**BỘ GIAO THÔNG VẬN TẢI BỘ GIÁO DỤC VÀ ĐÀO TẠO**

**TRƯỜNG ĐẠI HỌC HÀNG HẢI VIỆT NAM**



**Nguyễn Hoàng Ngọc Ánh- 97712 – KMT63ĐH**

**BÁO CÁO THỰC HÀNH**

**Học phần: Quan trắc và xử lý số liệu môi trường**

LỚP: KMT63ĐH – VIỆN MÔI TRƯỜNG

NGÀNH: KỸ THUẬT MÔI TRƯỜNG

Người hướng dẫn: ThS. Nguyễn Thị Thu

HẢI PHÒNG – 2024

**DĐ**

MỤC LỤC

[PHẦN 1. Phần I: Quy trình thao tác chuẩn (SOP) 4](#_Toc186014408)

[**1.1.** **Quy trình thao tác chuẩn (SOP) về xác định pH trong mẫu đất.** 4](#_Toc186014409)

[1.1.1 Phạm vi áp dụng 4](#_Toc186014410)

[1.1.2. Giới thiệu chung về phương pháp 4](#_Toc186014411)

[1.1.3. Lấy mẫu và bảo quản 4](#_Toc186014412)

[1.1.4. Các yếu tố ảnh hưởng 5](#_Toc186014413)

[1.1.5. Thiết bị, dụng cụ 5](#_Toc186014414)

[1.1.6. Hoá chất và chất chuẩn 6](#_Toc186014415)

[1.1.7. Cách tiến hành 6](#_Toc186014416)

[1.1.8. Dữ liệu phân tích và tính toán kết quả 8](#_Toc186014417)

[1.1.9. Kiểm soát chất lượng 8](#_Toc186014418)

[**2.** **Quy trình thao tác chuẩn (SOP) về phân tích độ cứng của nước trong mẫu nước ngầm** 9](#_Toc186014419)

[1.2.1 Phạm vi áp dụng 9](#_Toc186014420)

[1.2.2. Giới thiệu chung về phương pháp 9](#_Toc186014421)

[*1.2.3.* ***Lấy mẫu và bảo quản*** 9](#_Toc186014422)

[1.2.4. Các yếu tố ảnh hưởng 12](#_Toc186014423)

[1.2.5. Thiết bị và dụng cụ 13](#_Toc186014424)

[1.2.6. Hóa chất và chất chuẩn 13](#_Toc186014425)

[1.2.7. Quy trình phân tích 13](#_Toc186014426)

[1.2.7.2. Chuẩn bị mẫu 14](#_Toc186014427)

[1.2.7.3. Phân tích mẫu 14](#_Toc186014428)

[1.2.8. Dữ liệu và tính toán kết quả 14](#_Toc186014429)

[1.2.9. Kiểm soát chất lượng 15](#_Toc186014430)

[1.1. 1.3. Quy trình thao tác chuẩn (SOP) về phân tích COD trong mẫu nước mặt. 16](#_Toc186014431)

[1.3.1. Phạm vi áp dụng 16](#_Toc186014432)

[1.3.2. Giới thiệu chung về phương pháp 16](#_Toc186014433)

[1.3.3 Lấy mẫu và bảo quản 16](#_Toc186014434)

[1.3.4. Các yếu tố ảnh hưởng 17](#_Toc186014435)

[1.3.5. Thiết bị dụng cụ 17](#_Toc186014436)

[1.3.6. Hóa chất và chất chuẩn 17](#_Toc186014437)

[1.3.7. Quy trình thực hiện 18](#_Toc186014438)

[1.3.8. Dữ liệu phân tích và tính toán kết quả 19](#_Toc186014439)

[1.3.9. Kiểm soát chất lượng 20](#_Toc186014440)

[1.2. Xác định COD trong mẫu nước mặt 20](#_Toc186014441)

[2.2.1. Chuẩn bị mẫu 20](#_Toc186014442)

[2.2.2. Quá trình phân tích 20](#_Toc186014443)

[1.3. 2.3. Xác định độ cứng MDL 21](#_Toc186014444)

[2.3.1. Chuẩn bị mẫu 21](#_Toc186014445)

[2.3.2. Quá trình phân tích 22](#_Toc186014446)

[2.3.3. Kết quả 22](#_Toc186014447)

[PHẦN 2. Phần II: Thực nghiệm 24](#_Toc186014448)

[2.1. Xác định COD trong mẫu nước mặt 24](#_Toc186014449)

[2.1.1. Chuẩn bị mẫu 24](#_Toc186014450)

[2.1.2. Quá trình phân tích 24](#_Toc186014451)

[2.2. Xác định độ cứng MDL 25](#_Toc186014452)

[2.2.1. Chuẩn bị mẫu 25](#_Toc186014453)

[2.2.2. Quá trình phân tích 26](#_Toc186014454)

[2.2.3. Kết quả 26](#_Toc186014455)

[2.3. Xác định pH trong mẫu đất 27](#_Toc186014456)

[2.3.1 Chuẩn bị mẫu 27](#_Toc186014457)

[2.3.2 Quá trình phân tích (mô tả ngắn gọn, rõ ràng quá trình phân tích) 27](#_Toc186014458)

[2.3.3 Kết quả 27](#_Toc186014459)

[2.4. Xác định độ lặp lại 27](#_Toc186014460)

[2.4.1 Chuẩn bị mẫu 27](#_Toc186014461)

[2.4.2 Quá trình phân tích 28](#_Toc186014462)

[2.5. Xác định độ cứng OH 29](#_Toc186014463)

[2.5.1. Chuẩn bị mẫu 29](#_Toc186014464)

[2.5.2 Quá trình thực hiện 29](#_Toc186014465)

[2.5.3. Kết quả 29](#_Toc186014466)

[PHẦN 3. Phần III: Kết luận 31](#_Toc186014467)

# Phần I: Quy trình thao tác chuẩn (SOP)

* 1. **Quy trình thao tác chuẩn (SOP) về xác định pH trong mẫu đất.**
     1. Phạm vi áp dụng
* TCVN 5979:2007 quy định phương pháp xác định pH sử dụng điện cực thủy tinh trong huyền phù 1.5 (phần thể tích) của đất trong nước (pH trong H2O), trong dung dịch 1 mol/l kali clorua (pH trong KCl) hoặc trong dung dịch 0,01 mol/l canxi clorua (pH trong CaCl2).
* Tiêu chuẩn này áp dụng cho tất cả các loại mẫu đất làm khô ngoài không khí
* Quy trình được thực hiện tại phòng thí nghiệm bộ môn kỹ thuật môi trường trường Đại học Hàng Hải Việt Nam.

### 1.1.2. Giới thiệu chung về phương pháp

* Phương pháp đo pH trong đất bằng huyễn phù là một kỹ thuật được sử dụng phổ biến trong phòng thí nghiệm để xác định độ pH của mẫu đất. Phương pháp này dựa trên việc hoá trộn mẫu đất với nước để tạo thành một huyền phũ lỏng. Độ pH của huyễn phù được đo bằng máy đo pH phản ánh tính chất hoá học của đất, cho biết đất có tính axit, trung tính hay kiềm.

### 1.1.3. Lấy mẫu và bảo quản

a, Lấy mẫu đất

* Chọn vị trí: Xác định các vị trí lấy mẫu đại diện cho khu vực nghiên cứu, tránh lấy mẫu ở những nơi bị ảnh hưởng bởi tác động ngoại lai (như gần đường đi, khu vực phân bón, v.v.).
* Phương pháp lấy mẫu:
* Sử dụng công cụ lấy mẫu sạch (xẻng, cuốc, hoặc thiết bị lấy mẫu chuyên dụng).
* Lấy mẫu từ độ sâu khoảng 0-20 cm cho đất mặt và 20-40 cm cho đất sâu hơn, tùy theo mục đích nghiên cứu.
* Lấy ít nhất 5-10 điểm mẫu trong một khu vực, sau đó trộn đều để có mẫu đại diện.
* Đóng gói mẫu:
* Đặt mẫu vào túi hoặc hộp sạch, không chứa hóa chất.
* Ghi rõ thông tin về vị trí, thời gian lấy mẫu và các điều kiện thời tiết (nếu cần).

b, Bảo quản mẫu

* Bảo quản ngắn hạn:
* Nếu phân tích sẽ thực hiện trong vòng 24-48 giờ, có thể để mẫu ở nhiệt độ phòng, nơi khô ráo, thoáng mát.
* Bảo quản dài hạn:
* Nếu không thể phân tích ngay, cần bảo quản mẫu trong ngăn mát của tủ lạnh (tối ưu dưới 4°C) hoặc trong điều kiện lạnh hơn nếu có thể.
* Tránh để mẫu tiếp xúc với ánh sáng trực tiếp và độ ẩm cao.

