

<b>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</b>	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</b>	Mã số: HD.TN.070 Lần ban hành: 03 Ngày ban hành: 28/6/2017 Trang: 1/7
--	----------------------------	--

**ĐỊNH LƯỢNG PHOTPHO TỔNG TRONG NƯỚC THẢI  
BẰNG PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ (UV-VIS)  
(DETRMINATION OF TOTAL PHOSPHORUS IN WATER  
AND WASTE WATERS BY SPECTROPHOTOMETER  
METHOD UV-VIS)**

<b>Biên soạn</b>	<b>Xem xét</b>	<b>Phê duyệt</b>
Trịnh Thị Minh Nguyệt	Trần Thái Vũ	Trần Thái Vũ

**THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU**

<b>STT</b>	<b>Vị trí</b>	<b>Nội dung sửa đổi</b>	<b>Ngày sửa đổi</b>

**A. GIỚI THIỆU**

## I. Phạm vi áp dụng

- Quy trình này được sử dụng để xác định Photpho trong nước thải sinh hoạt, nước thải công nghiệp, nước ngầm, nước uống, nước cấp sinh hoạt, nước mặt, và nước mặn.
- Lượng mẫu tối thiểu để thực hiện phân tích là 250 ml.

## II. Nguyên tắc

- Mẫu sau khi được đồng nhất sẽ được phân huỷ các hợp chất ở dạng hữu cơ về dạng photpho hoặc photphate bởi acid sulfuric và kali persulfate.
- Orthophosphate trong dung dịch sau phá mẫu phản ứng với Ammonium molybdate và Antimony potassium tartrate trong môi trường acid trung bình tạo thành heteropoly acid – phosphomolybdic acid . Lượng dư của molybdenum tạo màu xanh (Blue) với Ascorbic acid.

## III. Tài liệu tham khảo

- SMEWW 4500P.B&E, 2012

## IV. 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, gang 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.

## V. Các yếu tố gây nhiễu và loại nhiễu

- As phản ứng với tác chất Molybdate cho hợp chất coa màu xanh giống phosphate. Với nồng độ As 0.1mg/L có ảnh hưởng đến kết quả phân tích.
- As tạo màu với orthophosphate, loại bằng cách thêm một lượng  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
- Hexavalent Chromium và  $\text{NO}_2^-$  có ảnh hưởng đến kết quả khoảng 3% ở nồng độ 1mg/L và 10 – 15% ở nồng độ  $\geq 10\text{mg/L}$
- Sulfide ( $\text{Na}_2\text{S}$ ) và Silicate ở nồng độ 1.0 – 10mg/L không ảnh hưởng đến kết quả.

## B. PHÂN TÍCH

### I. Thiết bị và dụng cụ

- Thiết bị phân tích UV-VIS của hãng Shimadzu, model UV-2401PC có màn hình LCD tích hợp trên thân máy
- Cuvet thủy tinh 1cm
- Cân phân tích có sai số  $\pm 0.1\text{mg}$

- Cân kỹ thuật có sai số  $\pm 0.01\text{g}$
- Pipet thủy tinh (thể tích  $5\pm 0.1\text{ mL}$  và  $10\pm 0.1\text{ mL}$ )
- Micro Pipet (pipet Eppendorf), có thể điều chỉnh được thể tích (  $100\text{-}1000\text{ }\mu\text{l} \pm 0.6\%$ ;  $1\text{-}5\text{mL} \pm 0.6\%$ ).
- Các đầu típ 1mL và 5mL.
- Các ống nghiệm có nắp, thể tích 15mL.
- Các bình định mức 50mL; 100mL; 500mL; 1000mL.

## II. Hóa chất, chất chuẩn

### 1. Hóa chất

- Nước cất 2 lần khử ion.
- $\text{H}_2\text{SO}_4$  đậm đặc: Tinh khiết phân tích
- NaOH: tinh khiết phân tích
- Ammonium Molybdate: Tinh khiết phân tích
- Antimony potassium tatarate ( $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6.1/2\text{H}_2\text{O}$ ): Tinh khiết phân tích.
- Ascorbic acid: Tinh khiết phân tích.
- Kali persulfate: tinh khiết phân tích.
- Phenolphthalein: Tinh khiết phân tích.

### 2. Dung dịch hóa chất.

Chỉ sử dụng nước deion để pha hoá chất và chất chuẩn. Các hoá chất sử dụng phải đạt độ tinh khiết phân tích.

