

Phương pháp thí nghiệm

Xác định hàm lượng ion Sun phát trong nước¹.

ASTM D 516-02

Tiêu chuẩn này được ban hành ấn định cho tiêu chuẩn D 516, chữ số ngay đằng sau tên tiêu chuẩn chỉ ra năm mà tiêu chuẩn gốc được thông qua hoặc, trong trường hợp sửa đổi, là năm của phiên bản cuối cùng. Chữ số trong ngoặc đơn là năm phê chuẩn cuối cùng. Chữ cái Hi Lạp chỉ ra sự thay đổi biên tập khi có sự sửa đổi hay phê chuẩn cuối cùng.

1 PHẠM VI ÁP DỤNG

- 1.1 Phương pháp thí nghiệm đo độ đục mô tả quy trình xác định hàm lượng ion Sun phát trong nước dao động trong khoảng 1 đến 40mg/l ion Sunphát (SO_4^-)
- 1.2 Phương pháp thí nghiệm này đã ứng dụng thành công khi nghiên cứu nước uống, nước ngầm và nước bề mặt. Đây là trách nhiệm của người sử dụng để bảo đảm tính hợp lệ của phương pháp cho hệ thống nước chưa được kiểm tra.
- 1.3 *Tiêu chuẩn này không có mục đích chỉ dẫn cho tất cả các vấn đề bảo hộ, nếu có, được kết hợp với cách sử dụng. Đây là trách nhiệm của người sử dụng tiêu chuẩn này để thành lập các bước thực hành tương ứng an toàn, đúng kỹ thuật và xác định khả năng ứng dụng những giới hạn quy định trước khi sử dụng.*

2 TÀI LIỆU VIỆN DẪN

2.1 Tiêu chuẩn ASTM:

- D 1066 Quy trình lấy mẫu bốc hơi².
- D 1129 Các thuật ngữ liên quan đến nước.
- D 1192 Tiêu chuẩn kỹ thuật của thiết bị lấy mẫu nước và mẫu bốc hơi trong đường dẫn kín.
- D 1193 Tiêu chuẩn kỹ thuật của nước thử.
- D 2777 Quy trình xác định Độ chính xác và sai số của Phương pháp D 19 trong nước.
- D 3370 Quy trình lấy mẫu nước trong đường dẫn kín.
- D 5847 Quy trình quản lý chất lượng ghi chép của phương pháp thí nghiệm chuẩn trong phân tích nước.
- E 60 Quy trình trắc quang và phổ quang trong phân tích hoá học của kim loại
- E 275 Quy trình mô tả và quan trắc phổ bức xạ tử ngoại, phổ nhìn thấy được, và phổ hồng ngoại gần.

¹ Thí nghiệm này được kiểm tra bởi Hội đồng ASTM D19 trong nước và được chịu trách nhiệm trực tiếp bởi Tiểu ban D 19.05 về thành phần chất hữu cơ trong nước

² Sách hướng dẫn tiêu chuẩn ASTM, Tập 11.01

3 THUẬT NGỮ

- 3.1 Định nghĩa-Các định nghĩa sử dụng trong phương pháp thử này tham khảo trong tiêu chuẩn D 1129
-

4 TÓM TẮT PHƯƠNG PHÁP THÍ NGHIỆM

- 4.1 Ion Sunphát biến đổi thành dung dịch huyền phù Bari Sunphát dưới điều kiện kiểm soát. Dung dịch chứa chất glycerin và Clorua Natri được thêm vào để giữ huyền phù ổn định và hạn chế sự giao thoa. Kết quả đo độ đục được xác định bằng dụng cụ đục kế khuếch tán, phổ quang kế, hoặc sắc kế quang điện và được so sánh với đường cong tạo từ dung dịch Sunphát chuẩn.
-

5 Ý NGHĨA VÀ SỬ DỤNG

- 5.1 Việc xác định hàm lượng Sunphát rất quan trọng bởi vì chúng đã được ghi nhận rằng khi sự có mặt của ion này vượt quá 205mg/l trong nước uống, sẽ gây ra phản ứng tẩy (đặc biệt đối với trẻ em) khi có mặt Natri và Magiê, và làm cho nước có vị khó chịu.
-