### 1.1.4. Các yếu tố ảnh hưởng

a. Thành phần đất

* Khoáng chất: Các loại khoáng chất trong đất (như oxit sắt, nhôm) có thể ảnh hưởng đến pH.
* Hữu cơ: Hàm lượng mùn và các chất hữu cơ có thể làm tăng độ axit hoặc kiềm của đất.

b. Độ ẩm

* Tình trạng ẩm của mẫu đất: Độ ẩm cao có thể làm thay đổi giá trị pH, do nước có thể hòa tan và chuyển hóa các chất trong đất.

c. Nhiệt độ

* Nhiệt độ môi trường: Nhiệt độ có thể ảnh hưởng đến độ hòa tan của các ion trong dung dịch, từ đó ảnh hưởng đến pH đo được.

d. Phương pháp lấy mẫu

* Vị trí và độ sâu: Việc lấy mẫu từ các vị trí và độ sâu khác nhau có thể dẫn đến sự khác biệt về pH, vì pH có thể thay đổi theo chiều sâu và vị trí.

e. Dung dịch pha loãng

* Tỷ lệ mẫu đất và dung dịch: Tỷ lệ giữa mẫu đất và nước pha loãng có thể ảnh hưởng đến độ chính xác của kết quả đo pH.

f. Thời gian bảo quản

* Thời gian lưu giữ mẫu: Mẫu đất nếu không được phân tích ngay có thể bị biến đổi về tính chất, dẫn đến kết quả đo không chính xác.

g. Thiết bị đo

* Chất lượng máy đo pH: Độ chính xác của thiết bị đo và tình trạng hiệu chuẩn của điện cực pH đều có ảnh hưởng lớn đến kết quả.

h. Tác động từ môi trường xung quanh

* Ô nhiễm: Các chất ô nhiễm từ môi trường xung quanh có thể làm thay đổi tính chất của đất và pH đo được.

### 1.1.5. Thiết bị, dụng cụ

* Máy đo pH điện tử: Thiết bị chính để đo pH, cần đảm bảo máy đã được hiệu chuẩn trước khi sử dụng.
* Điện cực phù hợp: Chọn điện cực thích hợp cho mẫu đất, nên sử dụng loại điện cực có khả năng đo trong môi trường đất ẩm.
* Xẻng, cuốc hoặc ống lấy mẫu: Để lấy mẫu đất từ các vị trí khác nhau trong khu vực nghiên cứu.
* Túi hoặc hộp sạch: Để chứa mẫu đất, cần đảm bảo không chứa hóa chất và dễ dàng đóng kín.
* Cốc nhựa hoặc thủy tinh: Dùng để pha trộn mẫu đất với dung dịch nước.
* Dung môi: Sử dụng nước cất hoặc nước khử ion để pha loãng mẫu đất, đảm bảo không làm ảnh hưởng đến kết quả đo.
* Găng tay, khẩu trang: Để bảo vệ trong quá trình lấy mẫu và xử lý mẫu đất.
* Để lau điện cực: Giúp giữ cho điện cực luôn sạch sẽ và không bị ô nhiễm giữa các lần đo.

### 1.1.6. Hoá chất và chất chuẩn

1. Hóa chất

* Nước cất: Dùng để pha loãng mẫu đất.
* Dung dịch KCl: Thường được sử dụng để cải thiện độ chính xác trong việc đo pH, nhất là trong trường hợp đất có tính chất đặc biệt.

1. Chất chuẩn

* Dung dịch chuẩn pH: Sử dụng để hiệu chuẩn thiết bị đo pH. Các giá trị phổ biến bao gồm pH 4.00, 7.00 và 10.00.
* Hóa chất kiểm tra độ chính xác: Có thể sử dụng các dung dịch chuẩn khác để kiểm tra độ chính xác của thiết bị đo trước và sau khi đo mẫu đất.

### 1.1.7. Cách tiến hành

* Bước 1: Chuẩn bị mẫu đất
* Lấy mẫu: Dùng phần mẫu đất được bong khô ngoài không khí, hoặc mẫu đất được làm khô ở nhiệt độ không quá 40oC, đã qua rây có cỡ lỗ 2 mm. Ví dụ, có thể dùng mẫu đất được xử lý trước theo TCVN 6647 (ISO 11464).
* CHÚ THÍCH: Việc làm khô có thể ảnh hưởng đến pH của đất. Trong một số mẫu đất; đặc biệt những mẫu có chứa sunfua, việc làm khô đất có thể làm giảm đáng kể giá trị pH.
* Bước 2: Chuẩn bị huyền phù
* Dùng thìa 5 ml để lấy một phần mẫu thử đại diện từ mẫu phòng thí nghiệm.
* Cho phần mẫu thử vào bình mẫu và thêm vào một thể tích nước, dung dịch kali clorua hoặc dung dịch canxi clorua gấp năm lần thể tích của mẫu thử.
* Trộn hoặc lắc mạnh huyền phù trong 60 min – 10 min bằng máy lắc hoặc máy trộn và chờ ít nhất 1h nhưng không lâu hơn 3h.
* Phải tránh để không khí lọt vào trong khoảng thời gian sau khi lắc.
* Bước 3: Hiệu chuẩn máy pH-mét
* Điều chỉnh máy pH-mét theo hướng dẫn ghi trong sách hướng dẫn của nhà sản xuất. Hiệu chỉnh pH-mét như quy định trong sách hướng dẫn của nhà sản xuất
* CHÚ THÍCH: Sử dụng các điện cực trong điều kiện tốt, cân bằng thường đạt được trong 30s.
* Bước 4: Đo pH
* Đo pH trong huyền phù ở 20oC ± 2oC ngay sau khi hoặc trong khi lắc. Quá trình lắc phải đạt được trạng thái huyền phù đồng nhất của các hạt đất, nhưng phải tránh không khí lọt vào. Đọc giá trị pH sau khi đã đạt được trạng thái ổn định. Chú ý ghi giá trị pH tới hai số thập phân.
* Nếu sử dụng pH-mét kim dao động, phải ước lượng số lẻ thập phân thứ hai.
* CHÚ THÍCH 1: Ví dụ, khi giá trị pH đo được trong vòng 5s không sai khác quá 0,02 đơn vị pH thì phép đo có thể được coi là ổn định. Thời gian yêu cầu để ổn định thường là 1 min hoặc ít hơn nhưng có thể phụ thuộc vào một số yếu tố sau:
* Giá trị pH (ở giá trị pH cao, khó đạt tới trạng thái ổn định)
* Chất lượng của điện cực thủy tinh (sự khác nhau trong chế tạo các điện cực) và thời gian sử dụng của chúng
* Môi trường dùng để đo pH (sự ổn định trong môi trường KCl hoặc CaCl2 đạt được nhanh hơn so với trong nước)
* Sự khác nhau về giá trị pH giữa các mẫu trong cùng một loạt mẫu đo
* Thực hiện sự khuấy trộn cơ học trước hoặc trong khi đo có thể giúp đạt kết quả ổn định trong thời gian ngắn hơn.
* CHÚ THÍCH 2: Trong các mẫu có hàm lượng chất hữu cơ cao (đất than bùn, đất trồng trong chậu …) hiệu ứng huyền phù có thể đóng một vai trò quan trọng. Đối với đất đá vôi, huyền phù có thể hấp thụ cacbon dioxit, trong những trường hợp như vậy khó đạt tới một giá trị pH cân bằng.

