

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.210 Ngày ban hành:01 Lần ban hành:28/6/2017 Trang: 1/6
---	----------------------------------	--

XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG AMMONI TRONG NƯỚC
THẢI BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHỨNG CẤT
VÀ CHUẨN ĐỘ
DETERMINATION OF AMMONIUM – DISTILLATION
AND TITRATION METHOD

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

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi

A. TỔNG QUAN

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.210 Ngày ban hành:01 Lần ban hành:28/6/2017 Trang: 2/6
---	----------------------------------	--

I. Phạm vi áp dụng.

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chưng cất và chuẩn độ để xác định amoni trong nguồn nước chưa xử lý, nước uống và nước thải.

Phương pháp này cho phép xác định hàm lượng amoni tính theo Nitơ như sau

Hàm lượng amoni tính theo Nitơ Trong mẫu	Thể tích mẫu
mg/L	mL
<10	250
10 – 20	100
20 – 50	50.0
50 - 100	25.0

II. Tài liệu tham khảo.

- SMEWW 4500 – NH₃ B. Preliminary distillation step
- SMEWW 4500 – NH₃ C. Titrimetric method
- TCVN 5988: 1995 – Chất lượng nước – Xác định amoni - phương pháp chưng cất và chuẩn độ

III. Nguyên tắc.

- Điều chỉnh pH của phần mẫu thử đến khoảng 6,0 - 7,4. Thêm magiê oxit để tạo môi trường kiềm yếu, chưng cất amoniac được giải phóng và thu vào bình chứa có sẵn dung dịch boric.
- Hàm lượng Amoni trong phần cất được hấp thu trong dung dịch acid boric có chỉ thị và sau đó chuẩn độ với HCl 0.01N hoặc H₂SO₄ 0.01N.

VI. 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, găng 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.

B. PHÂN TÍCH

I. Thiết bị và dụng cụ phân tích.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.210 Ngày ban hành:01 Lần ban hành:28/6/2017 Trang: 3/6
---	--	--

- Cân phân tích có độ chính xác: $\pm 0.1\text{mg}$
- Cân kỹ thuật có độ chính xác: $\pm 0.01\text{g}$
- Bộ cất nitơ Kjendalh;
- Phễu lọc, đường kính từ 8 cm đến 10 cm;
- Bình tam giác, dung tích 100 ml, 250 ml;
- Pipet bầu, dung tích 20 ml sai số $\pm 0,1\text{ ml}$;
- Buret, dung tích 25 ml
- Máy lắc;
- Bình định mức, dung tích 1000 ml.
- Máy cất nước khử Ion

II. **Hoá chất và chất chuẩn.**

1. **Hoá chất.**

- Nước cất hai lần khử ion (DI)
- NaOH: Tinh khiết phân tích
- Axit boric (H_3BO_3): Tinh khiết phân tích
- HCl đậm đặc: tinh khiết phân tích
- Sodium thiosulfate: tinh khiết phân tích
- Methyl red: tinh khiết phân tích
- Methyl blue: tinh khiết phân tích
- Ethanol: tinh khiết phân tích
- MgO: tinh khiết phân tích
- xanh bromothymol: Tinh khiết phân tích
- Ống tiêu chuẩn axit clohydric (HCl)

2. **Các dung dịch thuốc thử**

Tất cả các thuốc thử phải đạt độ tinh khiết phân tích và được pha với nước cất DI.

- Dung dịch dechlorinating:
 - ✓ Hòa tan 3.5g Sodium thiosulfate trong 1 L nước.
 - ✓ Sử dụng 1.0mL có thể loại được Chlorine 1mg/L trong 500mL mẫu.
- Dung dịch NaOH 6N: Hòa tan 240g NaOH trong 1000mL nước cất DI.
- Dung dịch NaOH 1N: Hòa tan 40g NaOH trong 1000mL nước cất DI.
- Hỗn hợp chỉ thị:
 - ✓ Hòa tan 200mg Methyl đỏ trong 100mL Ethanol 95%.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.210 Ngày ban hành:01 Lần ban hành:28/6/2017 Trang: 4/6
---	--	--

- ✓ Hòa tan 100mg Methyl xanh trong 50mL Ethanol 95%.
- ✓ Trộn hai hỗn hợp trên lại với nhau.
- Dung dịch hấp thụ axit boric 2 %/ chỉ thị:
 - ✓ Dùng cân kỹ thuật cân 20 g axit boric cho vào bình định mức đã đựng sẵn 700 ml nước cất không có nitơ dạng amoni (NH_4^+). Khuấy cho tan hết và để nguội. Chuyển vào bình định mức 1 000 ml đựng sẵn 10 ml chỉ thị màu hỗn hợp. Lắc trộn đều.
- Dung dịch chỉ thị xanh bromothymol 0,5g/l: Hoà tan $0,5 \pm 0,02$ g xanh bromothymol vào nước và pha loãng thành 1 lít.
- Dung dịch chuẩn axit HCl 0,01N hoặc HCl tự pha. Khi sử dụng HCl tự pha thì phải chuẩn lại nồng độ bằng Na_2CO_3 đến pH=4.5 hoặc sodium borate với chỉ thị bromocresol xanh.

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.