- Dung dịch  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5N: Hòa tan 70mL dung dịch acid sulfuric đậm đặc vào bình định mức 500mL có sẵn 300mL nước DI, định mức lên 500mL bằng nước DI.
- Dung dịch  $\text{H}_2\text{SO}_4$ : Hòa tan 300mL dung dịch acid sulfuric đậm đặc vào bình định mức 1000mL có sẵn 300mL nước DI, định mức lên 1000mL bằng nước DI.
- Dung dịch Antimony potassium tartrate:
  - ✓ Hòa tan 1.3715g  $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6.1/2\text{H}_2\text{O}$  trong 400mL nước DI, chuyển toàn bộ vào bình định mức 500mL và định mức lên đến vạch bằng nước DI.
  - ✓ Dung dịch được bảo quản trong chai thủy tinh.
- Dung dịch Ammonium molybdate:
  - ✓ Hoà tan 20g Ammonium molybdate ngậm 4 nước trong 500mL nước cất DI.
  - ✓ Dung dịch được bảo quản trong chai thủy tinh.
- Dung dịch Ascorbic acid 0.1M:
  - ✓ Hòa tan 1.76g ascorbic acid trong 100mL nước cất DI.
  - ✓ Dung dịch được bảo quản trong chai thủy tinh ở nhiệt độ  $4^\circ\text{C}$  trong 1 tuần.
- Dung dịch Phenolphthalein 1%: hòa tan 1g Phenolphthalein trong 100mL

nước cất DI.

➤ **Dung dịch khử:**

- ✓ Cho theo thứ tự 50mL dung dịch  $H_2SO_4$  5N, 5mL dung dịch Antimony potassium tartrate, 15mL dung dịch Ammonium molybdate và 30mL dung dịch ascorbic acid 0.1M vào bình tam giác 250mL. Lắc đều cho dung dịch tan hết.
- ✓ Các tác nhân được để ở nhiệt độ phòng.
- ✓ Nếu dung dịch bị đục, lắc nhẹ dung dịch và để yên vài phút cho đục tan hết.
- ✓ Tác nhân được để ổn định trong 4h trước khi sử dụng.

**3. Chuẩn bị dung dịch chuẩn**

- *Pha dung dịch chuẩn làm việc hàng ngày trước khi phân tích. Khi pha dung dịch chuẩn trung gian và chuẩn làm việc phải lấy dung dịch chuẩn gốc ra để ở nhiệt độ phòng rồi mới được tiến hành pha;*
- *Không được dùng pipét hút thẳng vào dung dịch chuẩn gốc mà phải đổ dung dịch đó ra cốc sạch, khô để hút. Nếu còn thừa không được đổ trở lại mà phải đổ đi.*

**a. Dung dịch chuẩn gốc**

- Sấy  $KH_2PO_4$  (Merck) tinh khiết ở  $103^\circ C$  trong 3 giờ, để nguội trong bình hút ẩm.
- Cân 439mg  $KH_2PO_4$  (đã sấy khô ở  $103^\circ C$ ) trên cân phân tích HV.023.H, hòa tan và định mức tới 100ml bằng nước deion. Được dung dịch chuẩn P có nồng độ 1000mg/L.
- Dung dịch chuẩn được bảo quản trong chai nhựa.
- Ghi các thông tin về chuẩn bị chất chuẩn vào trong sổ nhật ký pha hóa chất.
- Bảo quản lạnh ở  $4^\circ C$ .
- Sử dụng được trong vòng 1 năm kể từ ngày pha.

**b. Dung dịch chất chuẩn trung gian 10mg/L**

- Lấy 0.5mL dung dịch chuẩn 1000mg/L cho vào bình định mức 50mL, định mức lên bằng nước cất DI.

**c. Dung dịch chất chuẩn làm việc:**

No.	1	2	3	4	5	6	7
Nồng độ chuẩn sử dụng	10mg/L						
Thể tích chuẩn sử dụng	0.05	0.2	0.5	1	2	4	5

<b>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</b>	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</b>	Mã số: HD.TN.070 Lần ban hành: 03 Ngày ban hành: 28/6/2017 Trang: 5/7
--	----------------------------	--

(mL)		5					
Định mức 50mL bằng DI	50						
Nồng độ dãy chuẩn (mg/L)	0.01	0.05	0.1	0.2	0.4	0.8	1

➤ Lưu ý:

✓ Việc pha chuẩn cũng có thể thực hiện bằng việc cân.

