

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN. 045 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 04/01/2018 Trang: 6/6
--	----------------------------	--

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ANION F⁻, Cl⁻, NO₃⁻, PO₄³⁻, SO₄²⁻ TRONG
NƯỚC BẰNG SẮC KÝ ION ĐẦU DÒ ĐỘ DẪN (IC-CD)**

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Nguyễn Thị Xuân Mai	Trần Thái Vũ	Trần Thái Vũ

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi
1		Thay đổi format SOP	04/01/2018

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN. 045 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 04/01/2018 Trang: 6/6
--	----------------------------	--

A. TỔNG QUAN

I. Phạm vi áp dụng

Quy trình này được sử dụng để xác định anion F^- , Cl^- , NO_3^- , SO_4^{2-} , PO_4^{3-} trong nước thải, nước ngầm, nước uống, nước sinh hoạt, nước mặt, và nước mặn.

Anion	LOD (ppm)	LOQ (ppm)
F^-	0.21	0.70
Cl^-	0.5	1.5
NO_3^-	0.5	1.5
PO_4^{3-}	0.5	1.5
SO_4^{2-}	0.5	1.5

II. Tài liệu tham khảo

Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo SMEWW 4110C

III. Nguyên tắc

Phương pháp này được xác định trực tiếp trên IC. Mẫu được lọc qua màng lọc 0.45 μ m, pha loãng mẫu nếu cần và được tiêm vào sắc ký ion.

IV. Thông tin an toàn phòng thí nghiệm

- ✓ Các phương pháp an toàn phòng thí nghiệm cần phải được thực hiện nghiêm ngặt như sử dụng áo blouse, tủ hút, găng tay, khẩu trang, kính bảo hộ lao động khi cần thiết.
- ✓ Các hoá chất thải phải được thu gom vào các bình chứa riêng biệt, cụ thể và có dán nhãn nhận biết.

B. PHÂN TÍCH

I. Thiết bị và dụng cụ phân tích

1. Thiết bị cơ bản

- Micro Pipet 200 μ l, 1000 μ l
- Pipet 1ml, 2ml
- Bình định mức 10ml, 25ml, 50ml
- Xi lanh, đầu lọc 0.45 μ m

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN. 045 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 04/01/2018 Trang: 6/6
--	----------------------------	--

2. Thiết bị phân tích

- Thiết bị phân tích Sắc ký ion (HV.006.H): gồm autosampler, bơm, đầu dò IC 432 của Water
- Cột IonPac AS11 4mm (10-32)

II. Hóa chất và chất chuẩn

1. Hóa chất

- Nước deion
- Natri cacbonate, TKPT

2. Cách pha dung dịch thử

- Dung dịch Natri carbonat 2mM: Cân chính xác khoảng 0.212g Na_2CO_3 vào bình định mức 1L, hòa tan và định mức tới vạch bằng nước deion. Lọc pha động và đánh siêu âm 10phut để loại bọt khí.

Bảo quản dung dịch trong chai thủy tinh tối màu.

3. Chất chuẩn

- Cl: 1000ppm của Sigma- Aldrich hay tương đương hay cũng có thể pha từ muối chlorua
- F: 1000ppm của Sigma- Aldrich hay tương đương hay cũng có thể pha từ muối florua
- NO_3 : 1000ppm của Sigma- Aldrich hay tương đương hay cũng có thể pha từ muối Nitrate
- SO_4^{2-} : 1000ppm của Sigma- Aldrich hay tương đương hay cũng có thể pha từ muối Sulfate

4. Cách pha dung dịch chuẩn

- *Dung dịch chuẩn trung gian hỗn hợp 100 mg/L*: Rút lần lượt 0.5ml dung dịch chất chuẩn F^- , Cl^- , NO_3^- , SO_4^{2-} 1000 mg/L vào bình định mức 5ml, định mức lên vạch bằng nước deion
- Dây chuẩn làm việc được pha từ chuẩn trung gian với các thể tích rút tương ứng như bảng sau và thêm nước cất khử ion đủ 1mL

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN. 045 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 04/01/2018 Trang: 6/6
--	----------------------------	--

ST T	Nồng độ chuẩn sử dụng, ppm	Thể tích rút, μ L	Thể tích định mức, mL	Nồng độ chuẩn thu được, ppm
1	100	500	1	50
2	100	200	1	20
3	100	100	1	10
4	100	50	1	5
5	20	100	1	2
6	10	100	1	1

Hoặc có thể pha dãy chuẩn theo cách khác nhưng cũng có nồng độ từ 1-100mg/L.

Chuẩn làm việc có thể sử dụng trong 1 tuần nếu để ở nhiệt độ phòng

III. Kiểm soát QA/QC

- Khi chạy máy phải chạy blank nước cất khử ion
- Mẫu duplicate
- Mẫu spike

IV. Xử lý mẫu

- Đối với mẫu nước uống, nước sinh hoạt, nước giếng có hàm lượng anion thấp thì lọc qua màng lọc 0.45 và phân tích trực tiếp.
- Đối với mẫu nước thải nhiều cặn bẩn, tiến hành lọc qua giấy lọc thô để loại bỏ cặn dơ. Nếu mẫu dơ thì Sau đó pha loãng nếu cần thiết và lọc qua màng lọc 0.45 vào vial phân tích.
- Thực hiện mẫu kiểm soát bằng cách spike chuẩn vào mẫu và tiến hành phân tích như mẫu thật.

V. Phân tích

1. Khởi động và vận hành thiết bị
 - Khởi động hệ thống IC-CD

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN. 045 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 04/01/2018 Trang: 6/6
--	----------------------------	--

- Các thông số thiết bị cho việc phân tích anion:

Cột	IonPac AS11 4mm (10-32)
Pha động	Na ₂ CO ₃ 2mM/NaHCO ₃ 2mM
Tốc độ dòng	1.2mL/phút
Nhiệt độ cột	37°C
Áp suất	57 bar
Độ dẫn nền	12µS/cm

2. Trình tự tiêm mẫu

- Blank nước cất
- Chuẩn có nồng độ từ thấp đến cao
- Mẫu, mẫu lặp, mẫu spike
- Chuẩn check

C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ

Nồng độ mẫu được tính toán dựa vào đường chuẩn :

$$C_{\text{Anion,ppm}} = C_o \times f$$

Trong đó:

- C_o: Nồng độ đo được trên thiết bị, ppm
- f: Hệ số pha loãng

D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

1. Đường chuẩn phải có độ tuyến tính tốt (ít nhất là 05 điểm chuẩn), hệ số tương quan hồi qui tuyến tính (R²) phải lớn hơn hoặc bằng 0.995.
2. Độ lệch của các dung dịch chuẩn check tiêm xen kẽ giữa các mẫu phân tích không vượt quá ±10 % giá trị thật.
3. Mẫu thêm chuẩn có hiệu suất thu hồi dao động từ 80-110% theo XNGTSD của phương pháp
4. Mẫu lặp có RSD ≤ 10% theo XNGTSD của phương pháp

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN. 045 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 04/01/2018 Trang: 6/6
--	----------------------------	--

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ

Kết quả phân tích được ghi nhận lại trong phiếu kết quả phân tích BM.15.04a và BM15.06