- Làm sạch hệ thống chưng cất:
 - ✓ Cần làm sạch máy chưng cất bằng phương pháp sau đây mỗi khi máy ngừng làm việc trong ít ngày. Lấy khoảng 350ml nước DI vào bình cất. Thêm vài hạt đá bọt, nối lắp máy và tiến hành cất đến khi thu được ít nhất 100ml nước. Đổ bỏ phần cất được và phần dư trong bình cất
- Mẫu Lập
- Thực hiện mẫu QC để kiểm tra độ kín của hệ cất như sau:
 - Cất 25mL của của N-NH_4^+ có hàm lượng 100mg/L để kiểm tra độ kín của hệ chưng cất. Hiệu suất của quá trình chưng cất không được thấp hơn 99.5%

VI. xử lý mẫu.

1. Nhiễm và loại bỏ nhiễu:

- Chất cản trở chính là ure vì nó cũng bị chưng cất dưới dạng amoniac trong các điều kiện tương tự và làm cao kết quả.
- Các amin dễ bay hơi cũng bị chưng cất và phản ứng với axit trong quá trình chuẩn độ, và như vậy làm cao kết quả.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.210 Ngày ban hành:01 Lần ban hành:28/6/2017 Trang: 5/6
---	----------------------------------	--

- Các cloramin có trong mẫu nước đã được clo hoá bị xác định bằng phương pháp tương tự và được loại bằng dung dịch sodium thiosulfate
- 2. **Chuẩn bị mẫu.**
 - Lấy mẫu vào bình bằng polyetylen hoặc thủy tinh. Mẫu lấy xong cần phân tích càng sớm càng tốt, nếu lưu giữ cần để ở 2 - 5°C. Axit hoá mẫu bằng axit sunfuric đến pH < 2 giúp cho lưu giữ mẫu tốt, nhưng phải hết sức tránh để mẫu đã axit hoá hấp thụ amoniac từ không khí.
- 3. **Phương pháp tiến hành.**
 - a. **Chiết mẫu**

Thể tích mẫu dùng để chưng cất được chọn theo bảng 1 sau:

Hàm lượng ammoni tính theo Nitơ Trong mẫu	Thể tích mẫu
mg/L	mL
< 10	250
10 – 20	100
20 – 50	50.0
50 - 100	25.0

- b. **Chưng cất mẫu**
 - Lấy 50 ± 5 ml dung dịch axit boric/ chỉ thị vào bình hứng của máy chưng cất. Cần để đầu mút của ống chảy ra từ sinh hàn ngập trong dung dịch axit boric. Lấy phần mẫu thử theo bảng 1 vào bình cất.
 - Chú thích: Nếu mẫu chứa clo, đuổi clo bằng cách thêm vài tinh thể natri thiosunfat.
 - Thêm vài giọt dung dịch chỉ thị xanh bromothymol, và nếu cần thì điều chỉnh pH đến khoảng từ 6,0 (chỉ thị có màu vàng) đến 7,4 (chỉ thị có màu xanh) bằng dung dịch NaOH 1N hoặc axit H₂SO₄ 1N. Sau đó thêm nước DI vào bình cất đến thể tích tổng cộng khoảng 350 ml.
 - Thêm vào bình cất $0,25 \pm 0,05$ g magie oxit nhẹ và vài hạt đá bọt. [Thêm chất chống tạo bọt có thể cần với một số mẫu nước thải]. Lắp ngay bình cất vào máy.
 - Đun nóng bình cất sao cho tốc độ chảy vào bình hứng khoảng 10ml/ phút. Dừng cất khi đã thu được khoảng 200ml ở bình hứng.
 - Thực hiện cất mẫu Blank trước khi chưng cất mẫu.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.210 Ngày ban hành:01 Lần ban hành:28/6/2017 Trang: 6/6
---	----------------------------------	--

c. Chuẩn độ

- Dung dịch sau cất được chuẩn độ với dung dịch HCl 0.01N cho tới khi chuyển sang màu tím nhạt thì ngừng chuẩn độ và ghi thể tích V_1
- Thực hiện chuẩn độ mẫu Blank và ghi thể tích HCl 0.01N tiêu tốn V_2

C. **TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.**

Tính hàm lượng ammoni trong mẫu công thức sau:

$$\text{Hàm lượng N}_{\text{NH}_4}(\text{mg/L}) = \frac{(V_1 - V_2) \times C_{\text{HCl}} \times 1000 \times 14}{V}$$

Trong đó:

- o V : Thể tích mẫu (mL).
- o V_1 : Thể tích dung dịch axit HCl 0.01N chuẩn đã dùng khi chuẩn độ mẫu (mL).
- o V_2 : Thể tích dung dịch axit HCl 0.01N chuẩn đã dùng khi chuẩn độ mẫu Blank(mL).

D. **KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC**

- ✓ Hiệu suất thu hồi mẫu QC kiểm tra độ kín
- ✓ Mẫu Blank không phát hiện hoặc phát hiện < LOD
- ✓ Độ lặp của mẫu lặp có độ lệch không quá 10%

E. **BÁO CÁO KẾT QUẢ.**

Kết quả phân tích được báo cáo theo biểu mẫu BM.15.04b bao gồm các thông tin sau:

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Đặc điểm nhận dạng mẫu;
- Thời gian phân tích.
- Kết quả mẫu Blank.
- Mẫu lặp