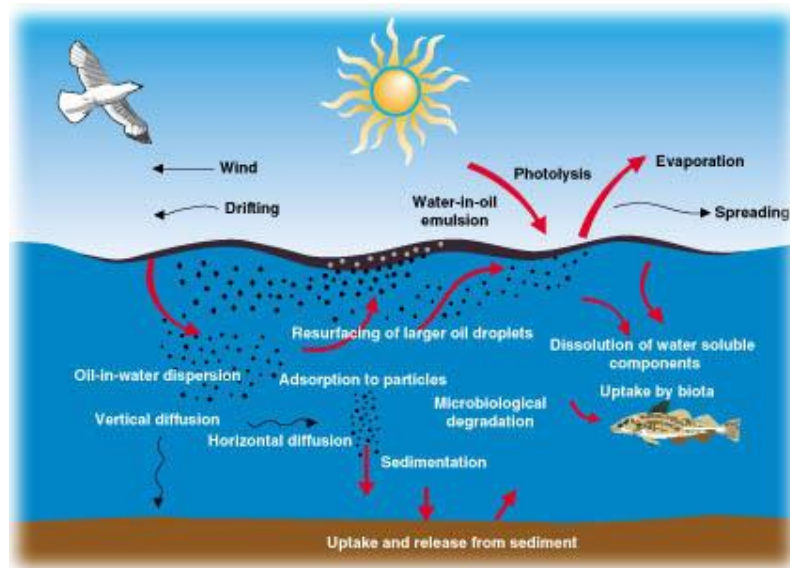


TRƯỜNG CAO ĐẲNG CÔNG NGHIỆP 4
KHOA HOÁ

GIÁO TRÌNH THÍ NGHIỆM

HÓA MÔI TRƯỜNG

HỆ CAO ĐẲNG VÀ TRUNG CẤP



Thành phố Hồ Chí Minh, 9 – 2004

MỤC LỤC

Nội Dung	Trang
mục lục -----	2
moã học: hóa kyđhuaì moãtrì ôđg -----	4
noã quy phoøg thí nghiêm -----	5
baø1: chaãraã -----	6
baø2: xac ñnh ñoãacid -----	8
baø3: xac ñnh ñoãkiem -----	10
baø4 : xac ñnh chloride-----	13
baø5 : xac ñnh ñoãci ñg vaãacl -----	15
phan moã: ñoãci ñg toãg coãg -----	15
phan hai: xac ñnh cacl -----	17
baø6: xac ñnh haø ñng sulfate -----	19
baø7: xac ñnh haø ñng nitrogen - nitrite-----	21
baø8: nitrogen - nitrate -----	24
baø9 : xac ñnh haø ñng saẽ-----	27
baø10: xac ñnh haø ñng oxy hoã tan (dissolve oxygen) -----	31
baø11 :nhu caã oxy sinh hoã-----	34
(biochemical oxygen demand) -----	34
baø12 : nhu caã oxy hoã hoã -----	37
(chemical oxygen demand) -----	37
baø13 : xac ñnh toãg kim loaã naẽg -----	40
baøti ôđg trình 1 -----	42
baøti ôđg trình 2 -----	44
baøti ôđg trình 3 -----	46
baøti ôđg trình 4 -----	48
baøti ôđg trình 5 -----	50
baøti ôđg trình 6 -----	52
baøti ôđg trình 7 -----	54
baøti ôđg trình 8 -----	55
baøti ôđg trình 9 -----	57
baøti ôđg trình 10 -----	59
baøti ôđg trình 11 -----	61

