

<p>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</p>	<p>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</p>	<p>Mã số: HD.TN.169 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 28/6/2017 Trang: 2/6</p>
---	-----------------------------------	--

A. GIỚI THIỆU

I. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp để xác định nitơ trong các mẫu nước (Nước thô: nước mặt, nước biển, nước sinh hoạt; nước ô nhiễm: nước thải) dưới dạng các hợp chất amoni, nitrit, nitrat và nitơ hữu cơ có khả năng chuyển thành amoni trong những điều kiện của phương pháp.

II. Tài liệu viện dẫn

- TCVN 6638: 2000 – Chất lượng nước – xác định Nitơ – Vô cơ hóa xúc tác sau khi khử bằng hợp kim devarda

III. Nguyên tắc của phương pháp

- Dùng hợp kim Devarda để khử các hợp chất nitơ về amoni. Sau khi làm bay hơi đến gần khô thì chuyển nitơ thành amoni sunfat khi có mặt axit sunfuric đậm đặc chứa kali sunfat ở nồng độ cao để làm tăng nhiệt độ sôi của hỗn hợp, đồng thời có mặt đồng để làm xúc tác.
- Giải phóng amoniac khỏi hỗn hợp bằng cách thêm kiềm và cất vào dung dịch axit boric /chỉ thị. Xác định lượng amoni trong phần cất ra bằng cách chuẩn độ với axit hoặc đo phổ ở bước sóng 655 nm

IV. Thông tin an toàn phòng thí nghiệm

Nhân viên phân tích phải tuân thủ các quy định về an toàn khi làm việc trong phòng thí nghiệm sau:

- Phải mặc bảo hộ lao động khi làm việc trong phòng thí nghiệm: áo Blouse, gang tay, mắt kính và khẩu trang.
- Các hóa chất phải được để đúng nơi quy định.
- Các hóa chất phải được thao tác trong tủ hút.
- Các hóa chất thải phải được thu hồi vào bình thu hồi đúng chủng loại để chuyển giao cho đơn vị có chức năng xử lý.
- Tuân thủ các quy tắc về phòng chống cháy nổ trong công ty.

V. Bảo quản mẫu

- Lấy mẫu vào bình polyetylen. Phân tích ngay nếu có thể, hoặc lưu giữ ở 2°C đến 5°C cho đến khi phân tích.
- Chú thích 1: Axit hoá bằng axit sunfuric đến pH 2 thường được dùng để lưu giữ mẫu. Cần bảo đảm mẫu không hấp thụ amoniac từ không khí.

B. PHÂN TÍCH

I. Thiết bị và dụng cụ

- Thiết bị phân tích máy phá mẫu của hãng Velp, model DK 20.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.169 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 28/6/2017 Trang: 3/6
--	----------------------------	--

- Máy chưng cất đạm của hãng FOSS.
- Cân phân tích có độ chính xác $\pm 0.1\text{mg}$
- Cân kỹ thuật có độ chính xác $\pm 0.01\text{g}$
- Ống kejdahl 250ml
- Pipet thủy tinh (thể tích $5\pm 0.1\text{ mL}$ và $10\pm 0.1\text{ mL}$)
- Buret thủy tinh (thể tích $25\pm 0.1\text{ mL}$ và $10\pm 0.1\text{ mL}$)
- Micro Pipet (pipet Eppendorf), có thể điều chỉnh được thể tích ($100\text{-}1000\text{ }\mu\text{l} \pm 0.6\%$; $1\text{-}5\text{mL} \pm 0.6\%$).
- Các đầu típ 1mL và 5mL.
- Các ống nghiệm có nắp, thể tích 15mL.
- Các bình erlen 150ml; 250ml.
- Các bình định mức 50mL; 100mL; 500mL; 1000mL.

II. **Hóa chất và dung dịch hóa chất**

Tất cả các hóa chất sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích.

Các dung dịch hóa chất phải được pha với nước cất 2 lần khử ion.