### 1.1.8. Dữ liệu phân tích và tính toán kết quả

a. Dữ liệu phân tích:

* Thông tin mẫu:
* Tên khu vực lấy mẫu.
* Thời gian và địa điểm lấy mẫu.
* Tên người thực hiện phân tích.
* Thông số mẫu:
* Mẫu đất: Mô tả loại đất (đất thịt, đất cát, đất sét, v.v.).
* Độ sâu lấy mẫu.
* Dung dịch sử dụng:
* Loại dung dịch (nước cất hoặc KCl).
* Tỷ lệ pha trộn (ví dụ: 1:1, 1:2).

b. Kết quả đo pH:

* Giá trị pH đo được: Ghi lại giá trị pH từ máy đo, có thể là nhiều giá trị nếu thực hiện nhiều lần đo hoặc dùng nhiều mẫu.

c. Tính toán và phân tích:

* Tính giá trị trung bình: Nếu đo nhiều lần, tính giá trị trung bình của các kết quả đo pH.
* Phân loại đất: Dựa vào giá trị pH, phân loại đất thành:
* Axit (pH < 6.0)
* Trung tính (pH = 6.0 - 7.5)
* Kiềm (pH > 7.5)

d. Đánh giá và khuyến nghị:

* Đánh giá tính chất đất: Xác định khả năng sinh trưởng của cây trồng và khả năng cung cấp dinh dưỡng.
* Khuyến nghị cải tạo đất: Dựa vào giá trị pH để đưa ra các biện pháp bón phân hoặc điều chỉnh pH của đất.

e. Báo cáo kết quả:

* Báo cáo chi tiết: Tất cả thông tin trên sẽ được tổng hợp trong một báo cáo, có thể bao gồm bảng số liệu, đồ thị hoặc biểu đồ minh họa nếu cần thiết.

### 1.1.9. Kiểm soát chất lượng

* Máy đo pH: Cần hiệu chuẩn máy đo pH định kỳ bằng các dung dịch chuẩn có giá trị pH xác định (ví dụ: pH 4.00, 7.00, 10.00) trước mỗi lần đo.
* Điện cực: Kiểm tra tình trạng của điện cực, đảm bảo không bị hư hỏng và sạch sẽ để có kết quả chính xác.
* Lấy mẫu đúng cách: Thực hiện việc lấy mẫu đất theo quy định, đảm bảo tính đại diện cho khu vực nghiên cứu.
* Bảo quản mẫu: Mẫu đất cần được bảo quản đúng cách để tránh biến đổi tính chất trước khi phân tích.
* Điều kiện môi trường: Thực hiện đo pH trong điều kiện môi trường ổn định, tránh ảnh hưởng từ nhiệt độ và độ ẩm cao.
* Thời gian phân tích: Nên phân tích mẫu ngay sau khi lấy để giảm thiểu sự biến đổi.
* Đo lặp lại: Thực hiện nhiều lần đo cho cùng một mẫu đất để xác nhận tính nhất quán và độ chính xác của kết quả.
* So sánh với tiêu chuẩn: Đối chiếu kết quả đo với các giá trị chuẩn hoặc kết quả từ các phương pháp khác.
* Ghi chép đầy đủ: Ghi lại mọi thông tin liên quan đến quy trình, kết quả đo, và các điều kiện thực hiện.
* Báo cáo kết quả: Lập báo cáo rõ ràng, bao gồm các thông số chất lượng và nhận xét về kết quả đo.
* Đào tạo và nâng cao kỹ năng: Đảm bảo nhân viên thực hiện việc đo pH được đào tạo bài bản về quy trình, thiết bị và cách xử lý mẫu

1. **Quy trình thao tác chuẩn (SOP) về phân tích độ cứng của nước trong mẫu nước ngầm**

### 1.2.1 Phạm vi áp dụng

* Quy trình xác định độ cứng tổng số trong mẫu nước ngầm bằng phương pháp chuẩn độ thể tích theo SMEWW 2340(C):2017.
* Quy trình thao tác chuẩn SOP/KTMT/26125.01-PT được áp dụng để xác định độ cứng tổng số trong mẫu nước ngầm với giới hạn báo cáo của phương pháp được phê duyệt là 10 mg/L. Theo khuyến nghị của phương pháp SMEWW 2340C:2017, khoảng đo của phương pháp nằm trong dải từ 5 đến 250 mg/L.
* Quy trình được thực hiện tại phòng thí nghiệm bộ môn kỹ thuật môi trường trường Đại học Hàng Hải Việt Nam.

### 1.2.2. Giới thiệu chung về phương pháp

* Cho 100 ml mẫu thử đã được lọc sạch vào bình nón, sau đó thêm dung dịch đệm, một ít hỗn hợp của chỉ thị cromogen và natri clorua. Ngay sau đó chuẩn độ bằng dung dịch EDTA 0.01 M cho đến lúc dung dịch đổi màu.
  + 1. ***Lấy mẫu và bảo quản***

1. Dụng cụ lấy mẫu

* Cần tham khảo TCVN 6663-3 (ISO 5667-3) về các tình huống lấy mẫu cụ thể, các hướng dẫn nêu ra ở đây là để trợ giúp lựa chọn vật liệu để ứng dụng chung. Các thành phần hóa chất (các chất cần xác định) trong nước, được phân tích để đánh giá chất lượng nước có dãy nồng độ từ lượng dưới microgram hoặc lượng vết cho đến lượng lớn, các khó khăn xảy ra thường xuyên gồm sự hấp thụ của các hóa chất cần xác định lên thành của dụng cụ lấy mẫu hoặc bình chứa mẫu, nhiễm bẩn trước khi lấy mẫu xảy ra do làm vệ sinh không hoàn hảo dụng cụ lấy mẫu hoặc bình chứa mẫu và nhiễm bẩn mẫu do vật liệu cấu thành dụng cụ lấy mẫu hoặc bình chứa mẫu.
* Bình chứa mẫu phải được thiết kế để bảo tồn thành phần mẫu khỏi thất thoát do hấp phụ hoặc bay hơi hoặc bị nhiễm bẩn các chất ngoại lai.
* Bình chứa mẫu sử dụng để lấy mẫu và lưu giữ mẫu phải được lựa chọn sau khi xem xét, ví dụ bền nhiệt, không dễ vỡ dễ đóng kín và dễ mở trở lại, kích thước, khối lượng, tính sẵn có để dùng, giá cả và khả năng để làm sạch và tái sử dụng v.v...
* Nên tìm sự trợ giúp chi tiết từ nhà phân tích để có lựa chọn cuối cùng về dụng cụ lấy mẫu hoặc bình chứa mẫu.
* Cần lưu ý để phòng ngừa mẫu bị đông lạnh, đặc biệt là khi sử dụng bình chứa mẫu làm từ thủy tinh. Khuyến nghị dùng polyetylen mật độ cao làm vật liệu bình chứa khi xác định silic, natri, tổng kiềm, clorua, độ dẫn riêng, pH và độ cứng của nước. Nên sử dụng các vật liệu nhạy sáng, thủy tinh hấp thụ ánh sáng. Thép không gỉ cần cân nhắc để lấy mẫu nước có áp suất cao và/hoặc nhiệt độ cao hoặc khi lấy mẫu vật liệu hữu cơ có nồng độ lượng vết.
* Bình thủy tinh nói chung là phù hợp cho các hợp chất hữu cơ và các loài vi sinh vật (nhưng không phải là luôn luôn phù hợp), bình chứa bằng plastic dùng cho các chất phóng xạ. Điều quan trọng cần lưu ý là dụng cụ lấy mẫu làm từ các vật liệu này luôn có miếng đệm neopren1 và van bôi trơn với dầu. Những vật liệu như vậy không thỏa mản cho lấy mẫu để phân tích hữu cơ và vi sinh.
* Bổ sung cho các đặc tính vật lý mong muốn như nêu ở trên, bình chứa mẫu dùng để thu mẫu và chứa mẫu cần được lựa chon có tính đến các tiêu chí vượt trội sau đây (đặc biệt là khi thành phần được phân tích có lượng rất nhỏ).
* a) Tối thiểu hóa nhiễm bẩn mẫu nước do vật liệu chế tạo bình chứa hoặc nắp đậy của nó, ví dụ các thành phần hóa chất vô cơ chiết ra từ thủy tinh (đặc biệt là thủy tinh mềm) và các hợp chất hữu cơ, kim loại từ nhựa plastic và chất đàn hồi (nắp đậy lót nhựa vinyl, cao su):
* b) Khả năng làm vệ sinh và xử lý thành của bình chứa mẫu để giảm thiểu nhiễm bẩn bề mặt do các thành phần lượng vết như kim loại nặng hoặc nhân phóng xạ;
* c) Tính trơ sinh học và hóa học của vật liệu mà được dùng để làm bình chứa nhằm ngăn ngừa hoặc giảm thiểu phản ứng giữa các thành phần của mẫu và bình chứa.
* d) Bình chứa mẫu cũng gây ra sai số do hấp thụ các hóa chất cần xác định. Kim loại lượng vết cũng đặc biệt bị ảnh hưởng bởi hiệu ứng này nhưng các chất cần xác định khác (ví dụ chất tẩy rửa, thuốc bảo vệ thực vật, phosphat) cũng có thể chịu sai số.
* Các ống lấy mẫu thường được sử dụng trong khi lấy mẫu tự động để cấp mẫu liên tục cho máy phân tích hoặc bộ giám sát. Quá trình thời gian lưu trú trong ống, mẫu được coi là đang được lưu giữ trong một bình chứa có thành phần của dây chuyền lấy mẫu. Các hướng dẫn để lựa chọn vật liệu làm bình chứa mẫu do đó cũng áp dụng cho các ống lấy mẫu.
* Các loại bình chứa mẫu
* Bình thủy tinh bosilicat và polyetylen là phù hợp cho lấy mẫu thông thường để xác định các thông số vật lý và hóa học của nước tự nhiên. Các vật liệu trơ hóa chất khác, ví dụ polytetrafluoroetylen (PTFE) là hoàn hảo nhưng các loại này thường quá đắt để sử dụng hàng ngày. Các bình chứa hẹp miệng và rộng miệng có nắp vặn cần lắp nắp/nút đậy hoặc nút thủy tinh mài (mặc dù dễ mắc kẹt khi dính vào dung dịch kiềm).
* Không nên sử dụng vật liệu lọc hoạt tính với hóa chất giữa nắp bình và lót bình vì các loại lọc như vậy có thể là nguồn gây nhiễm bẩn.
* Nếu mẫu được vận chuyển trong một thùng/hộp đựng đến phòng thí nghiệm phân tích, thì nắp hộp cần phải được kết cấu nhằm phòng ngừa các nút bình đựng mẫu lỏng ra, có thể gây nên trao đổ và/hoặc nhiễm bẩn mẫu.
* Để đảm bảo sử dụng đúng các bình chứa mẫu, tham khảo TCVN 6663-3 (ISO 5667-3).
* Bình đựng mẫu dùng cho các chất nhạy ánh sáng
* Để bổ sung cho các xem xét đã đề cập đến, việc lưu giữ các mẫu chứa các vật liệu nhạy với ánh sáng kể cả rong, cần bảo vệ chúng khỏi bị tiếp xúc với ánh sáng. Với những trường hợp như vậy, cần phải sử dụng bình chứa phải được cấu trúc với vật liệu mờ đục hoặc thủy tinh không quang hóa, và chúng được xếp trong các thùng chống áp suất trong thời gian lưu trữ mẫu kéo dài.
* Bình đựng mẫu dùng cho các thành phần hoặc khí hòa tan
* Để thu và phân tích mẫu có chứa các khí hòa tan hoặc các thành phần sẽ bị thay đổi do sục khí nên dùng các bình miệng hẹp phân tích nhu cầu oxy sinh hóa (BOD). Những bình này cần được lắp với các nút bằng thủy tinh để giảm thiểu sự hút giữ không khí và vì thế cần yêu cầu đặc biệt để đóng kín trong quá trình vận chuyển.
* Bình đựng mẫu để phân tích lượng vết các chất hữu cơ ô nhiễm
* Bình đựng mẫu để phân tích lượng vết các chất hữu cơ phải bằng thủy tinh, vì tất cả các bình chứa plastic làm cản trỡ phân tích có độ nhạy sao. Nắp đậy phải là thủy tinh hoặc PTFE.
* Bình đựng mẫu dùng cho các xét nghiệm vi sinh vật
* Hướng dẫn về bình chứa mẫu dùng cho mẫu xét nghiệm vi sinh vật học được nêu chi tiết trong TCVN 6663-15 (ISO 5667-16) và ISO 19458. Bình chứa mẫu phải có khả năng chịu được nhiệt độ cao xảy ra trong quá trình tiệt trùng. Trong quá trình tiệt trùng hoặc lưu giữ mẫu, vật liệu bình chứa phải không tiết ra hóa chất có thể ức chế sự sinh tồn của vi sinh vật, không tiết ra hóa chất độc hoặc kích thích sinh trưởng. Mẫu phải được giữ kín cho đến khi được mở ra trong phòng thí nghiệm và cần phải ngăn ngừa nhiễm bẩn.

