mg/ml với thể tích tăng dần vào các bình định mức 100ml và lần lượt cho thêm các thuốc thử như trình bày trong bảng dưới đây:

Bình số	1	2	3	4	5	6	7	8
Dung dịch								
Dung dịch florua tiêu chuẩn 0,01mg/ml, ml	0	0,5	1	1,5	2	3	4	5
Nước cất, ml	89	88,5	88	87,5	87	86	85	84
Dung dịch đệm, ml	5	5	5	5	5	5	5	5
Dung dịch Alizarin sunfonat 90mg/l, ml	5	5	5	5	5	5	5	5
Ziriconi clorua 0,001M, ml	1	1	1	1	1	1	1	1
Florua tương ứng, mg/l	0	0,05	0,10	0,15	0,2	0,3	0,4	0,5

Lắc trộn cẩn thận. Sau 20 phút đo mật độ quang ở bước sóng 530nm với cuvet 5cm. Dựng đường chuẩn phụ thuộc giữa hàm lượng Florua và mật độ quang.

3.5 Cách tiến hành

3.5.1 Chuẩn cất

Nếu hàm lượng florua trong nước nhỏ hơn 0,4mg/l phải làm giàu trước như sau: Lấy 200ml nước đã lọc cho vào bát sứ, thêm 2 giọt phenolphthalein, thêm từng giọt natri hidroxit cho đến khi màu của dung dịch chuyển sang hồng, thêm ba giọt nữa. Đun nhẹ cho bay hơi đến khi còn khoảng 50ml, chuyển vào bình cất B (Hình 1).

Nếu hàm lượng florua lớn hơn 0,4mg/l, ta lấy một lượng mẫu nước sao cho trong đó chứa khoảng $0,01 \div 0,1\text{mgF}$ với thể tích không quá 100ml cho vào bình cất B.

Lần lượt cho vào bình cất B vài viên đá bọt, 0,2g cát và nếu mẫu có chứa clorua thêm $0,2 \div 0,5\text{g}$ bạc sunfat. Cho vào bình 25ml axit sunfric 1:2.

Trong bình A, cho nước đến 2/3 bình, thêm vào đó vài viên đá bọt. Đun sôi bình A. Hơi nước từ bình A bốc sang bình B, đun bình B để cất florua theo phương pháp lôi cuốn hơi nước.

Trong quá trình cất phải theo dõi nhiệt độ nghiêm ngặt để đảm bảo nhiệt độ bình cất ở $138 \div 140^\circ\text{C}$, tốc độ cất khoảng 3-5ml/phút. Khi nước ngưng đủ 100ml thì ngừng cất.

3.5.2 Phương pháp xác định

Hút một lượng mẫu sao cho lượng florua nằm trong khoảng $0,005 \div 0,05\text{mg}$. Thêm nước cất đến $70 \div 80\text{ml}$, lần lượt thêm 5ml dung dịch đệm, 5ml dung dịch Alizarin sunfonat và 1ml Ziriconi clorua. Định mức đến vạch, lắc kỹ. Sau 20 phút đo mật độ quang của dung dịch ở bước sóng 530nm, cuvet 5cm.

Có thể tiến hành so màu bằng mắt với dãy tiêu chuẩn được chuẩn bị trong ống so màu dung tích 100ml như ở mục 3.4.

3.6 Tính kết quả

Hàm lượng florua (X) biểu diễn bằng mg/l tính theo công thức:

$$X = \frac{C \cdot 1000}{\dots}$$

Trong đó:

C : hàm lượng florua tìm được theo đường chuẩn hoặc thang màu tiêu chuẩn, tính bằng mg.

V : thể tích mẫu nước lấy để phân tích, tính bằng ml.

Hình 1

THIẾT BỊ TRUNG CẤT FLO BẰNG LÔI CUỐN HƠI NƯỚC

Tailieu.vn