bài tập 12 -----63
bài tập 13 -----65

MÔN HỌC: HỌC KỸ THUẬT MÔI TRƯỜNG

1. Mã môn học : 014TP220
2. Số môn và học trình: 2
3. Trình độ thuộc khối kiến thức: Khoa kiến thức cơ sở ngành.
4. Phần bố thời gian: 100% thực hành
5. Nội kiến tiên quyết: Thực hành sau các môn học Lý thuyết Học môi trường, Học lý các Quy trình thủy cô và tài liệu rô trò truyền nhiệt, truyền khối
6. Nội dung các nội dung môn học:
 - Học học ở ứng dụng trong kỹ thuật môi trường: học học, học lý học sinh.
 - Học học các môi trường thành phần: môi trường không khí, nước, đất, môi trường quan học học giờ ở các thành phần môi trường
7. Các phương pháp phân tích học học và học lý ứng dụng trong phân tích các chất tiêu chuẩn gia công môi trường, phân tích thành phần chất thải.
8. Nhiệm vụ của sinh viên: Tham dự học và thảo luận và thi và kiểm tra giờ ở học kỹ theo qui chế 04/1999/QĐ-BGD&ĐT
9. Tài liệu học tập : Giáo trình thực hành Học kỹ thuật môi trường.
10. Tài liệu tham khảo : TCVN
11. Tiêu chuẩn năng lực sinh viên :
 - Nhận biết các nội dung môn học
 - Có tính chủ động và khả năng nghiên cứu trong học tập
 - Kiểm tra giờ ở môn học để biết độ thi
12. Thời gian: 10/10
13. Mục tiêu môn học: Trang bị cho sinh viên những kiến thức cơ bản về các quy trình thủy cô và học học
14. Nội dung chi tiết môn học:
 1. Thu mẫu và phân tích các chất tiêu chuẩn môi trường không khí
 2. Thu mẫu và phân tích các chất tiêu chuẩn nước
 3. Thu mẫu và phân tích mẫu chất thải rắn, mẫu đất

NỘI QUY PHÒNG THÍ NGHIỆM

1. Sinh viên vào phòng thí nghiệm phải rửa tay kỹ trước khi vào phòng thí nghiệm, nếu rửa tay xong phải lau khô tay.
2. Sau khi kiểm tra xong buổi thí nghiệm, nếu sinh viên không thuộc bộ thí nghiệm yêu cầu sinh viên ra khỏi phòng thí nghiệm.
3. Sinh viên chịu trách nhiệm về các dụng cụ thí nghiệm tinh thần rửa sạch khi vào phòng thí nghiệm, nếu có lỗi, báo ngay với giảng viên hướng dẫn.
4. Khi thí nghiệm phải giữ ấm lab, không nói chuyện ồn ào, hút thuốc, làm mất trật tự trong phòng thí nghiệm.
5. Các dụng cụ máy móc phải rửa sạch hướng dẫn của giảng viên mới được phép vận hành, không được đùa nghịch các thiết bị máy móc các cách tự tiện.
6. Không được đun nóng, xử lý mẫu trong phòng rửa tay.
7. Sau khi sử dụng máy phải tắt máy rồi mới ngắt nguồn điện, nếu có lỗi báo cho tổ trưởng máy phải sử dụng chỉ khi không có sự cố, không được sửa chữa hoặc thay thế máy, nếu có phải làm vệ sinh máy tốt thì.
8. Không được tự tiện lấy hóa chất về nhà.
9. Suy nghĩ kỹ về quy trình phân tích, tìm hiểu ý nghĩa của mỗi thao tác thí nghiệm khi làm, không được làm cả buổi thí nghiệm, nếu có sự cố ghi chép thí nghiệm.
10. Khi ra về phải rửa sạch sẽ các dụng cụ đồ dùng ngay lập tức, giao trả dụng cụ cho giảng viên hướng dẫn.

Mẫu cói haen là ống dài và mô cao cuối ảnh hồ ống rĩa kế quai phá tích, do khối lượng khoả rĩa trong hồ ống khoả rĩa trong thỏ gian thích hợp.

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ:

- Cóá rĩa hồ lỏn tở số Platin, thuy tinh cói haen hồ ống silicat cao.
- Bep nung caich thuy.
- Bình huít aen cói chỏn chaá huít aen chỏ thỏ ma.
- Tủ nung: cói hieít rĩa 500 - 550°C.
- Tủ sấy cói hieít rĩa 103°C - 105°C.
- Caá phá tích, cói haen aen caá rĩa 0,1 mg.
- Bỏ lọc chaá khoả, giay lọc thuy tinh.

III. THỰC HÀNH:

1. Chuẩn bị dụng cụ:

- Lỏn khoả cói hieít rĩa 103 - 105°C trong 1 giờ. Neá xỏc rỏnh caich aen bay hỏi, nung cóá 1 giờ ở nhiệt độ 500 - 550°C trong tủ nung.
- Lỏn nguỏi cóá trong bình huít aen rĩa nhiệt độ caá baen (trong 1 giờ).
- Caá P₀ (mg).

