

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.230 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 1/5
--	--	---

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SILIC (Si) TRONG NƯỚC
BẰNG PHƯƠNG PHÁP TRẮC QUANG PHÂN TỬ UV/
VIS**

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Trần Minh Thứ	Trần Thái Vũ	Trần Thái Vũ

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi
1		Thay đổi format SOP	29/12/2107

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.230 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 2/5
--	--	---

A. TỔNG QUAN

I. Phạm vi áp dụng.

Phương pháp này được áp dụng để định lượng Si trong nước bằng phương pháp trắc quang phân tử UV/VIS.

<i>STT</i>	<i>Kim loại</i>	<i>MLOD, mg/L</i>	<i>LOQ, mg/L</i>
1	Si	0.4	1.2

II. Tài liệu tham khảo.

Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo: SMEWW 4500-Si

III. Nguyên tắc.

Trong môi trường pH 3 - 4 , SiO_2 và các dẫn xuất của nó sẽ tồn tại dưới dạng H_2SiO_3 (Silicic acid). H_2SiO_3 sẽ kết hợp với $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ (Molybdate ammonium) hình thành phức chất molybdosilicate có màu vàng, cường độ màu phụ thuộc vàng hàm lượng H_2SiO_3 có trong mẫu ở bước sóng 410 nm

IV. Thông tin an toàn phòng thí nghiệm.

- 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.
- 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. Thiết bị và dụng cụ phân tích.

- Thiết bị cơ bản.
 - Cân phân tích, độ chính xác 1mg và 0.1 mg
 - Giấy lọc bằng vàng
 - Bình định mức (CCX A): 50mL, 100mL, 1000 mL
 - Dụng cụ thủy tinh các loại
 - Micropipet 1 mL
- Thiết bị phân tích

Hệ thống quang phổ phân tử UV/VIS Shimadzu UV-2401PC, phần mềm UVProbe 2.34 điều khiển và ghi dữ liệu

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.230 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 3/5
--	--	---

II. Hoá chất và chất chuẩn.

1. Hoá chất.

- Dung dịch HCl 1:1: hút 25 ml HCl vào bình định đã có sẵn 10 ml DI định mức đến vạch 50ml.
- Dung dịch oxalic 0.1N: 6.304g định mức 1000 ml.
- Thuốc thử ammonium molybdate reagent: hòa tan 10g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}.4\text{H}_2\text{O}$ trong nước khuấy đều và định mức 100 ml.

2. Chất chuẩn.

- Chuẩn gốc và dung dịch chuẩn gốc (Bảo quản nhiệt độ $<30^\circ\text{C}$, sử dụng 3 tháng):
Dung dịch chuẩn gốc Silicon 100 mg/L
- Dung dịch chuẩn làm việc: Tiến hành pha loãng trung gian để được các dung dịch chuẩn làm việc có nồng độ từ 500-20000 $\mu\text{g/L}$

STT	m Silicon <small>100mg/L</small> ml	V _{định mức} (mL)	Nồng độ chuẩn làm việc ($\mu\text{g/L}$)
1	0.25	50	500
2	0.50		1000
3	1.0		2000
4	2.0		5000
5	5.0		10000
6	10.0		20000

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: thực hiện song song với mẫu phân tích
- Mẫu Blank matrix: Mẫu blank phù hợp với nền mẫu phân tích.
- Mẫu QC spike: thực hiện thêm chuẩn ít nhất một trong các nồng độ 2 ppm, 5 ppm, 10ppm

VI. xử lý mẫu.

1. Chuẩn bị mẫu.

Đồng nhất và bảo quản mẫu theo hướng dẫn thí nghiệm “HD.KT.022” mục 4.3

2. Phương pháp tiến hành.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.230 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 4/5
--	--	---

- Dùng pipet lấy 50 mL mẫu vào ống ly tâm 50 ml. Cho 1 ml HCL 1:1 và 2 ml Molybdate đầy nắp lắc đều. Để yên 5 phút. Cho thêm 2ml acid oxalic lắc đều để yên 2 phút.
- Hiện màu với thuốc thử Molybdate:
 - Mẫu sẽ hiện màu vàng khi cho molybdate, tùy theo lượng silic có trong mẫu mà màu sẽ đậm hay nhạt
 - Mẫu chỉ bền không quá 15 phút.
 - Đo màu ở bước sóng 410 nm khi cho acid oxalic sau 2 phút

Thực hiện mẫu trắng blank song song

V. Phân tích

1. Thông số thiết bị:

- Bước sóng 410 nm
- Cuvette: 1 cm

2. Trình tự của quá trình đo mẫu

- Sau khi hệ thống ổn định, các mẫu sẽ được đo theo trình tự sau:
 - o Các dung dịch chuẩn có nồng độ từ thấp đến cao;
 - o Mẫu trắng
 - o Mẫu cần kiểm nghiệm.
 - o Mẫu thêm chuẩn

Chú ý: Khi phân tích mẫu hàng loạt, tiêm xen kẽ một điểm chuẩn sau khi phân tích chuỗi 5 mẫu và kết thúc là một điểm chuẩn.

C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.

- Xây dựng đường chuẩn biểu thị mối quan hệ giữa độ hấp thụ với nồng độ tương ứng. Kết quả chất cần phân tích trong mẫu được tính toán thông qua độ hấp thụ tương ứng so với đường chuẩn, theo công thức sau:

$$C = C_0 \times f / 1000$$

Trong đó:

- o C : nồng độ Si trong mẫu, mg/L
- o C_0 : nồng độ Si đo được, $\mu\text{g/L}$
- o f : hệ số pha loãng (nếu có)

D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.230 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 5/5
--	--	---

- Đường chuẩn phải có độ tuyến tính tốt (ít nhất là 05 điểm chuẩn), hệ số tương quan hồi qui tuyến tính (R^2) phải lớn hơn hoặc bằng 0.998.
- Độ lệch của các dung dịch chuẩn tiêm xen kẽ giữa các mẫu phân tích không vượt quá $\pm 10\%$ giá trị thật.
- Mẫu lặp lại được thực hiện ít nhất 1 lần cho một lô mẫu (≤ 20 mẫu). Độ lệch tương đối giữa hai mẫu lặp lại không quá $\pm 10\%$.
- Mẫu QC Spike: hiệu suất thu hồi nằm trong khoảng 80-110 %.

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ.

- Kết quả báo cáo phân tích được ghi nhận lại trong Biểu mẫu BM.15.04a và BM.15.06