

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.142 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 20/05/2016 Trang: 1/ 8
--	--	--

**XÁC ĐỊNH TỔNG DẦU KHOÁNG VÀ DẦU MỠ
ĐỘNG THỰC VẬT TRONG NƯỚC THẢI VÀ NƯỚC BIỂN**

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

- 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.142 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 20/05/2016 Trang: 2/ 8
---	----------------------------------	--

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 nước biển và nước thải.

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

Phương pháp này dùng để xác định hàm lượng HEM, SGT-HEM trong khoảng 5-1000 mg/L. Phạm vi có thể mở rộng ra khoảng cao hơn bằng cách lấy lượng mẫu nhỏ hơn trong chai đựng mẫu được lấy riêng biệt.

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”

III. Nguyên tắc.

Mẫu được acid hóa, sau đó chiết lên dung môi hexane 99% (n-hexan 85%) trong bình lóng. Dịch chiết được làm khan qua lớp natri sulfat.

Cô quay dịch chiết thu hồi dung môi. Cặn chiết được làm khô và cân để xác định HEM. Nếu có yêu cầu xác định SGT-HEM thì dịch chiết được hòa tan lại bằng hexan.

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 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.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.142 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 20/05/2016 Trang: 3/ 8
---	----------------------------------	--

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 lóng 1L với nắp PTFE
- Bình cầu 250mL đáy bằng
- Phễu lọc bằng thủy tinh
- Bông thủy tinh
- 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

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.142 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 20/05/2016 Trang: 4/ 8
---	--	--

Ghi chú: Dụng cụ thủy tinh phải được rửa bằng dung dịch tẩy rửa ấm. 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 H₂SO₄ 6N (Trộn HCl đậm đặc: nước cất tỷ lệ 1:1 hoặc H₂SO₄: 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)

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 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 QC: Mẫu spike chuẩn trên nền mẫu

b. Mẫu thêm chuẩn (QC)

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.142 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 20/05/2016 Trang: 5/ 8
---	----------------------------------	--

- Mẫu QC là mẫu thêm chuẩn ở nồng độ 10 mg/L. Sau đó tiến hành phân tích như mẫu thật để xác định độ chính xác. 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 chất phân tích thêm vào mẫu

VI. Xử lý mẫu.

1. Chuẩn bị mẫu:

Theo “Hướng dẫn công việc đồng nhất mẫu trong phòng thí nghiệm – HD.KT.022”.

2. Phương pháp tiến hành:

Tất cả các mẫu phải được acid hóa pH<2 và lưu mẫu trong tủ mát từ 0-6°C. Trong quá trình lấy mẫu, không được nhúng giấy pH trực tiếp vào chai đựng mẫu vì một số chất trong mẫu sẽ bị giữ lại trên giấy pH.

a) Xác định HEM

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

Đặt mẫu ra ngoài tủ lạnh để cân bằng với nhiệt độ phòng.

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)

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.142 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 20/05/2016 Trang: 6/ 8
---	----------------------------------	--

Cô quay bình cầu ở nhiệt độ 40-45°C đến gần cạn. Thổi khô bình cầu bằng khí N₂.

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 (M₁) (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)

b) 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 x 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:

$$V_a = 1000 * V_t / W_h$$

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

V_t = tổng thể tích dung dịch A

W_h = khối lượng HEM

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.142 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 20/05/2016 Trang: 7/ 8
---	----------------------------------	--

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 .

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

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.142 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 20/05/2016 Trang: 8/ 8
---	----------------------------------	--

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