2. Phân tích mẫu:

a. Xác định chất rắn tổng cộng

- Chỏn theá tích mẫu sao cho hồ ống caá naen giỏ ỏ 2,5 mg và 200 mg.
- Chuyẻn mẫu cói dung tích xác rỏnh rĩa ở hồ ống xỏn tron rieu và cóá caá.
- Lỏn bay hỏi nỏ ở hồ ống trong tủ sấy ở nhiệt độ 103 - 105°C
- Lỏn nguỏi trong bình huít aen rĩa nhiệt độ caá baen (trong 1 giờ).
- Caá P₁ (mg).

b. Xác định chất rắn bay hơi

- Thỏ cỏ hieít caich bỏ ở hồ ống nhỏ phỏn xác rỏnh chaá rắn tổng cộng.
- Nung cóá trong tủ ở nhiệt độ 550 - 500°C.
- Lỏn nguỏi trong bình huít aen rĩa nhiệt độ caá baen (trong 1 giờ).
- Caá P₂ (mg).

Chuyẻn Lỏn lá chỏ kỏ sấy (hoẻ nung), lỏn nguỏi, rĩa trong bình huít aen và caá cho rĩa khi thu rĩa ở hồ ống trong hồ ống khoả rĩa (trong hồ ống má rĩa < 4% trong hồ ống trí ở hồ ống hoẻ 0,5 mg, thỏn chỏ nhỏ hỏn).

c. Tổng chất rắn lơ lửng

- Chuaá bỏ giay lọc số thuy tinh
- Lỏn khoả giay lọc ở nhiệt độ 103 - 105°C trong 1 giờ
- Lỏn nguỏi giay lọc trong bình huít aen rĩa nhiệt độ caá baen (trong 1 giờ)
- Caá P₃ (mg).
- Lỏc mẫu cói dung tích xác rỏnh rĩa ở hồ ống xỏn tron rieu qua giay lọc rĩa caá.
- Lỏn bay hỏi nỏ ở hồ ống trong tủ sấy ở nhiệt độ 103 - 105°C.
- Lỏn nguỏi giay lọc trong bình huít aen rĩa nhiệt độ caá baen (trong 1 giờ)
- Caá P₄ (mg).

BÀI 2: XÁC ĐỊNH NŌIACID

I. GIỚI THIỆU CHUNG

1. Ý nghĩa môi trường:

NŌiacid biế thò khai naēg phoing thíc proton H_+ của nŌi ối. NŌiacid của maũ nŌi ối phan lŏn do số ihiēn diēn của các acid yeá nhŏ acid carbonic, acid tanic, acid humic do quai trính phan huỷ chá hŏ ũ cŏ, ... gax ra. Phan khac do số i thuy phan các muố của acid maĩn nhŏ sulfate nhoān, saētaŏ thaxh, nŌi ối cŏi pH rấ thap.

NŌi ối thiea nheā số ũ dũng cho nŌi ối cap luoa luoa duy trì moi thecaā baēg giŏ ā các ion bicarbonate, carbonate và khŏ carbon dioxide hoā tan, do rŏi nŌi ối thiea nheā thŏ ũ g rŏing thŏ mang tŏnh chá khac nhau: tŏnh acid và tŏnh kiēn. Khi bŏa nheā bŏi các acid voācŏ hoāē các muố acid tŏ khu vŏ c hām moi rấ pheō hoāē do nguŏn nŌi ối thai cŏng nghiēp, pH thap hŏn 7 khai nheā.

2. Nguyên tắc:

Dũng các dung dŏch kiēn maĩn rŏi rŏnh phan rŏi acid của các acid voācŏ maĩn cuōg nhŏ acid hŏ ũ cŏ hoāē acid yeá.

- NŌiacid do anh hŏ ũ g của acid voācŏ rŏi ối xác rŏnh baēg cách rŏnh phan rŏi rŏi rŏi maũ của chá thŏ methyl da cam rŏi ối gŏi lāc NŌIACID METHYL CAM (dung dŏch tŏ maũ rŏi chuyēa sang maũ cam).