1. Bảo quản mẫu:

### 1.2.4. Các yếu tố ảnh hưởng

* + Kết quả đo đạc có thể bị sai lệch khi sử dụng các dung dịch chuẩn quá hạn sử dụng, thiết bị không bảo trì đúng kế hoạch đề ra hoặc bảo quản không theo quy định của nhà sản xuất hóa chất, thiết bị;
  + Mẫu khi chưa phân tích phải được dán nhãn và đậy kín, tránh trường hợp mẫu bị bay hơi hoặc nhiễm bẩn do thao tác của người phân tích hoặc do các sự cố ngoài ý muốn;
  + Cần lưu ý khóa của buret nên bôi vaselin để không bị rít, tuyệt đối không để có bọt khí khi chuẩn độ (nếu có nên mở khóa cho dung dịch chảy xuống một cốc đặt ở dưới). Nên cầm khóa buret bằng tay trái còn tay phải cầm bình để chuẩn độ. Khi đọc thể tích dung dịch thì mắt phải nhìn thẳng và buret phải được kẹp thẳng trên giá để tránh sai số;
  + Khi đọc thể tích buret, mắt phải để ở vị trí ngang mặt cong phía dưới dung dịch trong suốt hoặc phần trên mặt lồi với dung dịch không màu và chú ý lấu 01 chữ số có nghĩa sau dấu phẩy;
  + Khi tiến hành chuẩn độ phải để cho dung dịch chảy khỏi buret từ từ để tất cả chất lỏng chảy ra hết khỏi buret và sau 30 giây kể từ khi khóa dung dịch mới đọc kết quả;
  + Cuối quá trình chuẩn độ phải nhỏ từ từ từng giọt dung dịch và làm vài lần để lấy giá trị trung bình.

### 1.2.5. Thiết bị và dụng cụ

* + Buret chuẩn độ thể tích.
  + Bình định mức 100 mL, 500mL, 1000mL
  + Pipet 5 mL, 10 mL, 25 mL

### 1.2.6. Hóa chất và chất chuẩn

* + Dung dịch đệm pH = 10: Hòa tan 1,179g EDTA và 0,780g MgSO4.7H2O hoặc 0,644g MgCl2.6H2O trong 50mL nước cất. Thêm 16,9g NH4Cl vào nước cất, thêm 143mL dung dịch NH4OH 25% và thêm thêm nước cất đến 250 mL. Để tránh amoni bay hơi, phải giữ dung dịch trong bình thủy tinh đậy kín và chặt.
  + Dung dịch EDTA 0,01M: Hòa tan 3,723g EDTA vào nước cất, định mức bằng nước cất đến 1000mL. Nếu dung dịch đục, phải đem lọc. Dung dịch bền trong vòng vài tháng.
  + Chỉ thị ET00: Trộn đều 0,25g chỉ thị với 50g NaCl đã được tán sơ bộ trong cối.
  + Dung dịch CaCO3 1mg/1mL: Hòa tan 0,500 g bột CaCO3 khan trong nước cất, thêm 2,5 mL HCl 1:1 sau đó định mức đến 500mL.
  + Dung dịch ức chế các ion can thiệp cản trở quá trình phân tích mẫu: Dung dịch NaCN: Hòa tan 0,250 g NaCN trong nước cất và định mức đến 100 mL.
  + Dung dịch Natrisunfua: Hòa tan 5g Na2S.9H2O hoặc 3,7g Na2S.5H2O vào 100 mL nước cất. Giữ dung dịch trong bình thủy tinh có nút cao su. − Dung dịch hydroxylamin hydroclorua 1% v/v. − Dung dịch Natri hydroxide NaOH 0,1N. − Dung dịch HCl 1:1.

### 1.2.7. Quy trình phân tích

*1.2.7.1. Chuẩn bị dụng cụ, thiết bị*

* + Kẹp buret vào giá buret ở vị trí thẳng đứng.
  + Rửa, tráng buret bằng nước cất, sau đó tráng lại bằng dung dịch EDTA sẽ dùng để chuẩn độ và đổ dung dịch vào buret tới vạch “0” phía trên và chú ý làm đầy cả phần cuối và cả khóa buret.

### 1.2.7.2. Chuẩn bị mẫu

* + Mẫu thử là mẫu đã được axit hóa tại hiện trường hoặc trong phòng thí nghiệm theo các Tiêu chuẩn hướng dẫn tương ứng với từng đối tượng mẫu.
  + Ghi nhãn mã hóa cho từng mẫu.

