

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.144 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 1/5
--	--	---

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG Cr (VI) TRONG NƯỚC UỐNG,
NƯỚC MẶT, NƯỚC THẢI BẰNG PHƯƠNG PHÁP
TRẮC QUANG PHÂN TỬ UV/VIS**

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Trần Minh Thứ	Trịnh Thị Minh Nguyệt	Trịnh Thị Minh Nguyệt

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.144 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 Cr (VI) trong nước bằng cách đo quang phân tử UV/VIS.

<i>STT</i>	<i>Kim loại</i>	<i>MLOD, mg/L</i>	<i>LOQ, mg/L</i>
1	Cr(VI)	0.05	0.15

II. Tài liệu tham khảo.

Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo: SMEWW 3500-Cr B.Colorimetric Method & TCVN 6658:2000

III. Nguyên tắc.

Trong môi trường acid , phản ứng giữa Cr(VI) và thuốc thử Diphenylcarbazide (DPC) xảy ra, để tạo nên màu tím đỏ của phức crom- 1,5- diphenylcacbazon. Đo độ hấp thụ của phức này ở bước sóng 540 nm.

VI. 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 băng 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.144 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 3/5
--	--	---

II. Hoá chất và chất chuẩn.

1. Hoá chất.

- *Dung dịch đệm phosphat, pH = 9,0 ± 0,2*: Hoà tan 456 g kalihydro phosphat ngậm ba phân tử nước ($K_2HPO_4 \cdot 3 H_2O$) trong 1000ml nước. Kiểm tra pH, nếu cần thì điều chỉnh.
- *Dung dịch natri hydroxit*: Hoà tan 20 g natri hydroxit (NaOH) trong 100 ml nước.
- *Axit phosphoric dung dịch A*: Hoà tan 10 ml axit phosphoric (H_3PO_4 , d =1,71 g/ml) vào 100 ml nước.
- *Axit phosphoric dung dịch B*: Hoà tan 700 ml axit phosphoric (H_3PO_4 , d =1,71 g/ml) trong 1000 ml nước.
- *Dung dịch nhôm sunfat*: Hoà tan 247 g nhôm sunfat [$Al_2 (SO_4)_3 \cdot 18H_2O$] trong 1000 ml nước.
- *Thuốc thử Diphenylcarbazide* : hòa tan 250mg 1,5-diphenylcarbazide trong 50mL acetone, lưu trữ trong lọ tối màu, chuẩn bị hàng tuần và loại bỏ nếu thuốc thử đổi màu.

2. Chất chuẩn.

- *Chuẩn gốc và dung dịch chuẩn gốc (Bảo quản nhiệt độ <30°C, sử dụng 3 tháng)*:
Dung dịch chuẩn gốc $K_2Cr_2O_7$ 1000 mg/L: Cân 0.286g $K_2Cr_2O_7$ trong 100ml nước cất DI, định mức lên 100ml trong bình định mức 100ml.
- *Dung dịch chuẩn trung gian 10 mg/L*: Cân chính xác khoảng 0.5 g chất chuẩn Cr VI 1000 mg/L cho vào ống ly tâm 50 mL (ghi lại khối lượng cân), định mức đến 50 g bằng nước cất .
- *Dung dịch chuẩn làm việc*: Tiến hành pha loãng trung gian để được các dung dịch chuẩn làm việc có nồng độ từ 50-2000 µg/L

STT	$m_{Cr(VI) 10 \text{ mg/L}}$ (g)	$V_{\text{định mức}}$ (mL)	Nồng độ chuẩn làm việc (µg/L)
1	0.25	50	50
2	0.50		100
3	1.0		200
4	2.5		500
5	5.0		1000
6	10.0		2000

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.144 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 4/5
--	--	---

--	--	--	--

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: spike ít nhất một trong các nồng độ sau: 0.1 , 0.5 , 1 ppm

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.

Loại các thành phần gây nhiễu (Mo, Hg, V, Fe, Cu) bằng dung dịch Cupferron

- Dùng pipet lấy 25 mL mẫu bình lỏng 125mL. Thêm nước cho tới vạch 40mL, ngâm trong bể nước lạnh, thêm 5 mL dung dịch Cupferron lạnh. Lắc mạnh, đều, để yên trong bể khoảng 1 phút. Lắc chiết ba lần với mỗi lần 5mL CHCl₃, chờ tới khi tách lớp, loại bỏ lớp CHCl₃, chuyển định lượng phần còn lại vào bình nón 125 mL, đun sôi cho bay hết CHCl₃ và để nguội, thêm 5mL HNO₃ và 3mL H₂SO₄, đun sôi mẫu cho tới khi xuất hiện khói SO₃, để nguội thêm từ từ 5mL HNO₃. tiếp tục đun sôi cho tới khi xuất hiện hơi SO₃ để loại bỏ các chất hữu cơ, để nguội, tráng thành bình bằng nước, tiếp tục đun sôi để đuổi hết HNO₃, để nguội, định mức lên 25 mL.

Hiện màu với thuốc thử Dilphenylcarbazide

- Lấy 25 mL mẫu đã qua loại nhiễu vào ống ly tâm 50mL thêm 0.25 mL H₃PO₄, điều chỉnh pH tới 1 ± 0.3 bằng H₂SO₄ 0.2N. định mức tới vạch bằng nước cất.
- Thêm 2 mL dung dịch diphenylcarbazide, chờ ổn định màu khoảng 5 – 10 phút, so màu tại bước sóng 540 nm.

Thực hiện mẫu trắng blank song song

V. Phân tích

1. Thông số thiết bị:

- Bước sóng 510 nm

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.144 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 5/5
--	--	---

- Cuvette: 1 cm

2. Trình tự của quá trình tiêm mẫu trên thiết bị phân tích.

- 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 thu với nồng độ tương ứng. Kết quả chất cần phân tích trong mẫu được tính toán thông qua độ hấp thu tương ứng so với đường chuẩn, theo công thức sau:

$$C = C_0 \times f$$

Trong đó:

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

D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

- 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