

ĐỊNH LƯỢNG CYANUA (CN⁻) TRONG NƯỚC BẰNG PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ (UV-VIS)

Biên soạn	Xem xét	Phê duyệt
Trịnh Thị Minh Nguyệt	Trần Thái Vũ	Trần Thái Vũ

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

[illegible]

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.149 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 30/6/2017 Trang: 2/7
--	----------------------------	--

A. GIỚI THIỆU

I. PHẠM VI ÁP DỤNG

- Quy trình này được sử dụng để xác định cyanua trong nước thải sinh hoạt, nước thải công nghiệp, nước ngầm, nước uống, nước cấp sinh hoạt, nước mặt và nước biển

Nền mẫu	LOD, mg/ L	LOQ, mg/ L
Nước uống	0.0039	0.013
Nước ngầm, nước biển, nước mặt	0.0022	0.0072
Nước thải	0.012	0.040

II. NGUYÊN LÝ

- HCN trong mẫu sinh ra khi mẫu bị acid hóa bằng acid H₂SO₄ 1:1, và hấp thu lượng HCN sinh ra này vào dung dịch NaOH 0.25M. Xác định hàm lượng cyanua trong mẫu bằng phương pháp quang phổ ở $\lambda = 578\text{nm}$ với tác nhân pyridine với sự có mặt của chloramne T.

III. TÀI LIỆU THAM KHẢO

- SMEWW 4500 – CN.C&E, 2012

IV. AN TOÀN VÀ LƯU GIỮ CHẤT THẢI

- Tuân thủ các nguyên tắc hoạt động trong phòng thí nghiệm.
- Báo cáo tất cả các vấn đề gây tổn thương tới con người và các sự cố gây đổ vỡ hóa chất.
- 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.
- Cyanua và pyridine là những hợp chất rất độc nên 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. MẪU VÀ BẢO QUẢN MẪU

- Mẫu sau khi được chuyển vào phòng thí nghiệm, Nhân viên phân tích chuyển 1 lượng mẫu vừa đủ dung cho phân tích (*đủ để kiểm soát chất lượng và bảo đảm kết quả phân tích*) vào chai thủy tinh đã rửa bằng axit. Không dùng chai có nắp làm bằng nhựa dẻo, vì nắp bằng nhựa dẻo, hoặc nhựa dính có thể làm nhiễm bẩn tới mẫu.
- Mẫu được kiểm tra và kiểm hóa (khoảng 100ml NaOH 2M/1 lít mẫu) tới pH > 12. pH được kiểm tra trên từng mẫu đã lấy bằng giấy thử pH. Nếu có bất kỳ một vấn đề nào, lập tức liên lạc với người quản lý hoặc khách hàng.

<p>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</p>	<p>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</p>	<p>Mã số: HD.TN.149 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 30/6/2017 Trang: 3/7</p>
---	-----------------------------------	--

- Các mẫu ở trạng thái ổn định ít nhất là 28 ngày nếu bảo quản trong tủ lạnh <6°C.
- Hạn chế tối thiểu để mẫu tiếp xúc với không khí.

II. YẾU TỐ CẢN TRỞ

- Nếu mẫu chứa chlorine, thêm acid ascorbic
- Nếu mẫu chứa sulfua làm cho kết quả sẽ sai số dương, loại bằng 50ml bismuth nitrate 0.062M, trộn đều khoảng 3 phút.
- Nếu mẫu có nitrate hoặc nitrite thì loại bằng 50ml dung dịch sulfamic acid 0.4N

III. HÓA CHẤT VÀ CHẤT CHUẨN.

1. Hóa chất:

Chỉ sử dụng nước cất 2 lần (DI) để pha hóa chất, chất chuẩn. Các hóa chất sử dụng phải ở dạng tinh khiết phân tích.