### 1.2.7.3. Phân tích mẫu

* + Độ chính xác của phép xác định khi chuẩn 100mL mẫu lên tới 0,1mg đương lượng CaCO3/L.
  + Cho 100 mL nước cần thử, đã lọc sạch hoặc một thể tích nhỏ hơn của nước cần thử đã pha loãng bằng nước cất đến 100mL vào bình nón. Sau đó, thêm 1-2 mL dung dịch đệm, một ít hỗn hợp khô của chỉ thị cromogen và natri clorua khô và ngay sau đó vừa lắc mạnh vừa chẩn độ bằng dung dịch EDTA 0,01 M chuẩn cho đến lúc biến đổi màu ở điểm tương đương (màu phải là xanh biển pha xanh lá cây).
  + Nếu trong phép chuẩn tiêu tốn thêm 25mL dung dịch EDTA, điều đó chứng tỏ rằng trong thể tích nước đã lấy hàm lượng tổng số của các ion canxi và magie lớn hơn 5 mg đương lượng/L. Trong những trường hợp như vậy, phải tiến hành xác định lại và lấy một thể tích mẫu nhỏ hơn, cũng dùng nước cất pha loãng đến 100mL. − Tại điểm tương đương, thay đổi màu không rõ ràng chứng tỏ có đồng và kẽm. Để loại trừ những ảnh hưởng này, phải thêm 1 – 2mL dung dịch natri sunfua vào mẫu nước lấy để chuẩn và tiếp tục chuẩn như đã nói ở trên.
  + Nếu sau khi thêm dung dịch đệm và chỉ thị vào thể tích nước lấy để thử, dung dịch đem thử dần dần bị mất màu, có màu xám, điều đó chứng tỏ có mangan. Trong trường hợp đó phải thêm vào mẫu nước lấy để chuẩn, trước khi thêm thuốc thử thì thêm vào năm giọt dung dịch hydroxylamin hydroclorua 1% và tiếp tục xác định độ cứng như đã nói ở trên.
  + Nếu phép chuẩn về gần điểm tương đương có màu không bền, không rõ, chứng tỏ có tính bazơ cao. Để loại trừ ảnh hưởng này, trước khi thêm các thuốc thử, phải thêm vào mẫu nước lấy để thử một lượng dung dịch axit clohydric 1:1 đủ để trung hòa các bazơ, đồng thời phải đun sôi hoặc thổi không khí vào dung dịch trong 5 phút. Sau đó, thêm dung dịch đệm, chỉ thị và tiếp tục xác định độ cứng như đã nói ở trên.

### 1.2.8. Dữ liệu và tính toán kết quả

* + Độ cứng tổng số của nước (X) tính bằng mg/L theo công thức



* Trong đó:
* V: lượng dung dịch trilon B tiêu tốn trong phép chuẩn độ; tính bằng mL
* c: Nồng độ dung dịch EDTA (c = 0.01M)
* K: hệ số hiệu chỉnh từ mg đương lương CaCO3/L sang mg CaCO3/L, K = 100.
* V0: thể tích nước lấy để xác định, tính bằng mL.

### 1.2.9. Kiểm soát chất lượng

*1.2.9.1. Kiểm soát mẫu trắng*

* + Phân tích mẫu trắng theo các bước nêu trong mục 7.3.
  + Kết quả đo mẫu trắng chấp nhận được khi kết quả đo nhỏ hơn giới hạn phát hiện của phương pháp.
  + Nếu kết quả đo mẫu trắng lớn hơn giới hạn phát hiện của phương pháp, kiểm tra lại toàn bộ hệ thống thiết bị và hóa chất để xác định và loại bỏ yếu tố gây sai lệch kết quả đo.

*1.2.9.2. Kiểm soát độ lặp*

* + Kiểm soát độ lặp lại của thiết bị:
  + Tiến hành đo lặp 2 lần với mỗi mẫu thử, tính toán độ lệch chuẩn tương đối (RSD,%).
  + Kết quả đo mẫu được tính là trung bình của các lần đo.
  + Đo đạc mẫu QC (mẫu lặp):
* Đo mẫu QC theo các bước nêu trong mục 7.3. Tính toán phần trăm sai khác tương đối (RPD%) của mẫu thực và mẫu QC theo công thức:

RPD% = (LD1 – LD2)/[(LD1 + LD2)/2]\*100

* Khi thực hiện phép thử, kiểm soát giới hạn độ sai khác giữa 2 lần đo theo công thức RPD(%) < 2.8\*RSDr,max với RSDr,max lấy từ kết quả phê duyệt phương pháp. Giả sử RSDr,max = 20% (theo Thông tư 10/2021/TT-BTNMT ).

*1.2.9.3. Kiểm soát độ đúng*

* + Kiểm soát độ đúng bằng cách tiến hành thêm chuẩn vào mẫu thử, đo đạc theo các bước nêu trong mục 7.3 và tính toán hiệu suất thu hồi H(%) theo công thức:

H% = (F – I)/A \* 100

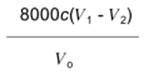
* F là kết quả đo mẫu đã thêm chuẩn,
* I là kết quả đo mẫu thực,
* A là nồng độ chuẩn thêm vào theo lý thuyết.
  + Kết quả đo chấp nhận được nếu độ thu hồi nằm trong khoảng quy định. Loại bỏ kết quả đo nếu độ thu hồi nằm ngoài khoảng quy định.

*1.2.9.4. Các mẫu QC khác*

* + Thực hiện phân tích mẫu kiểm soát chất lượng khác theo yêu cầu (nếu có).

