

[illegible]

## A. GIỚI THIỆU

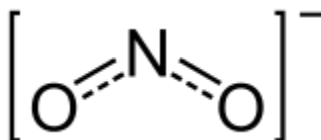
### 1. Phạm vi áp dụng

Phương pháp này được áp dụng để định lượng nitrit trong nước bằng phương pháp so màu (UV-VIS). Giới hạn phát hiện của phương pháp xác định là 0.006ppm và giới hạn định lượng 0.020ppm.

### 2. Tài liệu tham khảo

Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo: **SMEWW4500-NO<sub>2</sub>**

### 3. Công thức cấu tạo



Nitrite: NO<sub>2</sub><sup>-</sup>

Mw: 46.01 g/mol

### 4. Nguyên tắc

Nitrit phản ứng tạo phức với hỗn hợp thuốc thử sulfanilamide và N-(1-naphthyl)-ethylenediamine dihydrochloride tại pH 2.0-2.5 và được xác định trên hệ thống UV-VIS tại bước sóng 543nm.

## B. 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.

## C. THIẾT BỊ, DỤNG CỤ

### 1. Thiết bị

- Cân phân tích, độ chính xác 0,1 mg và 1 mg
- Máy lắc Vortex.
- Ống ly tâm nhựa 50 mL có nắp đậy
- Bình định mức (CCX A): 50mL, 10mL, 1000mL

e. Pipet vạch (CCX A): 1mL, 10 mL

f. Dụng cụ thủy tinh các loại

g. Micropipet 1 mL và 200  $\mu$ L.

## 2. Hệ thống so màu UV-VIS

Hệ thống so màu UV-2401PC.

## **D. HÓA CHẤT VÀ DUNG DỊCH THỬ**

### 1. Hóa chất

a. Dung dịch chuẩn nitrit 1000ppm hãng Sigma-Aldrich hoặc tương đương

b. Nước cất 2 lần khử ion.

c.  $\text{H}_3\text{PO}_4$  đđ, TKPT

d. Sulfanilamide, TKPT

e. N-(1-naphthyl)-ethylenediamine dihydrochloride, (Merck)

### 2. Dung dịch thuốc thử:

- Thêm 100ml acid phosphoric 85% và 10g sulfanilamide vào 800ml nước cất khử ion, sau khi sulfanilamide tan hoàn toàn, thêm 1g N-(1-naphthyl)-ethylenediamine dihydrochloride, khuấy cho tan hết, sau đó định mức đến 1000ml bằng nước cất khử ion.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</b>	Mã số: HD.TN.059 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 04/01/2018 Trang: 4/4
---	----------------------------	---

## E. CHẤT CHUẨN

### 1. Dung dịch chuẩn trung gian

- Dung dịch chuẩn trung gian 100mg/L: Rút 1 mL dung dịch chuẩn gốc 1000 mg/L cho vào bình định mức 10 mL, định mức đến vạch bằng nước cất được dung dịch chuẩn 100 mg/L.

- Dung dịch chuẩn trung gian 5mg/L: Rút 0.25mL dung dịch chuẩn gốc 1000mg/L cho vào bình định mức 50 mL, định mức đến vạch bằng nước. Ta thu được dung dịch chuẩn 5mg/L.

### 2. Dung dịch chuẩn làm việc

Tiến hành pha loãng chuẩn trung gian trong nước để được các dung dịch chuẩn làm việc có nồng độ từ 0.005 đến 2 mg/L.

Nồng độ chuẩn trung gian, ppm	Vrút, mL	Vdm, mL	Nồng độ cuối, mg/L
5	0.05	50	0.005
	0.1	50	0.01
	0.2	50	0.02
	0.5	50	0.05
	1	50	0.1
	2	50	0.2
	5	50	0.5
	10	50	1
	20	50	2

- Sau đó thêm vào 2ml dung dịch thuốc thử vào từng điểm chuẩn ở trên, lắc đều để ít nhất 10 phút rồi đo quang ở bước sóng 543nm.
- Dùng 50mL nước cất và thêm 2 ml thuốc thử như trên để làm dung dịch so sánh.

## F. PHƯƠNG PHÁP TIẾN HÀNH

### 1. Chuẩn bị mẫu

Mẫu được bảo quản ở nhiệt độ 4°C

### 2. Xử lý mẫu

- Nếu mẫu có cặn lơ lửng, lọc qua giấy lọc.

- Nếu pH của mẫu không nằm trong khoảng 5 đến 9 thì phải dùng HCl 1N hoặc NH<sub>4</sub>OH 0.1N để chỉnh về.
- Lấy 50ml mẫu hoặc 50ml của mẫu sau khi pha loãng thêm vào 2ml dung dịch thuốc thử, lắc đều để ít nhất 10 phút rồi đo quang ở bước sóng 543nm.
- Nếu độ hấp thu của mẫu nằm ngoài đường chuẩn thì pha loãng rồi lấy 50mL dung dịch sau pha loãng và thêm 2ml thuốc thử, lắc đều để ít nhất 10 phút rồi đo quang ở bước sóng 543nm.
- Dựa vào các giá trị mật độ quang thu được, xây dựng đường chuẩn biểu thị mối quan hệ giữa độ hấp thu và nồng độ.

### 3. Phân tích trên UV-VIS

- Bước sóng: 543 nm.

### 4. Trình tự đo mẫu

Sau khi hệ thống ổn định, các mẫu sẽ được đo theo trình tự sau:

- a. Các dung dịch chuẩn có nồng độ từ thấp đến cao;
- b. Mẫu cần kiểm nghiệm.
- c. Mẫu thêm chuẩn
- d. Chuẩn check

## G. YÊU CẦU VỀ ĐỘ TIN CẬY CỦA PHÉP PHÂN TÍCH

1. 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 0.995.
2. Độ lệch của các dung dịch chuẩn đo xen kẽ giữa các mẫu phân tích không vượt quá  $\pm 10\%$  giá trị thật.
3. Tuy nhiên, nếu mẫu không phát hiện thì có thể không dựng đường chuẩn mà chỉ so sánh với một điểm chuẩn và với mẫu recovery ngay tại ngưỡng định lượng của phương pháp.

## H. TÍNH KẾT QUẢ

Xây dựng đường chuẩn biểu thị mối quan hệ giữa độ hấp thu với nồng độ tương ứng. Từ độ hấp thu của mẫu suy ra được nồng độ, và tùy theo hệ số pha loãng để tính ra được nồng độ có trong mẫu:

$$C = C_0 * f$$

Trong đó:

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</b>	Mã số: HD.TN.059 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 04/01/2018 Trang: 6/4
---	----------------------------	---

- C: nồng độ nitrit trong mẫu, ppm
- $C_0$ : nồng độ nitrit trong đường chuẩn, mg/L
- f: hệ số pha loãng.

## I. BÁO CÁO KẾT QUẢ

Kết quả báo cáo phân tích được ghi nhận lại trong phiếu phân tích BM.15.04b

Người soạn thảo	Xem Xét	Người phê duyệt
Nguyễn Thị Xuân Maii	Trần Thái Vũ	Trần Thái Vũ