

!	NƯỚC THẢI	!	TCVN	!
!	Phương pháp xác định độ oxy hoà tan	!	4564- 88	!
!	Вода сточная.	!	Waste water	!
!	Метод определения	!	Method for the	!
!	содержания раство-	!	determination of	!
!	прямого кислорода.	!	dissolved oxygen	!
!		!	content (D.O)	!

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp Winkler xác định độ oxy hoà tan trong nước thải.

1 . PHƯƠNG PHÁP LẤY MẪU

1.1. Lấy mẫu theo TCVN 4556 - 88

1.2. Mẫu để xác định oxy lấy vào chai Winkler hoặc chai nút mài có dung tích khoảng 250 ÷ 300 ml. Khi lấy mẫu phải cẩn thận, cho nước chảy từ từ vào miệng chai, cầm nghiêng, không được làm đục nước, không được để bọt khí sục vào trong chai, lấy nước vào tràn đầy miệng chai rồi cố định mẫu ngay bằng hai dung dịch sau :

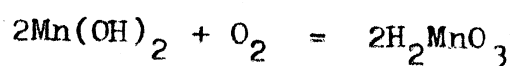
- Dung dịch natri hidroxit và kali iodua ;
- Dung dịch mangan clorua ($MnCl_2$) 42 % hoặc mangan sunfat ($MnSO_4$) 42 % .

Dùng pipet lấy 2 ml dung dịch (a) rồi 2 ml dung dịch (b) lần lượt đưa xuống tận đáy chai. Đậy nút bình lại . Lắc đều. Nước đã cố định có thể để được một tuần .

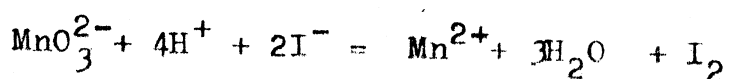
2. PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH

2.1. Nguyên tắc

Khi thêm vào nước thải một lượng muối của mangan Mn^{++} và natri hidroxít tạo ra tủa mangan II hidroxít. Hidroxít đó tác dụng với oxy hoà tan trong nước tạo thành kết tủa axit manganíc.



Khi thêm vào chai một lượng axit clohydric (hay axit sunfuric H_2SO_4) sẽ xảy ra phản ứng hoà tan kết tủa.



Iốt tách ra sẽ được chuẩn độ bằng natri hiposunfit. Iốt giải phóng nhiều hay ít phụ thuộc vào lượng oxy hoà tan trong nước.

2.2. ảnh hưởng cản trở

Nitrit vượt quá 0,1 mg/l, sắt Fe^{++} , sắt Fe^{+++} , sunfát, thiosunfat gây cản trở khi xác định.

Chất hữu cơ có hàm lượng cao bị oxy hoá bởi iốt sẽ làm sai kết quả.

2.3. Dụng cụ và thuốc thử

2.3.1. Dụng cụ

Chai Winkler, chai nút mài, pipét burét, bình nón.

2.3.2. Thuốc thử

Dung dịch để cố định oxy

a) Dung dịch A gồm

Natri hidroxit, tinh khiết 33 g ;
Kali iodua, tinh khiết 10 g ;
Nước cất vừa đủ 100 ml .

b) Dung dịch B gồm

Mangan clorua ($MnCl_2$) tinh khiết 42 g ;
Nước cất vừa đủ 100 ml;
Axit clohydric đặc $d = 1,18$ hoặc axit sunfuric
 H_2SO_4 đặc;
Natri thiosunfat dung dịch 0,1 N chuẩn bị
như sau :

Hoà tan 24,8 g natri thiosunfat $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ tinh
khiết để phân tích trong nước cất, thêm nước cất đến đủ
1000 ml. Muốn bảo quản cho thêm 0,3 g thuỷ ngân xyanua và
1,6 g natri borat. Điều chỉnh dung dịch cho đúng nồng độ
0,1 N như sau :

Trong bình nón cho các thuốc thử như sau :

Kali iodua	10 %	10 ml
Kali iodat	5 %	5 ml

Thêm chính xác 10 ml axit sunfuric H_2SO_4 0,1 N (từ
dung dịch chuẩn).

Giỏ từ buret xuống dung dịch natri thiosunfat và chỉ
thị màu là hồ tinh bột. Ghi số thể tích ml dung dịch đã
tiêu thụ (n). Nếu dung dịch pha đúng, n sẽ là 10 ml.

Dung dịch hồ tinh bột 1 % .

2.4. Tiến hành xác định

Cho vào mẫu nước đã được cố định (phần lấy mẫu) 2 ml
axit clohydric HCl đặc. Lấy bình định mức dung 100 hay 200ml

nước đó đem chuẩn độ phần được tách ra bằng natri thiosunfat với chỉ thị màu là hồ tinh bột. Ghi số thể tích ml natri thiosunfat đã dùng .

2.5. Cách tính kết quả

Nồng độ oxy hoà tan trong nước thải (X) tính bằng mg/l theo công thức :

$$X = \frac{n \times t \times 8 \times 1000}{V}$$

Trong đó

- n - lượng dung dịch natri thiosunfat đã tiêu tốn để chuẩn độ , ml ;
- t - nồng độ của dung dịch natri thiosunfat ;
- V - thể tích nước lấy để phân tích, ml ;
- 8 - đương lượng gam của oxy .

Chú thích . Để đánh giá đúng kết quả, khi xác định oxy hoà tan phải theo dõi nhiệt độ và so sánh kết quả xác định được với bảng "độ hoà tan của oxy trong nước ở nhiệt độ khác nhau và ở áp suất 760 mmHg" ở phần phụ lục tiêu chuẩn này .

Độ hoà tan của oxy trong nước ở các nhiệt độ khác nhau và ở áp suất 760 mmHg

Nhiệt độ!	mg/lít	Nhiệt độ!	mg/lít	Nhiệt độ!	mg/lít
0,0	14,70	10,5	11,35	20,5	9,31
0,5	14,50	11,0	11,23	21,0	9,23
1,0	14,30	11,5	11,11	21,5	9,14
1,5	14,11	12,0	10,99	22,0	9,06
2,0	13,92	12,5	10,87	22,5	8,98
2,5	13,74	13,0	10,76	23,0	8,91
3,0	13,56	13,5	10,65	23,5	8,83
3,5	13,39	14,0	10,54	24,0	8,76
4,0	13,22	14,5	10,43	24,5	8,69
4,5	13,05	15,0	10,33	25,0	8,62
5,0	12,89	15,5	10,23	25,5	8,55
5,5	12,73	16,0	10,13	26,0	8,48
6,0	12,58	16,5	10,03	26,5	8,41
6,5	12,43	17,0	9,93	27,0	8,35
7,0	12,29	17,5	9,83	27,5	8,28
7,5	12,14	18,0	9,74	28,0	8,22
8,0	12,00	18,5	9,65	28,5	8,16
8,5	11,86	19,0	9,56	29,0	8,10
9,0	11,73	19,5	9,47	29,5	8,04
9,5	11,60	20,0	9,39	30,0	7,98
10,0	11,47				