1. **Hóa chất**

- Axit clohidric , $p = 1,18\text{ g/ml}$: Tinh khiết phân tích
- Axit sunfuric , $p = 1,84\text{ g/ml}$: Tinh khiết phân tích
- Kali sunfat, (K_2SO_4): Tinh khiết phân tích
- NaOH: Tinh khiết phân tích
- Acid Boric: tinh khiết phân tích
- Bromocresol blue
- Methyl red
- Ethanol 95%
- Bột kim loại Al, Cu, Zn
- HCl: tinh khiết phân tích
- Glycin
- Kali Nitrate
- Đá bọt

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.169 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 28/6/2017 Trang: 4/6
--	----------------------------	--

2. Dung dịch hóa chất

- Natri hydroxyt, dung dịch khoảng 300 g/l.
 - ✓ Hoà tan 320 g \pm 20 g natri hydroxit trong khoảng 800 ml nước. Để nguội đến nhiệt độ phòng và pha loãng bằng nước đến 1 l trong ống đong.
 - ✓ Giữ dung dịch trong bình polyetylen.
- Hợp kim Devarda: [khoảng 45% (m/m) Al, 50% (m/m) Cu và 5% (m/m) Zn], dạng bột. Chọn mua loại có hàm lượng nitơ càng thấp càng tốt.
- Dung dịch axit boric / chỉ thị
 - ✓ Hoà tan 0,10 g \pm 0,01 g bromocresol xanh và 0,020 g \pm 0,005 g metyl đỏ trong khoảng 80 ml etanol và pha loãng bằng etanol đến 100 ml trong ống đong.
 - ✓ Hoà tan 20 g \pm 1 g axit boric (H_3BO_3) trong nước ấm. Làm nguội đến nhiệt độ phòng. Thêm 10 ml \pm 0,5 ml dung dịch chỉ thị (xem 4.6.1) rồi pha loãng đến 1 l bằng nước trong ống đong.
- Dung dịch chuẩn axit clohydric, $c(HCl) = 0,01 \text{ mol/l}$: Dung dịch này được pha từ dung dịch axit clohydric và chuẩn hoá bằng Na_2CO_3 đến pH=4.5 hoặc Borax với chỉ thị bromolcresol xanh. Còn nếu sử dụng chuẩn HCl 0.01N thì không cần chuẩn độ lại.
- Dung dịch glycine, $p_N = 1000 \text{ mg/l}$: Hoà tan 5,362 g \pm 0,002 g glycine (H_2NCH_2COOH) trong khoảng 800 ml nước và pha loãng đến 1 l bằng nước trong bình định mức.
- Dung dịch glycine, $p_N = 10 \text{ mg/l}$: Dùng pipét hút 10 ml dung dịch glycine (4.8) cho vào bình định mức 1 vạch 1000 ml và thêm nước đến vạch. Chuẩn bị dung dịch này cho mỗi lô phân tích.
- Dung dịch gốc kali nitrat, $p_N = 1000 \text{ mg/l}$.
 - ✓ Hoà tan 7,215 g \pm 0,001 g kali nitrat (KNO_3) (đã sấy khô trước ở 105°C ít nhất trong 2 h) vào trong khoảng 750 ml nước. Chuyển định lượng vào bình định mức 1 vạch 1000 ml và làm đầy đến vạch mức bằng nước.
 - ✓ Giữ dung dịch trong bình thủy tinh không quá 2 tháng.
- Dung dịch chuẩn kali nitrat, $p_N = 10 \text{ mg/l}$.
 - ✓ Dùng pipet hút 5 ml dung dịch gốc 1000mg/L cho vào bình định mức 1 vạch 500 ml rồi thêm nước đến vạch mức.
 - ✓ Giữ dung dịch này trong bình thủy tinh không quá 1 tháng.

III. Kiểm soát QA/QC

Để đảm bảo chất lượng của quá trình phân tích, kiểm nghiệm viên phải thực hiện các công việc sau:

<p>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</p>	<p>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</p>	<p>Mã số: HD.TN.169 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 28/6/2017 Trang: 5/6</p>
---	-----------------------------------	--

- Vệ sinh thiết bị cất trước khi cất.
- Kiểm tra độ kín của bộ cất.
- Thực hiện mẫu Blank
- Mẫu Lập
- Thực hiện mẫu QC:
 - ✓ Mẫu QC kiểm soát nitơ: Lấy 50mL dung dịch Glycin 10mg/L và thực hiện như với mẫu theo B.IV.2
 - ✓ Mẫu QC kiểm soát Nitrate: Lấy 50mL dung dịch Kali nitrate 10mg/L và thực hiện như với mẫu theo B.IV.2.

