

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.154 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 30/11/2017 Trang: 1/ 9
---	----------------------------------	--

XÁC ĐỊNH TỔNG DẦU MỠ TRONG BÙN

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
NGÔ QUANG DUY KHANG	DIỆP THỊ HỒNG TƯƠI	TRẦN THÁI VŨ

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi
1		Thay đổi format SOP	31-11-2017
2	Mục B. IV	Ngâm chiết	31-11-2017

- A. TỔNG QUAN
- I. Phạm vi áp dụng

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.154 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 30/11/2017 Trang: 2/ 9
---	----------------------------------	--

Phương pháp này áp dụng để xác định hàm lượng dầu tổng (HEM: Hexane Extractable Material), dầu khoáng (SGT-HEM: Silica Gel Treated Extractable Material) và dầu mỡ động thực vật trong mẫu bùn.

Phương pháp này không áp dụng để đo hàm lượng các chất có nhiệt độ sôi nhỏ hơn 85°C.

II. Tài liệu tham khảo.

- US EPA 1664B (2010), “n-Hexane Extractable Material (HEM; Oil and Grease) and Silica Gel Treated n-Hexane Extractable Material (SGT-HEM; non-polar Material) by Extraction and Gravimetry”
- EPA method 1311: Toxicity characteristic leaching procedure
- QCVN 07 BTNMT: Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về ngưỡng chất thải nguy hại

III. Nguyên tắc.

Đối với nền mẫu bùn có ít hơn 0,5% hàm lượng rắn khô (chất thải ở dạng lỏng) cho qua màng lọc. Sau đó acid hóa, sau đó chiết lên dung môi hexane 99%. Cặn chiết được làm khô và cân để xác định HEM

Đối với chất thải có ít nhất 0,5% hàm lượng rắn khô (chất thải ở dạng bùn hoặc rắn). Sử dụng hệ thống ngâm chiết để tách lượng chất rắn và lỏng trong nền mẫu bùn ra.

Mẫu nước sau khi tách ra từ chất thải ở dạng lỏng và mẫu ngâm chiết từ chất thải ở dạng bùn hoặc rắn được chiết với dung môi hexane 99%. Cặn chiết được làm khô và cân để xác định HEM

Để xác định SGT-HEM, một lượng silica gel tương ứng với lượng HEM được thêm vào dung dịch hòa tan HEM để loại bỏ các chất phân cực. Dung dịch sau đó

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.154 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 30/11/2017 Trang: 3/ 9
---	----------------------------------	--

được lọc để loại bỏ silica gel. Cô quay thu hồi dung môi, cặn chiết được làm khô và cân để xác định SGT-HEM

VI. Thông tin an toàn phòng thí nghiệm.

Độc tính hoặc khả năng gây ung thư của các hóa chất dùng trong phương pháp này chưa được xác định một cách chính xác. Tuy nhiên, mỗi loại hóa chất được dùng nên được xem như là có mối nguy tiềm tàng. Phơi nhiễm với các loại hóa chất này nên được hạn chế đến mức thấp nhất có thể.

n-Hexan làm gia tăng ảnh hưởng đến hệ thần kinh cùng với các hexan và dung môi khác. Giảm thiểu thấp nhất hít phải n-hexan bằng cách thực hiện chiết mẫu trong tủ hút hoặc khu vực thoáng khí tốt.

n-Hexan có điểm chớp cháy là -23°C và giới hạn phát nổ trong không khí nằm trong khoảng 1-7% và phát hỏa khi bị nung nóng hoặc gần ngọn lửa. n-Hexan có thể phản ứng dữ dội với các chất oxy hóa.

Mẫu chưa biết có thể chứa nồng độ cao các chất bay hơi độc hại. Chai đựng mẫu nên được mở trong tủ hút và sử dụng găng tay để tránh bị tiếp xúc

B. PHÂN TÍCH

I. Thiết bị và dụng cụ phân tích.

- Cân phân tích 5 số lẻ
- Bình định mức 100mL
- Pipet thủy tinh 10mL
- Ống đong thủy tinh 1L
- Bình lỏng 1L với nắp PTFE
- Bình cầu 250mL đáy bằng
- Phễu lọc bằng thủy tinh
- Bông thủy tinh

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.154 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 30/11/2017 Trang: 4/ 9
---	----------------------------------	--

- Máy ly tâm (có thể quay ít nhất bốn ống ly tâm 100mL bằng thủy tinh)
- Máy cô quay
- Bình hút ẩm
- Tủ hút khí độc

Ghi chú: Dụng cụ thủy tinh phải được rửa bằng dung dịch tẩy rửa ẩm. Sau đó rửa lại với nước vòi, tráng dung môi và sấy khô