6 SỰ GIAO THOA

- 6.1 Vấn đề huyền phù không tan trong mẫu phải được bỏ qua. Sắc tối không thể được cân bằng trong quá trình giao thoa với quá trình quan trắc huyền phù BaSO₄.
- 6.2 Hàm lượng ion Phốtphát 1mg/l sẽ ngăn cản sự kết tủa BaSO₄ gây ra sự giao thoa âm. Hàm lượng ion Phốtphát có mặt với nồng độ thấp, phụ thuộc vào loại phốt pho, đều gây ra sự giao thoa âm. Hàm lượng Silicat vượt quá 500mg/l có thể kết tủa với Bari Sunphát gây giao thoa dương. Clorua vượt quá 500mg/l sẽ gây ra giao thoa âm. Nhôm, chất trùng hợp (polymer), và một lượng lớn vật liệu hữu cơ có trong mẫu thử có thể gây ra sự kết tủa không đồng đều của BaSO₄. Sự có mặt của vật liệu hữu cơ chứa vi khuẩn có thể giảm hàm lượng Sunphát thành Sunfit. Để hạn chế phản ứng của Sunphát giảm do vi khuẩn, mẫu nên được làm lạnh ở 4°C khi có mặt vi khuẩn trong huyền phù.
- 6.3 Mặc dù các ion khác thường được tìm thấy trong nước không xuất hiện giao thoa, thì việc hình thành huyền phù BaSO₄ là rất nghiêm trọng. Những xác định còn nghi ngờ được kiểm tra bằng phương pháp trong lực trong một số trường hợp hoặc bằng quy trình đề xuất trong Chú thích 2.
-

7 DỤNG CỤ

- 7.1 Quang kế – một trong những loại được đưa ra trong danh sách ưu tiên sử dụng.
- 7.1.1 Huyền phù kế hoặc đục kế.
- 7.1.2 Phổ quang kế sử dụng cho phổ 420nm với vạch sáng 4 đến 5cm.

- 7.1.3 Quang kế lọc với bộ lọc sắc tím đo giá trị phổ lớn nhất gần 420nm và vạch sáng từ 4 đến 5cm.
- 7.2 Đồng hồ bấm giây, nếu thanh sắt từ không được trang bị với thiết bị đo thời gian chính xác.
- 7.3 Thìa đồng, dung tích 0.2 đến 0.3ml.
- 7.4 Quang kế lọc và trắc quang sử dụng trong phương pháp thí nghiệm này phù hợp với tiêu chuẩn E 60, Phổ quang kế phù hợp với tiêu chuẩn E 275.

8 CHẤT THỬ

- 8.1 Độ tinh khiết của chất thử – Loại chất thử hóa học được sử dụng trong tất cả các thí nghiệm. Nếu không có chỉ dẫn, thì các chất thử được sử dụng sẽ phù hợp với các điều kiện kỹ thuật của Hội đồng thẩm định về Phân tích chất thử của Hội đồng Hóa học Mỹ. Nếu loại khác được sử dụng, thì đầu tiên phải chứng minh được chất thử sử dụng có độ tinh khiết đủ cao được phép sử dụng không giảm tính chính xác của cách xác định.
- 8.2 Độ tinh khiết của nước – Nếu không có sự chỉ dẫn, yêu cầu đối với nước sẽ được hiểu theo nghĩa nước thử đáp ứng đặc tính kỹ thuật của tiêu chuẩn D1193, Loại I. Nếu loại khác được sử dụng, thì đầu tiên phải chứng minh được chất thử sử dụng có độ tinh khiết đủ cao được phép sử dụng không có những ảnh hưởng xấu đến độ chính xác và độ lệch của phương pháp thí nghiệm. Nước loại II được thiết lập tại thời điểm thử robin quay của quy trình thí nghiệm này.
- 8.3 Bari Clorua – Tinh thể của Bari Clorua được sàng lọc qua qua lưới 20 đến 30. Để chuẩn bị trong phòng thí nghiệm, rắc tinh thể trên một đĩa thủy tinh lớn, sấy trong vòng 24 giờ, sàng lại để loại bỏ những tinh thể không nằm trong khoảng 20 đến 30, sau đó trữ trong bình sạch và khô.
- 8.4 Chất thử xử lý – lấy 30ml axit HCl, 300ml nước thử, 100ml rượu etynol 95% và 75g NaCl vào bình chứa, thêm 50ml glycerin và trộn đều
- 8.5 Dung dịch Sunphat chuẩn – Hòa tan 0,1479g Na_2SO_4 vào nước và pha loãng thành 1l trong bình chứa.