## 1.3. Quy trình thao tác chuẩn (SOP) về phân tích COD trong mẫu nước mặt.

### 1.3.1. Phạm vi áp dụng

* + Quy trình thao tác chuẩn căn cứ vào TCVN 6491:1999 (ISO 6060:1989) Chất lượng nước – Xác định nhu cầu oxy hóa học do Ban kỹ thuật TCVN/TC147 “Chất lượng nước” biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học Công nghệ và Môi trường ban hành.
  + Quy trình thao tác chuẩn áp dụng được đối với các loại nước có giá trị COD từ 30mg/l đến 700mg/l và có hàm lượng Clorua không được vượt quá 1000mg/l. Mẫu nước phù hợp với các điều kiện này được sử dụng trực tiếp cho phân tích. Nếu giá trị COD vượt quá 700mg/l thì các mẫu nước cần pha loãng. Giá trị COD nằm ở khoảng 300mg/l đến 600mg/l đạt được độ chính xác cao nhất.
* Quy trình được thực hiện tại phòng thí nghiệm bộ môn kỹ thuật môi trường trường Đại học Hàng Hải Việt Nam.
  + 1. Giới thiệu chung về phương pháp
  + Phương pháp xác định COD trong nước mặt thông qua cách chuẩn độ. Đun hồi lưu mẫu thử với lượng kali dicromate đã biết trước khi có mặt thủy ngân (II) sunfat và xúc tác bạc trong axit sunfuric đặc trong khoảng thời gian nhất định trong quá trình đó một phần dicromat bị khử do sự có mặt các chất có khả năng bị oxy hóa. Chuẩn độ lượng dichromat còn lại với sắt (II) amoni sunfat. Tính toán giá trị COD từ lượng dicromate bị khử 1 mol dicromate () tương đương với 1,5 mol oxi ().
    1. Lấy mẫu và bảo quản
  + Lấy mẫu: Mẫu trong phòng thí nghiệm phải sử dụng bình thủy tinh hoặc nhựa sạch, không chứa tạp chất. Thời điểm lấy mẫu thì nên lấy vào thời điềm có điều kiện tương tự như khi thực hiện phân tích để đảm bảo.
  + Cách lấy mẫu:
  + Tiến hành lấy mẫu tại các vị trí khác nhau trong khu vực cần nghiên cứu để có được mẫu.
  + Đối với nước mặt, lấy mẫu từ bể mặt nước, tránh lấy mẫu ở gần bờ nơi có hiện tượng lắng đọng.
  + Bảo quản: Nên giữu mẫu ở nhiệt độ thấp (thường là 4°C) để hạn chế sự phân hủy của các chất hữu cơ. Và nên phân tích mẫu trong 24 giờ sau khi lấy mẫu. nếu không thể phân tích mẫu ngay, cần giữ mẫu ở điều kiện lạnh và thực hiện phân tích trong thời gian sớm nhất. Còn nếu cần bảo quản lâu hơn, có thể sử dụng chất bảo quản thích hợp (ví dụ: thêm axit sunfuric để ổn định pH) nhưng cần ghi rõ trong báo cáo phân tích.
    1. Các yếu tố ảnh hưởng
  + Chất lượng mẫu nước
  + Nồng độ chất hữu cơ: Hàm lượng chất hữu cơ cao có thể làm tăng giá trị COD
  + Tính chất hóa học của mẫu: Sự hiện diện của các ion, kim loại nặng hoặc hợp chất khác có thể ảnh hưởng đến quá trình oxy hóa.
  + Điều kiện phân tích
  + Nhiệt độ và pH của mẫu: Điều kiện môi trường trong quá trình phân tích có thể ảnh hưởng đến độ chính xác của kết quả.
  + Thời gian phản ứng: Thời đun nóng trong quá trình oxy hóa cần phải được kiểm soát chặt chẽ.
  + Đặc tính vật lý của mẫu: Độ đục, màu sắc và nhiệt độ của mẫu nước có thể tác động đến kết quả phân tích.
  + Tạp chất và can thiệp: Sự xuất hiện của các chất lạ có thể làm sai lệch kết quả phân tích.
    1. Thiết bị dụng cụ
* Bộ chưng cất hồi lưu: Gồm có một bình hoặc ống phản ứng 250ml, có cổ nhám để nối với một ống sinh hàn để tránh mất mát đáng kể các chất bay hơi. Có thể phải làm mát sinh hàn bằng nước lạnh hoặc không khí lạnh.
* Bếp đun (hoặc các phương tiện làm nóng khác): Có khả năng đun sôi mẫu trong vòng 10 phút. Phải đảm bảo rằng các dụng cụ làm việc không gây ra quá nóng cục bộ cho dung dịch đang được đun.
* Buret: Có dung tích 10ml, có vạch chia 0,02ml phù hợp với TCVN 1609 : 1988 hoặc ISO 385 -1 (hiện nay được thay thế bằng TCVN 7149:2007 (ISO 385:2005)- Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Buret ).
* Hạt sôi, hạt thuỷ tinh thô: Có đường kính 2mm đến 3mm, được làm sạch theo quy trình làm sạch dụng cụ mới. Lưu ý khi chuẩn bị dụng cụ thuỷ tinh: Các dụng cụ thuỷ tinh cần được rửa sạch cẩn thận và giữ không để bị bám bụi và chỉ để dùng riêng cho phép thử COD. Làm sạch dụng cụ mới: ta làm sạch bằng cách tiến hành mẫu trắng như được mô tả trong 7.2. Làm sạch dụng cụ dùng để xác định COD bằng cách xúc với nước cất sau mỗi lần chuẩn độ. Không được sử dụng bất kỳ chất tẩy rửa nào.
  + 1. Hóa chất và chất chuẩn
* Thêm từ từ và cẩn thận 220ml axit sunfuric (ρ = 1,84 g/ml) vào khoảng 500ml nước cất. Để nguội và pha thành 1000ml.
* Cho 10g bạc sunfat vào 350ml nước. Cho từ từ 965ml axit sunfuric đặc (ρ = 1,84 g/ml). Để 1 hoặc 2 ngày cho tan hết. khuấy dung dịch để tăng nhanh sự hòa tan.
* Dung dịch chuẩn có nồng độ 0,040 mol/l, chứa muối thủy ngân. Hòa tan 80g thủy ngân (II) sunfat ()trong 800ml nước. Thêm vào một cách cẩn thận 100ml axit sunfuric. Để nguội và hòa tam 11,768g kali dicromat đã sấy khô ở 105℃ trong 2 giờ vào dung dịch. Chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức và định mức đến 1000ml. Dung dịch bền ít nhất 1 tháng.
* Hoà tan 47,0g sắt (II) amoni sunfat ngậm 6 phân tử nước vào trong nước. Thêm 20 ml axit sunfuric đặc (ρ = 1,84 g/ ml). Làm lạnh và pha loãng bằng nước thành 1000 ml.
* Dung dịch này phải chuẩn lại hàng ngày theo cách như sau: Pha loãng 10 ml dung dịch kali dichromate đến 100 ml với axit sunfuric. Chuẩn độ dung dịch này bằng dung dịch sắt (II) amoni sunfat nói trên sử dụng 2 hoặc 3 giọt chỉ thị ferroin.
* Nồng độ, c, của sắt (II) amoni sunfat tính bằng mol/l với V là thể tích dung dịch sắt (II) amoni sunfat tiêu tốn tính bằng ml, được tính theo công thức sau:
* Hoà tan 0,4251g kali hydro phthalate đã được sấy khô ở 105oC, vào trong nước và định mức đến 1000ml. Dung dịch này có giá trị COD lý thuyết là 500 mg/l. dung dịch bền ít nhất một tuần nếu bảo quản trong khoảng 4℃.
* Hoà tan 0,7g sắt (II) sunfat ngậm 7 phân tử nước (FeSO4. 7H2O) hoặc 1g sắt (II) amoni sunfat ngậm 6 phân tử nước [(NH4)2Fe(SO4)2 - 6H2O] trong nước. Thêm 1,50g 1,10- phenanthroline ngậm một phân tử nước C12H8N2. H2O và lắc cho đến khi tan hết. Pha loãng thành 100ml. Dung dịch này bền trong vài tháng nếu được bảo quản trong tối.
  + 1. Quy trình thực hiện
  + Cách tiến hành:
  + Bước 1: Chuẩn bị hóa chất và chất chuẩn như được nêu ra ở 6.
  + Bước 2: Chuyển 100ml mẫu (pha loãng nếu cần thiết) vào bình phản ứng, thêm 5,00ml ± 0,01ml dung dịch kali dichromate. Thêm vào vài hạt sôi vào phần mẫu thử (thường là 10 ml) và lắc để dung dịch đều.
  + Bước 3: Thêm từ từ 15 ml dung dịch bạc sunfat trong axit sunfuric và nhanh chóng lắp bình vào ống sinh hàn.
  + Bước 4: Đưa hỗn hợp phản ứng tới sôi trong vòng 10 phút và tiếp tục đun 110 phút nữa. Nhiệt độ của hỗn hợp phản ứng cần phải đạt là 148oC ± 3oC.
  + Bước 5: Làm nguội ngay bình phản ứng bằng nước lạnh cho đến khoảng 60oC và rửa ống sinh hàn với lượng nhỏ nước. Tháo ống sinh hàn và pha loãng hỗn hợp phản ứng cho đến khoảng 75 ml và làm nguội đến nhiệt độ phòng.
  + Bước 6: Chuẩn độ lượng dư dichromate bằng sắt (II) amoni sunfat, sử dụng 1 hoặc 2 giọt chỉ thị ferroin.
  + Lưu ý:
  + Cần phải đun sôi nhẹ hỗn hợp phản ứng và không để xảy ra trào. Hỗn hợp bị sôi trào chứng tỏ dung dịch bị đốt quá nóng cục bộ, có thể dẫn đến kết quả sai. Hỗn hợp phản ứng bị trào còn do đốt nóng quá mạnh hoặc do hạt chống sôi kém hiệu quả.
  + Mặc dù lượng ferroin thêm vào không có chỉ định, nhưng cần phải cho lượng như nhau cho mỗi lần chuẩn độ. Điểm cuối là thời điểm chuyển màu rõ rệt đầu tiên từ xanh lục sang nâu đỏ, mặc dù màu xanh lục có thể xuất hiện trở lại sau vài phút.
  + Phép thử trắng
  + Tiến hành 2 phép thử trắng song song cho mỗi lần xác định theo quy trình đã mô tả trong 7.1 nhưng thay thế bằng 10ml nước.
  + Thử kiểm chứng
  + Mỗi lần xác định cần kiểm tra kỹ thuật và độ tinh khiết của hóa chất bằng cách phân tích 10,0ml dung dịch chuẩn theo cùng quy trình tiến hành như với phần mẫu thử.
  + Nhu cầu oxy theo lý thuyết của dung dịch này là 500 mg/l, quy trình thử nghiệm đạt yêu cầu nếu kết quả của thử kiểm chứng ít nhất đạt 96% giá trị này.
    1. Dữ liệu phân tích và tính toán kết quả
  + Dữ liệu phân tích và tính toán kết quả:
  + Để tính được nhu cầu oxy hóa học COD ( mg/l ), ta sử dụng công thức:
  + 
  + Trong đó:
  + c là nồng độ của sắt (II) amoni sunfat như đã được tính trong 6.2 ( mol/l ).
  + Vo là thể tích của phần mẫu thử trước khi pha loãng (nếu có) ( ml ).
  + V1 là thể tích của sắt (II) amoni sunfat sử dụng khi chuẩn độ mẫu trắng (ml).
  + V2 là thể tích của sắt (II) amoni sunfat sử dụng khi chuẩn độ mẫu thử (ml).
  + khối lượng mol của 1/2 O2 ( mg/l ).
  + Kết quả được tính chính xác đến mg/l.
  + Nếu các giá trị COD dưới 30 mg/l phải ghi trong báo cáo là "< 30 mg/l”.
  + Độ tái lập:
  + Số liệu nhận được với một quy trình rất giống nhau thực hiện bằng các phòng thí nghiệm khác nhau với cùng mẫu nước thải có bán sẵn cho thấy độ lệch chuẩn nhỏ hơn 10 mg/l.
    1. Kiểm soát chất lượng
  + Mẫu trắng: Đo mẫu nước cất để kiểm tra sai số.
  + Mẫu chuẩn: Sử dụng dung dịch chuẩn để đảm bảo độ chính xác.
  + Mẫu lặp: Phân tích lặp lại nhiều lần cùng 1 mẫu để kiểm tra độ ổn định.
  + Kiểm tra thiết bị: Hiệu chuẩn thiết bị định kỳ.
  + Kiểm soát nhiệt độ/thời gian: Đảm bảo 148°C, 2 giờ.
  + Bảo quản mẫu: Giữ ở 0-5°C, phân tích trong 24 giờ.
  + Ghi chép: Lưu lại mọi thông số và kết quả.