### III. Kiểm soát QA/QC

➤ Trong mỗi đợt phân tích phải thực hiện các mẫu kiểm soát sau:

- ✓ Blank hóa chất.
- ✓ Mẫu lặp lại.
- ✓ Mẫu thêm chuẩn (QC)

### IV. Phân tích

#### 1. Xử lý mẫu:

Lấy 50.0mL mẫu cho vào erlen ( Bình nón) 100mL, cho thêm 1 giọt chỉ thị Phenolphthalein vào. Nếu màu hồng xuất hiện thì cho thêm vài giọt dung dịch  $H_2SO_4$  vào cho đến mất màu hồng. Sau đó cho thêm 1mL dung dịch  $H_2SO_4$  và 0.5g tinh thể  $K_2S_2O_8$ . Đun sôi nhẹ mẫu trong khoảng 30 – 40 phút đến khi mẫu còn 10mL.

Đê nguội và hòa tan lại 30mL nước cất DI, sau đó thêm vào 0.05mL chỉ thị Phenolphthalein, chỉnh dung dịch bằng NaOH khi có màu hồng nhạt xuất hiện.

Chuyển dung dịch vào bình định mức 100mL, tráng lại erlen nhiều lần với nước DI chuyển vào bình định mức 100mL. Định mức lên đến vạch bằng nước cất DI.

Lưu ý: Đối với phosphor ở dạng hợp chất hữu cơ như (AMP) quá trình phá hủy mẫu phải thực hiện 1.5 – 2.0 giờ.

Thực hiện mẫu blank nước cất tương tự như mẫu.

#### 2. Chuẩn bị mẫu phân tích

- Lấy chính xác 50.0mL mẫu cho vào Bình nón 100mL sạch và khô, thêm tiếp 1 giọt chỉ thị phenolphthalein 1%. Nếu dung dịch có màu hồng thì thêm vài giọt dung dịch  $H_2SO_4$  5N đến khi mất màu hồng.
- Thêm 8.0mL dung dịch khử, lắc đều, để yên.
- Tiến hành đo độ hấp thụ của dung dịch trong khoảng thời gian 10 phút – 30 phút từ lúc cho dung dịch khử.

#### 3. Hiện màu đường chuẩn.

- Chuẩn được hiện màu cùng với mẫu và thực hiện giống (B.IV.2) với thể tích chuẩn hiện màu 50.0mL.

Lưu ý: Nếu chuẩn lấy 25mL đi hiện màu, thì mẫu cũng lấy 25 mL đi hiện màu nhưng chỉ cho 4mL dung dịch khử.

#### 4. Đo màu

- Sau khi cho tác nhân khử vào, mẫu Blank. Đường chuẩn và mẫu được đo màu trên thiết bị UV – Vis trong khoảng thời gian 10 – 30 phút.
- Đo quang ở bước sóng 880nm.
- Sử dụng Blank nước cất có thêm thuốc thử để cell blank ( hoặc Auto Zero).
- Trình tự đo màu:
  - ✓ Các điểm chuẩn từ thấp đến cao
  - ✓ Mẫu blank
  - ✓ Mẫu, mẫu lặp
  - ✓ Chuẩn check.

### C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ

- Nồng độ mẫu được tính toán dựa vào đường chuẩn:

$$C(\text{mgP} / \text{L}) = \frac{C_0 \times V_1}{V}$$

Trong đó:

- o C: Nồng độ P trong mẫu, mgP/L
- o C<sub>0</sub>: Nồng độ P tính theo đường chuẩn, mgP/L
- o V: Thể tích mẫu, mL
- o V<sub>1</sub>: Thể tích mẫu định mức sau phá mẫu, mL

### D. BÁO CÁO KẾT QUẢ

Kết quả báo cáo gồm:

- Phiếu phân tích – BM.15.04a.
- Phiếu yêu cầu thử nghiệm.
- Thời gian phân tích.
- Nhân viên phân tích.
- Các ghi nhận về mẫu trong quá trình phân tích.

### E. KIỂM SOÁT CHẤT LƯỢNG KẾT QUẢ PHÂN TÍCH.

- Đường chuẩn phải tuyến tính ít nhất 5 điểm với hệ số tương quan  $r^2 \geq 0.995$ .
- Mẫu lặp có RSD%  $\leq 10\%$
- Chuẩn check lại có RSD%  $\leq 5\%$ .
- Mẫu Blank ...