9 LẤY MẪU

- 9.1 Lựa chọn mẫu theo tiêu chuẩn D 1066, Yêu cầu kỹ thuật D 1192, và tiêu chuẩn D 3370.

10 HIỆU CHUẨN

- 10.1 Thực hiện theo quy trình trong mục 11, sử dụng toàn bộ dung dịch Sunphats chuẩn bị trong mục 8.5 và chuẩn bị một đường cong tham chiếu chỉ hàm lượng ion Sunphat theo mg/l được vẽ tương ứng với số đọc trên quang kế (Chú thích 1). Mẫu chuẩn được chuẩn bị bằng cách pha loãng với nước 0.0, 2.0, 5.0, 10.0, 20.0, 30.0 và 40.0 ml

dung dịch Sunphat chuẩn thành 100ml trong bình chứa. Các bình dung dịch này có hàm lượng ion Subphat tương ứng là 0.0, 2.0, 5.0, 10.0, 20.0, 30.0 và 40.0 mg/l (ppm).

Chú thích 1 – Đường cong tham chiếu riêng được chuẩn bị cho mỗi quang kế và một đường mới phải được chuẩn bị nếu cần thiết thay đổi bộ phận cảm biến, đèn, hoặc bộ phận lọc, hoặc bất kỳ thay đổi nào của thiết bị hoặc chất thử. Kiểm tra đường cong với loạt thử hai hoặc nhiều hơn hai dung dịch sunphat.

11 TRÌNH TỰ

11.1 Lọc mẫu nếu bị đục, giữ nhiệt độ từ 15°C đến 30°C.

11.2 Lấy vào cốc nhỏ có dung tích 250ml một lượng 100ml hoặc ít hơn mẫu sạch có chứa 0.5 đến 4mg ion Sunphat (Chú thích 2). Pha loãng với nước nếu cần, và thêm 5.0ml chất thử xử lý (chú thích 1)

Chú thích 2 – Dung dịch BaSO₄ khó xác định nồng độ sunphat dưới 5mg/l. Điều đó có thể khắc phục bằng cách xác định nồng độ mẫu hoặc thêm 5ml dung dịch sunphat chuẩn vào mẫu trước khi pha loãng thành 100ml. Sau đó thêm 0.5mg S₀₄ vào mẫu, phải trừ đi khi tính kết quả cuối cùng.

11.3 Trộn đều bằng dụng cụ khuấy.

11.4 Trong khi dung dịch đang được trộn cho thêm thìa BaCl dạng tinh thể (0.3g) và bắt đầu đo thời gian ngay lập tức.

11.5 Khuấy chính xác trong 1 phút với tốc độ không đổi.

Chú thích 3 – Quá trình khuấy phải giữ tốc độ không đổi. Sử dụng dụng cụ khuấy từ sẽ đáp ứng được yêu cầu này.

11.6 Ngay sau khi thao tác khuấy kết thúc, rót dung dịch vào bình và đo độ đục với khoảng cách mỗi lần 30giây trong 4 phút. Ghi lại số đọc lớn nhất đạt được trong 4 phút đo.

11.7 Nếu mẫu còn có màu và đục, thực hiện lại theo quy trình từ 11.2 đến 11.6 không cho thêm Bari Clorua.

11.8 Nếu có hiện tượng giao thoa gây huyền phù, pha loãng mẫu với một lượng nước tương ứng, và xác định lại nồng độ Sunphat. Nếu giá trị vừa xác định chỉ bằng nửa trước khi pha loãng, sự giao thoa coi như được bỏ qua.

12 TÍNH TOÁN

12.1 Đổi chỉ số đọc từ quang kế sang đơn vị mg/l ion Sunphat bằng cách sử dụng đường cong hiệu chuẩn trình bày trong mục 10.