IV. Tiến hành phân tích

1. Thực hiện mẫu Blank:

- Mẫu Blank được thực hiện giống mẫu nhưng sử dụng 50mL nước cất DI thay mẫu.
- Ghi lại thể tích dung dịch HCl 0.01M đã tiêu tốn trong chuẩn độ mẫu Blank (V_2)

2. Xác định mẫu.

a. Vô cơ hóa mẫu

Cảnh báo: Quá trình vô cơ hoá có thể sinh ra khí độc sunfua dioxit SO_2 . Hidrosunfua H_2S và/ hoặc hidro xianua HCN có thể được giải phóng từ những mẫu bị ô nhiễm. Do đó việc vô cơ hoá cần thực hiện trong tủ hút tốt.

- Dùng pipet hút 50 ml mẫu (xem chú thích 2) vào bình Kjeldahl. Thêm 4,0 ml $\pm 0,1$ ml axit sunfuric đậm đặc, 0,20 g $\pm 0,01$ g hợp kim Devarda và 2,00 g $\pm 0,05$ g kali sunfat.
- Sau ít nhất 60 min. Thêm vài hạt đá bọt và đun sôi lượng trong bình dưới tủ hút. Thể tích lượng trong bình giảm dần do nước bay đi.
- Khi khói trắng bắt đầu xuất hiện thì đặt phễu nhỏ vào cổ bình Kjeldahl để giảm sự bay hơi. Không đun đến cạn khô. Nhiệt độ của chất lỏng trong giai đoạn này không được vượt quá 370°C.
- Sau khi hết bốc khói thì quan sát định kỳ sự vô cơ hoá, sau khi chất lỏng trở thành không màu hoặc xanh nhẹ, tiếp tục đun 60 min ± 5 min nữa.

b. Cất mẫu

- Để bình nguội đến nhiệt độ phòng. Trong khi đó lấy 20 ml ± 2 ml dung dịch axit boric / chỉ thị vào bình hứng của máy chưng cất. Đảm bảo rằng đầu nút của sinh hàn nhúng sâu vào dung dịch chỉ thị.
- Thêm cẩn thận 10 ml ± 1 ml nước vào bình đã vô cơ hoá. Sau đó thêm 25 ml dung dịch natri hydroxit 300g/L và lập tức nối bình vào máy chưng cất.
- Đun bình sao cho tốc độ cất khoảng 5 ml/min.
- Dừng cất khi đã thu được khoảng 30 ml.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.169 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 28/6/2017 Trang: 6/6
--	----------------------------	--

c. **Chuẩn độ**

- Chuẩn độ phần cất được bằng axit clohydric 0,01 mol/l đến màu đỏ của hỗn hợp chỉ thị đã sẵn có trong bình hứng, ghi thể tích tiêu tốn V_1

C. TÍNH KẾT QUẢ

Nồng độ nitơ tổng số p_N , tính bằng miligam trên lít, được tính theo công thức :

$$p_N = \frac{V_1 - V_2}{V_0} \times c(\text{HCl}) \times 14,01 \times 1000$$

trong đó

- o V_0 : Thể tích của phần mẫu thử, mL
 - o V_1 : Thể tích dung dịch axit clohydric đã dùng để chuẩn độ mẫu. mL
 - o V_2 : Thể tích dung dịch axit clohydric đã dùng để chuẩn độ mẫu trắng, mL
 - o C_{HCl} : Nồng độ chính xác của dung dịch HCl đã dùng để chuẩn độ, mol/L
 - o 14,01: Khối lượng nguyên tử tương đối của nitơ.
- Biểu thị kết quả bằng P_N (mg/L)

D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

Kiểm soát thông qua các thông số sau:

- Mẫu Blank không phát hiện hoặc phát hiện < LOD
- Mẫu lặp có độ lặp không vượt quá: 10%
- Mẫu QC có nồng độ Nitơ trong khoảng 9.5 – 10.5mg/L.

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ

Kết quả báo cáo bao gồm các thông số sau:

- Trích dẫn tiêu chuẩn này.
- Mọi thông tin để nhận dạng mẫu
- Chi tiết về lưu giữ và bảo quản mẫu trước khi phân tích
- Kết quả mẫu lặp.
- Kết quả được lấy 2 số lẻ sau dấu phẩy, đơn vị mg/L.