## Xác định COD trong mẫu nước mặt

### 2.2.1. Chuẩn bị mẫu

- Dụng cụ:

* Bình tam giác và nắp
* Giấy nến
* Buret
* Pipet 1 ml, 2 ml, 5 ml
* Bình định mức 10 ml
* Cốc thủy tinh

- Hóa chất

* COD 1000mg/l
* Nước cất
* Nước máy (mẫu thực)
* (Muối Mohr)
* Feroin
* 0,05N

### 2.2.2. Quá trình phân tích

- Chuẩn bị mẫu

* Mẫu F: Cho 1 ml COD 1000mg/l vào bình định mức 10ml, định mức bằng mẫu thực đến vạch. Lấy 5 ml từ bình định mức cho vào bình tam giác dán tem vào bình ta được mẫu F.
* Mẫu I: Cho 1 ml nước cất vào bình định mức 10ml, định mức bằng mẫu thực đến vạch. Lấy 5 ml từ bình định mức cho vào bình tam giác dán tem vào bình ta được mẫu I.
* Mẫu lặp 1, lặp 2: Lấy 5 ml mẫu thực cho vào mỗi bình tam giác dán tem cho 2 bình ta được mẫu lặp 1, lặp 2.
* Mẫu trắng: Lấy 5ml nước cất cho vào bình tam giác dán tem vào bình ta được mẫu trắng.

- Tiến hành thí nghiệm:

* Bước 1: Cho 3ml + 7ml vào 5 bình đã dán tem. Dùng giấy nến đậy 5 bình và đem đi sấy nhiệt độ trong 2 tiếng,
* Bước 2: Để nguội 5 bình đã sấy, nhỏ mỗi lọ 1 giọt feroin và cho nước cất đến vạch 20ml.
* Bước 3: Cho muối Mohr vào buret và chuẩn độ từng bình, ghi lại V chuẩn độ.
* Bước 4: Lấy 1 bình tam giác cho vào đó 2,5ml , 5ml nước cất và 1 giọt feroin chuẩn độ bằng muối Mohr, ghi lại .

2.2.3. Kết quả

- = 2,5 (ml)

- = = = (N)

- = = = 138,61

- = = = 138,46

- = = = 157,7

- = = = 57,69

- RPD = .100% = .100% = 1,082%

- H= .100% = .100% = 100,01%

## 2.3. Xác định độ cứng MDL

### 2.3.1. Chuẩn bị mẫu

- Hóa chất :

* CaCO3 1000mg/l
* Dung dịch đệm pH=10
* Dung dịch EDTA 0,01M
* Chỉ thị ETOO
* Nước cất (Nước máy)

- Dụng cụ và thiết bị :

* Buret
* Ống đong 50ml
* Bình định mức 50ml
* Bình tam giác
* Pipet 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml
* Thìa thủy tinh

### 2.3.2. Quá trình phân tích

- Mẫu trắng:

* Cho 50ml nước cất vào ống đong rồi đổ sang bình tam giác, cho vào 1ml dung dịch đệm và 1 hạt gạo chỉ thị ETOO. Chuẩn độ bằng dung dịch EDTA, lặp lại 10 lần và ghi lại kết quả.

- Mẫu Spike:

* Cho 0,5ml vào bình định mức 50ml, định mức bằng nước cất đến vạch. Đổ dung dịch vào bình tam giác, cho vào 1ml dung dịch đệm và 1 hạt gạo chỉ thị ETOO. Chuẩn độ bằng EDTA, lặp lại 10 lần và ghi lại kết quả.

### 2.3.3. Kết quả

- Công thức:

Độ cứng( =

Mẫu trắng Mẫu Spike

L1=6,5 →x1=130 L1=6,5 →x1=130

L2=6,15 →x2=123 L2=6,1 →x2=122

L3=5,85 →x3=117 L3=6,65 →x3=133

L4=6,2 →x4=124 L4=6,7 →x4=134

L5=6,4 →x5=128 L5=6,9 →x5= 138

L6=6,2 →x6=124 L6=7,0 →x6=140

L7=5,8 →x7=116 L7=6,5 →x7=130

L8=6,7 →x8=134 L8=6,5 →x8=130

L9=6,75 →x9=135 L9=6,3 →x9=126

L10= 5,95 →x10=119 L10=6,8 →x10=136

= 125 = 131,9

= 6,75 = 5,466

= + = . = 3,25.5,466

= 125+3,25.6,75= 146 ,9375 = 6,65

# Phần II: Thực nghiệm

## Xác định COD trong mẫu nước mặt

### 2.1.1. Chuẩn bị mẫu

- Dụng cụ:

* Bình tam giác và nắp
* Giấy nến
* Buret
* Pipet 1 ml, 2 ml, 5 ml
* Bình định mức 10 ml
* Cốc thủy tinh

- Hóa chất

* COD 1000mg/l
* Nước cất
* Nước máy (mẫu thực)
* (Muối Mohr)
* Feroin
* 0,05N

### 2.1.2. Quá trình phân tích

- Chuẩn bị mẫu

* Mẫu F: Cho 1 ml COD 1000mg/l vào bình định mức 10ml, định mức bằng mẫu thực đến vạch. Lấy 5 ml từ bình định mức cho vào bình tam giác dán tem vào bình ta được mẫu F.
* Mẫu I: Cho 1 ml nước cất vào bình định mức 10ml, định mức bằng mẫu thực đến vạch. Lấy 5 ml từ bình định mức cho vào bình tam giác dán tem vào bình ta được mẫu I.
* Mẫu lặp 1, lặp 2: Lấy 5 ml mẫu thực cho vào mỗi bình tam giác dán tem cho 2 bình ta được mẫu lặp 1, lặp 2.
* Mẫu trắng: Lấy 5ml nước cất cho vào bình tam giác dán tem vào bình ta được mẫu trắng.

- Tiến hành thí nghiệm:

* Bước 1: Cho 3ml + 7ml vào 5 bình đã dán tem. Dùng giấy nến đậy 5 bình và đem đi sấy nhiệt độ trong 2 tiếng,
* Bước 2: Để nguội 5 bình đã sấy, nhỏ mỗi lọ 1 giọt feroin và cho nước cất đến vạch 20ml.
* Bước 3: Cho muối Mohr vào buret và chuẩn độ từng bình, ghi lại V chuẩn độ.
* Bước 4: Lấy 1 bình tam giác cho vào đó 2,5ml , 5ml nước cất và 1 giọt feroin chuẩn độ bằng muối Mohr, ghi lại .