13 ĐỘ CHÍNH XÁC VÀ SAI SỐ

- 13.1 Dữ liệu về độ chính xác và sai số được trình bày trong thí nghiệm này phù hợp với yêu cầu trong Quy trình D 2777 – 86.
- 13.2 Độ chính xác của toàn bộ quy trình và riêng từng thao tác của phương pháp thí nghiệm này, với phạm vi thiết kế, dao động với số lượng được thí nghiệm trong bảng 1 đối với nước thử và bảng 2 đối với nước uống, nước ngầm và nước bề mặt.
- 13.2.1 Bảy điểm thí nghiệm riêng xung quanh robin ở ba cấp độ làm thành ba lần, tạo thành 21 điểm quan trắc ở mỗi cấp độ đối với nước thử và nước hỗn hợp (nước uống, nước ngầm, nước mặt).
- 13.3 Khôi phục lại tổng khối lượng Sunphat đã biết từ nước thử và nước uống, nước ngầm, và nước bề mặt như chỉ ra trong bảng 3.
- 13.3.1 Lập bảng tính sai số của phương pháp thử thông qua giới hạn nồng độ được áp dụng có thể tìm được từ bảng 4.
- 13.3.2 Những dữ liệu thí nghiệm tổng hợp đạt được là từ nước thử và nước tự nhiên. Đối với hệ khác (metrices) khác, dữ liệu không được áp dụng.
- 13.4 Độ chính xác và sai số của phương pháp thí nghiệm này phù hợp với tiêu chuẩn D 2777-86. Từ điều kiện trong mục 1.4 của tiêu chuẩn D 2777-98, dữ liệu về độ chính xác phù hợp với các yêu cầu nghiên cứu trong phòng thí nghiệm của phương pháp thí nghiệm D 19.

14 QUẢN LÝ CHẤT LƯỢNG (QC)

- 14.1 Những thông tin về quản lý chất lượng dưới đây được đề xuất để xác định hàm lượng ion Sunphua trong nước:
- 14.1.1 Thiết bị nên được điều chỉnh bằng cách sử dụng ít nhất một trong 4 hiệu chỉnh chuẩn và một hiệu chỉnh trống. Hệ số tương quan hiệu chỉnh sẽ bằng hoặc cao hơn 0.990. Điền vào phiếu hiệu chỉnh trống, phiếu hiệu chỉnh trống được phân tích đến cuối của mỗi đợt thí nghiệm để đảm bảo sự nhiễm bẩn không xảy ra trong quá trình phân tích.
- 14.1.2 Giá trị kiểm tra thiết bị chuẩn nên được phân tích với tần số nhỏ nhất là 10% toàn bộ đợt thí nghiệm. Giá trị của chuẩn của thiết bị nên nằm giữa 80 và 120% của giá trị thực.
- 14.1.3 Hai phiếu thí nghiệm trống nên được chuẩn bị đảm bảo đủ thông tin được trình bày ít nhất có 7 lần phân tích lặp đi lặp lại. Độ lệch chuẩn của phiếu trống được dùng để xác định nồng độ nhỏ nhất đo được của mỗi mẫu và quản lý trong mỗi đợt.

Bảng 1. Độ khoáng hóa tổng chuẩn (S_T) và riêng (S_o). Độ lệch của nồng độ trung bình trong phòng thí nghiệm. Phục hồi hàm lượng Sunphát từ nước thử^A

Nồng độ trung bình (%) mg/l	Độ lệch chuẩn, mg/l	
	S_T	S_o
6.6	0.6	0.1
20.4	1.0	0.4
63.7	2.5	1.3

^A Nồng độ sử dụng gần 40mg/l. Thí nghiệm tại mức 63.9 được thực hiện bằng cách pha loãng như trình bày trong mục 11.2.

Bảng 2. Độ khoáng hóa tổng chuẩn (S_T) và riêng (S_o). Độ lệch của nồng độ trung bình trong phòng thí nghiệm. Phục hồi hàm lượng Sunphát từ nước uống, nước ngầm, nước bề mặt^A

Nồng độ trung bình (%) mg/l	Độ lệch chuẩn, mg/l	
	S_T	S_o
6.9	0.7	0.6
20.2	2.2	1.8
63.3	4.5	1.6

^A Nồng độ sử dụng gần 40mg/l. Thí nghiệm tại mức 63.9 được thực hiện bằng cách pha loãng như trình bày trong mục 11.2.