- Acid Sulfuric – H₂SO₄.
- Natri hydroxide – NaOH
- Magnesium sulfate – MgSO₄.6H₂O
- Acid Sulfamic
- Chloramine – T: Tinh thể màu trắng, nếu chuyển sang màu vàng thì không được sử dụng.
- Pyridine
- Natri acetate – CH₃COONa
- Acid acetic.
- Kali cyanua - KCN

2. Dung dịch thuốc thử.

- ❖ Dung dịch H₂SO₄ 1:1: Cho từ từ 500mL H₂SO₄ đậm đặc vào 500mL nước cất DI, khuấy đều. (*Lưu ý: Để cốc nước trong nước đá để giảm nhiệt độ, thực hiện trong tủ hút và cho acid vào từ từ theo thành cốc.*)
- ❖ Dung dịch NaOH 0.25M: Hòa tan 10g NaOH trong 1L nước cất DI.
- ❖ Dung dịch NaOH 0.04M: Hòa tan 1.6g trong 1L nước cất
- ❖ Dung dịch đệm acetate pH 4.5: 205g NaCH₃COO.3H₂O trong bình định mức 500ml, chỉnh pH đến 4.5 bằng acid acetic và định mức đến vạch bằng nước cất.
- ❖ Dung dịch chloramine T 1%: 1g chloramine T trong 100ml nước

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.149 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 30/6/2017 Trang: 4/7
--	----------------------------	--

- ❖ Dung dịch pyridine - Barbituric: 15g barbituric acid + 75ml pyridine + 15ml HCldd + nước cất đến vạch 250ml

3. Chất chuẩn:

- ❖ Dung dịch chuẩn 1000mg/L:

- ✓ Cân chính xác khoảng 2.51g chất chuẩn KCN và 1.6g NaOH trên cân phân tích HV.023.H, hòa tan và định mức tới 1000ml bằng nước. Được dung dịch chuẩn có nồng độ CN 1000ppm .
- ✓ Bảo quản lạnh ở 4°C.
- ✓ Sử dụng được trong vòng 6 tháng kể từ ngày pha.

- ❖ Dung dịch chuẩn 100ppmCN

- ✓ Hút 1ml chuẩn gốc 1000ppm và định mức 10ml và định mức bằng NaOH 0.04M.

- ❖ Dung dịch chuẩn 5ppm CN

Hút 2.5mL chuẩn CN 100ppm vào bình định mức 50mL và định mức đến vạch bằng NaOH 0.04M.

Dung dịch chuẩn CN 1ppm: Hút 0.5mL chuẩn CN 100ppm vào bình định mức 50mL và định mức đến vạch bằng NaOH 0.04M.

- ❖ Dung dịch chuẩn làm việc:

Pha dãy chuẩn làm việc có nồng độ trong khoảng 10 – 200ppb như sau:

Nồng độ dãy chuẩn ($\mu\text{g CN/L}$)	0	10	20	40	80	120	160	200
Thể tích chất chuẩn 1mg/L (ml)	0	0.5	1	2	4	6	8	10
Thể tích định mức, mL	50							

Lưu ý:

- ✓ Tất cả các hóa chất phải được thu gom vào bình thải để được đơn vị có chức năng xử lý.

IV. **THIẾT BỊ VÀ DỤNG CỤ**

1. Thiết bị phân tích

- Thiết bị phân tích UV-VIS của hãng Shimadzu, model UV-2401PC có màn hình LCD tích hợp trên thân máy
- Cuvet thủy tinh 1cm

2. Dụng cụ phân tích

<p>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</p>	<p>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</p>	<p>Mã số: HD.TN.149 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 30/6/2017 Trang: 5/7</p>
---	-----------------------------------	--

- Pipet thủy tinh (thể tích 5 ± 0.1 mL và 10 ± 0.1 mL)
- Micro Pipet, có thể điều chỉnh được thể tích 200 μ L và 1000 μ L
- Các đầu típ
- Các ống nghiệm có nắp, thể tích 50mL.
- Các bình định mức 50mL; 100mL; 500mL; 1000mL.

V. KIỂM SOÁT CHẤT LƯỢNG

Trong mỗi đợt phân tích, Nhân viên phân tích phải thực hiện phân tích các mẫu sau:\

- Mẫu lặp phòng thí nghiệm: Trong một lô mẫu (≥ 5 mẫu) thực hiện 1 mẫu duplicate.
- Mẫu Thêm chuẩn: Thêm chuẩn vào mẫu để phân tích, đánh giá độ thu hồi của phương pháp nhằm bảo đảm kết quả thử nghiệm