2.2.3. Kết quả

- = 2,6 (ml)

- = = = 0,096 (N)

- = = = 15,36

- = = = 0

- = = = 76,8

- = = = 67,58

- RPD = .100% = .100% = 12,77%

- H= .100% = .100% = 15,36%

## Xác định độ cứng MDL

### 2.2.1. Chuẩn bị mẫu

- Hóa chất :

* CaCO3 1000mg/l
* Dung dịch đệm pH=10
* Dung dịch EDTA 0,01M
* Chỉ thị ETOO
* Nước cất (Nước máy)

- Dụng cụ và thiết bị :

* Buret
* Ống đong 50ml
* Bình định mức 50ml
* Bình tam giác
* Pipet 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml
* Thìa thủy tinh

### 2.2.2. Quá trình phân tích

- Mẫu trắng:

* Cho 50ml nước cất vào ống đong rồi đổ sang bình tam giác, cho vào 1ml dung dịch đệm và 1 hạt gạo chỉ thị ETOO. Chuẩn độ bằng dung dịch EDTA, lặp lại 10 lần và ghi lại kết quả.

- Mẫu Spike:

* Cho 0,5ml vào bình định mức 50ml, định mức bằng nước cất đến vạch. Đổ dung dịch vào bình tam giác, cho vào 1ml dung dịch đệm và 1 hạt gạo chỉ thị ETOO. Chuẩn độ bằng EDTA, lặp lại 10 lần và ghi lại kết quả.

### 2.2.3. Kết quả

- Công thức:

Độ cứng( =

Mẫu Blank Mẫu Spike

L1=1,2 →x1=24 L1=6,5 →x1=130

L2=1,4 →x2=28 L2=6,1 →x2=122

L3=1,1 →x3=22 L3=6,65 →x3=133

L4=1,3 →x4=26 L4=6,7 →x4=134

L5=1,6 →x5=32 L5=6,9 →x5= 138

L6=1,1 →x6=22 L6=7,0 →x6=140

L7=1,2 →x7=24 L7=6,5 →x7=130

L8=1,7 →x8=34 L8=6,5 →x8=130

L9=1,9 →x9=38 L9=6,3 →x9=126

L10= 1,1 →x10=22 L10=6,8 →x10=136

= 27,2 = 131,9

= 6,75 = 5,466

= + = . = 3,25.5,466

= 125+3,25.6,75= 146 ,9375 = 6,65

## Xác định pH trong mẫu đất

### 2.3.1 Chuẩn bị mẫu

- Dụng cụ :

• Cốc thủy tinh

• Quỳ tím

• Đũa thủy tinh

• Rây đất

• Dụng cụ khoan lấy đất

* + Thiết bị :

• Tủ sấy

### 2.3.2 Quá trình phân tích (mô tả ngắn gọn, rõ ràng quá trình phân tích)

- Chuẩn bị mẫu

* + Địa điểm lấy mẫu: Khu vực nhà A6
  + Chuẩn bị mẫu: Dùng khoan lấy 1 mẫu đất chính và 4 mẫu đất xung quanh cho vào cốc thủy tinh
  + Tiến hành thí nghiệm

• Bước 1 : Sàng mịn mẫu đất đã lấy.

• Bước 2 : Cho mẫu đất đến vạch 5ml vào cốc thủy tinh và cho vào tủ sấy trong vòng 15 phút.

• Bước 3 : Sau khi sấy mẫu hoàn thành, thêm nước cất vào mẫu đã sấy. Sử dụng đũa thủy tinh khuấy đều trong 10 phút.

• Bước 4 : Để lắng mẫu và sau đó sử dụng giấy quỳ tím đo độ pH.

### 2.3.3 Kết quả

- Độ pH = 7

- Nhận xét độ pH : Độ pH này phù hợp với các loại cây trồng phát triển tốt trừ cây ưa vôi

## Xác định độ lặp lại

### 2.4.1 Chuẩn bị mẫu

- Dụng cụ:

* Pipet
* Cốc thủy tinh

- Thiết bị:

* Cân phân tích

- Hóa chất:

* Nước máy

### 2.4.2 Quá trình phân tích

- Bước 1: Bật nút nguồn trên cân phân tích, đặt cốc thủy tinh vào và bấm nút “Zero” để máy tự động khấu trừ trọng lượng của cốc.

- Bước 2: Lấy pipet hút 3ml nước, lặp lại 10 lần và ghi lại kết quả.

2.4.3. Kết quả

Mẫu 1 Mẫu 2

L1=2,971 L1=2,945

L2=2,953 L2=3,000

L3=2,979 L3=2,985

L4=2,941 L4=2,971

L5=2,935 L5=2,985

L6=2,964 L6=3,002

L7=2,955 L7=3,004

L8=2,965 L8=2,954

L9=2,948 L9=2,960

L10=2,945 L10=2,792

=2,9556 =2,9598

= = 2,9577 (mg/l)

= 0,014 (mg/l) = 0,062 (mg/l)

= = 0,045 (mg/l)

= = 0,0028 (mg/l)

n = . (10 + 10 - ) = 10

= = 0,014 (mg/l)

= = 0,047 (mg/l)

= = 0,016 (mg/l)

(%)= = 13,59

> →Thỏa mãn yêu cầu

## Xác định độ cứng OH

### 2.5.1. Chuẩn bị mẫu

- Dụng cụ:

* Pipet
* Bình định mức 50ml
* Cốc thủy tinh
* Thìa thủy tinh
* Buret
* Bình tam giác

- Hóa chất:

* Mẫu nước ngầm
* 1000mg/l
* Dung dịch đệm pH=10
* Dung dịch EDTA 0,01M
* Chỉ thị ETOO

### 2.5.2 Quá trình thực hiện

- Mẫu F:

* Bước 1: Dùng pipet 5 lấy 2ml cho vào bình định mức, định mức bằng mẫu thực (mẫu nước ngầm) đến vạch.
* Bước 2: Đổ ra bình tam giác, cho vào đó 1 ml dung dịch đệm và 1 hạt gạo chỉ thị ETOO vào bình và chuẩn độ bằng EDTA.
* Bước 3: Ghi lại kết quả và lặp lại 5 lần.

- Mẫu I:

* Bước 1: Dùng pipet 5 lấy 2ml nước cất cho vào bình định mức, định mức bằng mẫu thực đến vạch.
* Bước 2: Đổ ra bình tam giác, cho vào đó 1ml dung dịch đệm và 1 hạt gạo chỉ thị ETOO vào bình và chuẩn độ bằng EDTA.
* Bước 3: Ghi lại kết quả và lặp lại 5 lần.

### 2.5.3. Kết quả

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Lần | F | I | A | H |
| 1 | 7,2→144 | 5,8→116 | 100 | 0,05 |
| 2 | 7,1→142 | 5,5→110 | 100 | 0,075 |
| 3 | 7,5→150 | 5,2→104 | 100 | 0,025 |
| 4 | 7,3→146 | 5,5→110 | 100 | 0,125 |
| 5 | 7,2→144 | 5,6→112 | 100 | 0,2 |
| Giá trị trung bình | = 159,2 | = 150,2 |  | = 0,095 |
| = 9,148 | = 6,87 |  |  |

A = = = 100

Độ KĐBĐ của bình định mức:

= = = 4,92. (ml)

= = = 0,204 (ml)

= = 0,204 (ml)

Độ KĐBĐ của pipet:

= = = 3,533. (ml)

= = = 4,1. (ml)

= = 5,4. (ml)

Độ KĐBĐ của hóa chất:

= = = 0,2 (ml)

=

= = 4,22.

→=0,1688 (ml)

= . = 0,095.

= 0,162 (ml)

# Phần III: Kết luận

Sau khi thực hành quan trắc , em rút ra được là :

- Cách thu thập dữ liệu cần phải đầy đủ và đáng tin cậy.

- Cần hiểu rõ cách sử dụng các thiết bị đo đạc

- Phân tích và so sánh kết quả đo được với các tiêu chuẩn hoặc lý thuyết.

- Các yếu tố bên ngoài có thể ảnh hưởng đến độ chính xác của dữ liệu (như thời tiết, thiết bị gặp sự cố).

- Việc thực hiện đúng quy trình quan sát là rất cần thiết để đảm bảo kết quả khách quan và tin cậy.

-Cần thận trọng trong quá trình thu thập dữ liệu.

- Phải hiểu rõ nguyên tắc hoạt động của thiết bị quan trắc.

- Phát triển kỹ năng làm việc nhóm và giao tiếp hiệu quả.

\*Tóm lại, thực hành môn Quan trắc đã giúp em phát triển kiến thức, kỹ năng và thái độ chuyên nghiệp. Em tin rằng những kiến thức và kỹ năng này sẽ được áp dụng hiệu quả trong công việc tương lai.