II. **Hoá chất và chất chuẩn.**

1. **Hoá chất.**

- Nước cất 1 lần
- HCl hoặc H_2SO_4 6N (Trộn HCl đậm đặc: nước cất tỷ lệ 1:1 hoặc H_2SO_4 : nước cất tỷ lệ 1:3 thu được dung dịch xấp xỉ 6N)
- n-Hexane tối thiểu 85%, 99% đồng phân no C6(saturated C6 isomers), cặn khô không quá 1mg/L
- Aceton-ACS, cặn khô nhỏ hơn 1mg/L
- Natri sulfat khan (Không nên dùng natri sulfat khan dạng bột)
- Silica gel – Khan (60, 0,06 - 0,2 mm, 70 - 230 mesh ASTM) sấy khô ở 200-250°C tối thiểu 24 giờ và lưu trong bình hút ẩm. 30g silica gel phải chứa hàm lượng chất hòa tan trong môi hexan nhỏ hơn 5mg (< 0.17 mg/g)
- Dung dịch ngâm chiết (5.7g CH_3COOH và 8.45g NaOH 10M, pH 4,93 \pm 0,05 trong 1L DI)

2. **Chất chuẩn.**

- Hexadecan tối thiểu 98%
- Stearic acid tối thiểu 98%
- Dung dịch chuẩn spike hexadecan/stearic acid (1:1) trong dung môi aceton nồng độ 2mg/mL. Cân 200 ± 2 mg stearic acid và 200 ± 2 mg hexadecan

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.154 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 30/11/2017 Trang: 5/ 9
---	----------------------------------	--

vào bình định mức 100 mL. Định mức đến vạch bằng dung môi aceton. Sau đó dùng pipet 10mL rót vào vial 10mL chứa sẵn cho mỗi lần dùng.

III. Kiểm soát QA/QC.

Trong mỗi đợt phân tích, nhân viên phân tích thực hiện các mẫu sau để kiểm soát chất lượng phân tích.

- Mẫu Blank hóa chất
- Mẫu QC: Mẫu spike chuẩn trên nền mẫu Blank matrix

a. Mẫu blank hóa chất

Phân tích ít nhất một mẫu blank hóa chất trong mỗi lần thực hiện phân tích. Nếu mẫu blank hóa chất ngoài giới hạn kiểm soát, kiểm tra xem dụng cụ, hoá chất, chất chuẩn có bị nhiễm bẩn không. Nếu bị nhiễm bẩn, làm sạch dụng cụ bằng aceton sau đó bằng nước cất hoặc nước DI. Kiểm tra chất lượng nguồn nước của phòng thí nghiệm.

b. Mẫu thêm chuẩn (QC)

- Mẫu QC là mẫu blank không phát hiện được thêm chuẩn ở nồng độ LOQ. Sau đó tiến hành phân tích như mẫu thật để xác định độ chính xác. Phân tích lặp lại một mẫu ngẫu nhiên cho mỗi lô 10 mẫu thực.
- Tính toán độ thu hồi theo phương trình

$$R(\%) = \frac{C_s - C}{S} \times 100$$

Trong đó:

- R = Độ thu hồi
- C_s = Nồng độ mẫu thêm chuẩn
- C= Nồng độ của mẫu nền
- S= Nồng độ của chất phân tích thêm vào mẫu

VI. Xử lý mẫu.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.154 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 30/11/2017 Trang: 6/ 9
---	--	--

a) Ngâm chiết

Đối với nền mẫu bùn có ít hơn 0,5% hàm lượng rắn khô (chất thải ở dạng lỏng) thì trực tiếp lọc qua màng lọc.

Đối với chất thải có ít nhất 0,5% hàm lượng rắn khô (chất thải ở dạng bùn hoặc rắn). Cân 100g mẫu bùn cho vào hệ thống ZERO-HEADSPACE. Tách được m(g) bùn rắn và M (mL) dịch lỏng. Lấy m(g) ngâm chiết 20 lần bằng dung dịch ngâm chiết trong 18 ± 2 h. Xác định HEM dịch ngâm chiết của m và M riêng biệt và tính toán lượng HEM tổng.

b) Xác định HEM

Chuẩn bị bình cầu sạch đã được sấy và cân đến khối lượng không đổi.

Chỉnh pH cho mẫu sao cho pH mẫu nhỏ hơn 2. Thông thường thêm 5-6 mL H_2SO_4 6N

Chiết mẫu với 30 mL hexan. Tổng cộng 3 lần , mỗi lần 30 mL.

Thu phần dịch chiết hexan, sau đó lọc qua lớp Na_2SO_4 khan đã được làm ướt bằng hexan. Phần dịch chiết sau lọc qua lớp muối được thu vào bình cầu đã được cân trước (M_0)

Cô quay bình cầu ở nhiệt độ 40-45°C đến gần cạn. Thổi khô bình cầu bằng khí N_2 .