VI. XỬ LÝ MẪU.

1. Chuẩn bị mẫu phân tích

- Lấy 500L nước đã được đồng nhất cho vào bình cầu 3 cổ, thêm 2 g sulfamic acid, lắp hệ thống chưng cất. Nếu mẫu có chứa sulfur thì thêm tối thiểu 50mg $PbCO_3$ vào bình cầu trên để kết tủa hết lượng sulfua có trong mẫu.
- Thêm 50ml H_2SO_4 1:1, để sục khí nitơ khoảng 3 phút thêm 20ml $MgCl_2.6H_2O$ (510g $MgCl_2.6H_2O$ trong 1L). Bật bếp.
- HCN được hấp thụ vào 50 ml dung dịch NaOH 0.25M. Đun hoàn lưu ít nhất 1 giờ. Rửa đầu nối bằng nước cất và pha loãng dung dịch hấp phụ đến 100 ml (Vđm).

2. Lên màu chuẩn và mẫu.

- Lấy lần lượt 25ml mẫu cho vào bình định mức 50mL
- Thêm vào mỗi ống 1mL đệm Acetate (pH 4.5), votex.
- Thêm vào 1mL dung dịch Chloramine T 1%, đập nắp votex 2 phút.
- Thêm tiếp 5mL tác nhân hiện màu Pyridine – Barbituric, thêm nước DI tới vạch. Votex đều, định mức đến vạch bằng NaOH 0.04M, để yên chính xác 8 phút.
- Đo độ hấp thụ ở bước sóng 578nm.
- Nếu mẫu lọt ra ngoài đường chuẩn thì lấy 1 lượng mẫu ít hơn để hiện màu.

VII. ĐO QUANG.

- Thực hiện đo màu ở bước sóng λ 578nm.
- Trình tự phân tích trên thiết bị UV được thực hiện như sau:
 - ✓ Cell Blank: Sử dụng nước cất hoặc chính mẫu Blank phòng thí nghiệm.
 - ✓ Các điểm chuẩn từ thấp đến cao.
 - ✓ Blank
 - ✓ Mẫu, mẫu lặp.
 - ✓ QC

<p>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</p>	<p>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</p>	<p>Mã số: HD.TN.149 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 30/6/2017 Trang: 6/7</p>
---	-----------------------------------	--

- ✓ Chuẩn check: Sau 10 mẫu thì tiến hành đo 01 chuẩn check 1 lần. Chuẩn check có nồng độ gần nồng độ mẫu.

C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ

Nồng độ mẫu được tính toán dựa vào đường chuẩn tuyến tính có hệ số tương quan $R^2 > 0,9985$:

$$CN^- (\text{mg/L}) = \frac{Co \times V_1 \times V_3}{V_{\text{mẫu}} \times V_2 \times 1000}$$

Trong đó:

Co : hàm lượng CN^- tính theo đường chuẩn ($\mu\text{g/L}$)

f : Hệ số pha loãng (nếu có)

V_1 : Thể tích định mức sau khi hấp thu cyanua vào dung dịch kiềm. mL

$V_{\text{mẫu}}$: thể tích mẫu lấy chứng cất. mL

V_2 : thể tích mẫu lấy hiện màu, mL

V_3 : thể tích định mức mẫu sau khi hiện màu, mL

Kết quả phân tích được tính bằng cách sử dụng công thức lập sẵn trong file **“Báo cáo kết quả thử nghiệm”**. Cán bộ phân tích chỉ cần nhập số liệu thô vào đúng các vị trí quy định trong file và kết quả sẽ tự động được tính ra.

D. BÁO CÁO KẾT QUẢ

Kết quả được báo cáo gồm:

- Phiếu phân tích – BM.15.04-02
- Ngày giờ phân tích, bảng tính kết quả.
- Hàm lượng CN^-
- Mẫu Blank
- Mẫu QC
- Mẫu lặp
- Các yếu tố bất thường xảy ra có ảnh hưởng đến kết quả phân tích.

E. BẢO ĐẢM KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM.

- Đường chuẩn tuyến tính ít nhất 5 điểm chuẩn và có hệ số tương quan $r^2 \geq 0.995$.
- Chuẩn check sai khác không quá 10%.
- Mẫu lặp sai khác không quá 10%
- Mẫu QC có hiệu suất thu hồi từ 70-120%

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.149 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 30/6/2017 Trang: 7/7
--	----------------------------	--