

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.153 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 04/01/2017 Trang: 1/4
---	----------------------------------	---

XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG OXI HÒA TAN (DO) TRONG NƯỚC VÀ NƯỚC THẢI BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ

DETERMINATION OF DISSOLVED OXYGEN (DO) IN WATER AND WASTE WATER BY TITRATION METHOD

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Phạm Thị Kim Cúc	Trần Thái Vũ	Trần Thái Vũ

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi
01		Thay đổi format SOP	04/01/2017

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.153 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 04/01/2017 Trang: 2/4
---	----------------------------------	---

A. TỔNG QUAN

I. Phạm vi áp dụng.

Tiêu chuẩn này quy định xác định DO trong nước ngầm, nước uống, nước sinh hoạt và nước thải bằng phương pháp chuẩn độ. Giới hạn phát hiện của phương pháp $1.2\text{mgO}_2/\text{L}$ và giới hạn định lượng $3.6\text{mgO}_2/\text{L}$

II. Tài liệu tham khảo.

SMEWW 4500-O.C

III. Nguyên tắc.

Phản ứng của oxi hòa tan trong mẫu với mangan (II) hydroxit mới sinh (do thêm KOH vào MnSO_4). Quá trình acid hóa và iodua các hợp chất mangan có hóa trị cao hơn mới hình thành sẽ tạo ra một lượng iod tương đương. Xác định lượng iod giải phóng bằng cách chuẩn độ với $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

VI. Thông tin 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.

B. PHÂN TÍCH

I. Thiết bị và dụng cụ phân tích.

1. Thiết bị và dụng cụ phân tích

Bình ủ BOD 300ml

Buret

Pipet các loại

II. Hoá chất và chất chuẩn.

1. Hoá chất và dung dịch hóa chất.

a. Hóa chất:

- MnSO_4
- KOH và KI

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.153 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 04/01/2017 Trang: 3/4
---	----------------------------------	---

- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
- Hồ tinh bột
- Phenolphthalein
- Iod
- H_2SO_4

b. Dung dịch hóa chất:

- Dung dịch MnSO_4 : cân 364g $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ hòa tan trong nước cất và định mức thành 1L
 - Tác nhân alkali-iodide-azide: hòa tan 500g NaOH hoặc 700g KOH và 135g NaI hoặc 150g KI trong nước và định mức thành 1L. Thêm 10g NaN_3 hòa tan trong 40ml nước cất.
 - Dung dịch hồ tinh bột: Hòa tan 2g hồ tinh bột, thêm 0.2g salicylic acid trong 100ml nước nóng.
 - Dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.025N: hòa tan 6.205g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 0.4g NaOH trong 1L nước cất. chuẩn độ lại dung dịch bằng $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0.025N để xác định nồng độ chính xác mỗi khi chuẩn độ:
- o Hút chính xác 10ml $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0.025N chuẩn, thêm 3.0ml H_2SO_4 đậm đặc và 0.5g KI bão hòa, để trong bóng tối 5 phút, sau đó chuẩn độ với dung dịch natri thiosulfat đến màu vàng rơm, thêm vài giọt hồ tinh bột và chuẩn độ tiếp đến khi dung dịch mất màu. Nồng độ chính xác của natri thiosulfate được tính theo công thức sau:

$$\text{Nồng độ } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ (N)} = \frac{V_{\text{pipet}} * N_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}}{V - V_0}$$

V: thể tích $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ tiêu tốn, ml

V_0 : thể tích mẫu trắng, ml

V_{pipet} : thể tích $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (N)

III. Kiểm soát QA/QC.

Trong mỗi đợt phân tích, Nhân viên phân tích phải thực hiện phân tích các mẫu sau:

- Mẫu Blank phòng thí nghiệm: Thực hiện với các hóa chất trong phòng thí nghiệm dùng để phân tích, không có mẫu và chuẩn. Để kiểm soát sự nhiễm bẩn.
- Mẫu lặp phòng thí nghiệm: Trong một lo mẫu phân tích phòng thí nghiệm phải thực hiện ít nhất một mẫu lặp.

IV. Phân tích mẫu.

1. Chuẩn bị mẫu.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.153 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 04/01/2017 Trang: 4/4
---	----------------------------------	---

Mẫu phải được tiến hành phân tích ngay sau khi nhận được mẫu
Đảo đều chai mẫu để làm đồng nhất mẫu.

2. Phương pháp tiến hành.

Lấy 300ml mẫu vào bình ủ BOD, thêm 1ml dung dịch $MnSO_4$, thêm tiếp 1ml dung dịch
alkali-iodide-azide

Đậy nắp, trộn đều chai vài lần.

Khi kết tủa lắng được xấp xỉ nửa bình, mở nắp chai, thêm tiếp 1ml H_2SO_4 .

Đậy nắp chai và trộn đều mẫu cho tới khi kết tủa tan hoàn toàn

Lấy 200mL dung dịch trên chuẩn độ bằng $Na_2S_2O_3$ với chỉ thị hồ tinh bột đến khi dung
dịch mất màu hoàn toàn.

C. **TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.**

Hàm lượng oxi hòa tan trong mẫu được tính theo công thức sau:

Trong đó: $V_{mẫu}$ tính theo mL $DO = \frac{V_{Na_2S_2O_3} * N_{Na_2S_2O_3} * 0.2}{V_{mẫu} * 0.025} * 1000$

Trong đó: $V_{mẫu}$ tính theo mL

D. **BÁO CÁO KẾT QUẢ.**

✓ Kết quả phân tích được báo cáo theo biểu mẫu:

- BM.15.04b
- BM.15.06