Sấy bình cầu ở 70°C trong 20 phút. Sau đó bỏ bình cầu vào bình hút ẩm để nguội. Lấy bình cầu ra cân và ghi lại khối lượng. Lặp lại quá trình sấy và cân đến khi khối lượng không đổi (M_1) (Khối lượng được gọi là không đổi khi khối lượng mất đi của bình cầu và cạn khô nhỏ hơn 4% khối lượng trước đó hoặc nhỏ hơn 0.5 mg)

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.154 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 30/11/2017 Trang: 7/ 9
---	----------------------------------	--

c) Xác định SGT-HEM

Hòa tan HEM bằng 30mL dung môi hexan.

Thêm 3 ± 0.3 g silica gel khan vào bình cầu cho mỗi 100mg HEM, khối lượng silicagel tối đa là 30 g. Ví dụ: Nếu khối lượng HEM là 735mg, thêm $3 \times 8 = 24$ g silica gel.

Lưu ý: Khi lượng HEM thu được lớn hơn 1000 mg/L thì việc xác định SGT-HEM được thực hiện như sau:

a. Thêm 85-90mL hexane vào bình cầu chứa HEM, có thể làm ấm bình cầu để đảm bảo lượng HEM hoàn toàn.

b. Chuyển sang bình định mức 100mL, định mức bằng hexane (dung dịch A)

c. Tính toán lượng thể tích dung dịch A chuyển lại vào bình cầu theo công thức sau:

$$V_a = 1000 \cdot V_t / W_h$$

Trong đó: V_a = thể tích chuyển lại vào bình cầu

V_t = tổng thể tích dung dịch A

W_h = khối lượng HEM

d. Từ đó tính toán lượng HEM trong bình cầu, tiến hành làm như bình thường

Lắc đều dung dịch trong 5 phút.

Lọc dung dịch hexan qua lớp giấy lọc. Dung dịch qua lọc được hứng vào bình cầu đã biết trước khối lượng (M_2), tráng lại bình cầu bằng 5 mL hexan (lặp lại bước tráng tổng cộng 3 lần). Cô quay bình cầu ở nhiệt độ 40-45°C đến gần cạn. Thổi khô bình cầu bằng khí N_2 .

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.154 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 30/11/2017 Trang: 8/ 9
---	----------------------------------	--

Sấy bình cầu ở 70°C trong 20 phút. Sau đó bỏ bình cầu vào bình hút ẩm để nguội. Lấy bình cầu ra cân và ghi lại khối lượng. Lặp lại quá trình sấy và cân đến khi khối lượng không đổi (M_3)

C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.

Hàm lượng dầu tổng, dầu khoáng và dầu mỡ động thực vật được tính theo công thức sau:

$$\text{Dầu tổng} \left(\frac{mg}{L} \right) = \frac{(M_1 - M_0)}{V} * 1000$$

$$\text{Dầu khoáng} \left(\frac{mg}{L} \right) = \frac{(M_3 - M_2)}{V} * 1000$$

$$\text{Dầu mỡ động thực vật} \left(\frac{mg}{L} \right) = \text{Dầu tổng} - \text{Dầu khoáng}$$

Trong đó:

M_0 (g): Khối lượng bình cầu 1 ban đầu (g)

M_1 (g): Khối lượng bình cầu chứa HEM

M_2 (g): Khối lượng bình cầu 2 ban đầu

M_3 (g): Khối lượng bình cầu chứa SGT-HEM

V (lít): Thể tích mẫu

Hàm lượng HEM trong mẫu được tính toán theo công thức:

$$C_{tb} = \frac{(V_l \cdot C_l + V_{nc} \cdot C_{nc})}{(V_l + V_{nc})}$$

Trong đó:

+ C_{tb} (mg/l) là nồng độ ngậm chiết trung bình của một thành phần nguy hại trong mẫu chất thải;

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.154 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 30/11/2017 Trang: 9/ 9
---	--	--

- + V_l (l) là thể tích lượng chất lỏng tách ra ban đầu;
- + C_l (mg/l) là nồng độ thành phần nguy hại trong lượng chất lỏng tách ra ban đầu;
- + V_{nc} (l) là thể tích dung dịch sau ngâm chiết;
- + C_{nc} (mg/l) là nồng độ thành phần nguy hại trong dung dịch sau ngâm chiết

D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

- ✓ Độ thu hồi: giá trị từ XNGTSD của phương pháp.
- ✓ Biểu đồ kiểm soát xu hướng diễn biến kết quả phân tích (Control chart).

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ.

Kết quả phân tích được báo cáo theo biểu mẫu: BM.15.04a, BM.15.06