Bảng 3. Xác định sai số^A

	Tổng hàm lượng thêm mg/l	Tổng hàm lượng tìm được mg/l	\pm Độ lệch	\pm Độ lệch (%)	Tình trạng thỏa mãn tại mức 5% (± 0.05)
Nước thử	20.8	20.4	-0.4	-1.9	no
	63.9	63.7	-0.2	-0.2	no
	7.0	6.6	-0.4	-5.3	no
Nước hỗn hợp	20.8	20.2	-0.6	-2.7	no
	63.9	63.3	-0.6	-0.9	no
	7.0	6.9	-0.1	-1.8	no

^A Nồng độ sử dụng gần 40mg/l. Thí nghiệm tại mức 63.9 được thực hiện bằng cách pha loãng như trình bày trong mục 11.2.

Bảng 4. Độ khoáng hóa tổng chuẩn (S_T) và riêng (S_o). Độ lệch của nồng độ trung bình trong phòng thí nghiệm. Phục hồi hàm lượng Sunphát từ nước thử, nước uống, nước ngầm, nước bề mặt^A

Nồng độ trung bình (%) mg/l	Hàm lượng Sunphát trung bình phục hồi, mg/l	
	Nước thử (S_T)	Nước hỗn hợp (S_o)
7.0	6.6 (0.5)	6.9 (0.7)
20.8	20.4 (1.0)	20.2 (2.2)
63.9	63.7 (2.5)	63.3 (4.5)

^A Nồng độ sử dụng gần 40mg/l. Thí nghiệm tại mức 63.9 được thực hiện bằng cách pha loãng như trình bày trong mục 11.2.

14.1.4 Một phòng quản lý mẫu nên phân tích mỗi mẻ mẫu với tần suất nhỏ nhất là 10%.

14.1.5 Nếu QC đối với các đợt mẫu không thành lập được giới hạn quản lý, thì phân tích lại mẫu hoặc kết quả chất lượng với dấu hiệu tương xứng hoặc cả hai (xem quy trình D 5847)

14.1.6 Mẫu kiểm tra không rõ nên được thẩm định bởi cơ quan bên ngoài để xác định khả năng thực hiện của phòng thí nghiệm.

15 CÁC TỪ KHÓA

15.1 Nước uống, nước ngầm, Sunphat, nước bề mặt, độ đục.

PHỤ LỤC

X1.1 Phương pháp trọng lực:

X1.1.1 Phương pháp thí nghiệm này bị gián đoạn vào năm 1988, có thể tham khảo trong Sách hướng dẫn tiêu chuẩn ASTM, tập 11.01. Phương pháp này xuất bản lần đầu tiên năm 1938.

X1.1.2 Phương pháp thí nghiệm này bao gồm việc xác định hàm lượng Sunphát trong nước và nước thải. Mẫu có nồng độ Sunphát từ 20 đến 100mg/l được dùng để thí nghiệm

X1.1.3 Sunphát kết tủa được xác định khối lượng như Bari Clorua sau khi loại bỏ Silicat và các chất không hòa tan.

X1.1.4 Phương pháp thí nghiệm này bị gián đoạn do không đủ phòng thí nghiệm tham gia nghiêm cứu mối tương quan để đạt được độ chính xác và sai số yêu cầu theo quy trình D 2777.

X1.2 Phân tích thể tích:

X1.2.1 Phương pháp thí nghiệm này gián đoạn vào năm 1988, có thể tìm thấy trong sách hướng dẫn tiêu chuẩn ASTM, tập 11.01. Phương pháp này ban hành lần đầu tiên năm 1959 một cách không chính quy, và phương pháp sơ đẳng xuất bản năm 1980 là Phương pháp thí nghiệm D 516.

X1.2.2 Phương pháp thí nghiệm này bao gồm việc xác định hàm lượng Sunphát trong nước công nghiệp. Mẫu có nồng độ Sunphát từ 5 đến 1000mg/l được dùng để thí nghiệm.

X1.2.3 Sunphát được chuẩn độ trong dung dịch rượu trong điều kiện axit với dung dịch Bari Clorua dùng chất Thori làm chỉ thị

X1.2.4 Phương pháp thí nghiệm này bị gián đoạn do không đủ phòng thí nghiệm tham gia nghiêm cứu mối tương quan để đạt được độ chính xác và sai số yêu cầu theo quy trình D 2777.