- Acid toā phan rŏi ối thŏ c hieā rŏi rŏi rŏi maũ của chá thŏ phenolphthalein, gŏi lāc rŏi acid toā cŏng (dung dŏch khoāg maũ chuyēa sang maũ tím nhai).

- Trong thŏ c nghiēn hai khoāng pH chua rŏi ối số ũ dũng rŏi biēa thŏ số i khac biēa trēa. Khoāng pH thŏ ũ nha ũ g vŏi rŏi rŏi rŏi maũ của chá chá thŏ methyl cam (tŏ 4,2 - 4,5) rŏi nh daē số i chuyēa biēa anh hŏ ũ g của các acid voācŏ maĩn sang vuōg anh hŏ ũ g của cacbonic acid. Khoāng pH thŏ ũ hai ũ g vŏi rŏi rŏi rŏi maũ của chá chá thŏ phenolphthalein (tŏ 8,2 - 8,4) chuyēa sang vuōg anh hŏ ũ g của nhóm carbonate trong dung dŏch.

Chuyēi:

- Neá maũ cŏi pH < 4,5: cŏi cŏi hai rŏi acid methyl cam và rŏi acid toā cŏng
- Neá maũ cŏi pH > 4,5: chá cŏi rŏi acid toā cŏng.

Các trŏng ai:

Các khŏ hoā tan lān anh hŏ ũ g rŏi rŏi acid lāc CO_2 , H_2S , NH_3 cŏi the ā bŏ maũ rŏi hoāē hoā tan và maũ trong quai trính lŏ u trŏ choāē rŏnh phan. Cŏi the ā giam anh hŏ ũ g nay baēg cách rŏnh phan nhanh choing, trính lāē maĩn và rŏi rŏi rŏi maũ ũ nhŏ ũ g nŏi cŏi nheā rŏi cao hŏn nheā rŏi ban rŏi của maũ.

Khi rŏnh phan maũ nŌi ối cap, kē quai anh hŏ ũ g bŏi hām lŏ ũ g chlorine khŏ ũ trũg nŌi ối cŏi tŏnh tã maũ. Muố trính sai số nay cam phai thēn và bŏi $Na_2S_2O_3$ 0,1N và

màu đỏ loại bình hồ ông của chlorine. Nếu màu coi rõ màu và rõ nước cao, phải xác định rõ acid bằng phở ông phải chưa rõ rõ thể

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ:

- | | |
|-----------------------|-----------------------|
| - 3 erlen 250mL ----- | - 1 becher 100ml |
| - 1 oáng rộng 100ml | - 1 oáng nhỏ giọt |
| - 1 buret 25mL | - 1 bình tia |
| - 1 pipet 50ml | - 1 máy khuấy
tủ ø |

III. HOA CHẤT:

- Dung dịch sodium hydroxide (NaOH) 0,02N: pha dung dịch NaOH 1N (cân 40g NaOH vào hũ tan với nước cất và rõnh rõ thể 1 lít). Lấy 20mL dung dịch NaOH 1N rõnh rõ thể 1 lít với nước cất rõnh pha lại bằng dung dịch Potassium biphthalate 0,02N.
- Dung dịch Potassium biphthalate 0,02N : hoà tan 4,085g $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ rõnh rõ thể 1 lít trong 2 giờ ở 120°C , hoà tan trong nước cất và rõnh rõ thể 1 lít.
- Chất phenolphthalein 0.1%.
- Chất methyl cam 0.5%.

IV. THỰC HÀNH

- Nếu màu la rõ nước uoáng, rõ nước khi rõnh pha thể 1 giọt $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1N rõnh rõ thể bình hồ ông của chlorine.

- Nếu màu coi pH < 4,5: màu coi hai rõnh acid:

- Nhỏ acid methyl:

Lấy 50mL màu vào erlen, thể 3 giọt methyl cam. Dùng dung dịch NaOH 0,02N rõnh pha rõnh rõ thể khi dung dịch coi màu da cam. Ghi nhận thể tích V_1 mL dung dịch NaOH rõnh rõ thể rõnh rõnh rõnh acid methyl cam.

- Nhỏ acid tổng:

Lấy 50mL màu vào erlen khác, thể 3 giọt phenolphthalein, dùng dung dịch NaOH 0,02N rõnh pha rõnh rõ thể khi dung dịch coi màu tím nhạt. Ghi nhận thể tích V_2 mL dung dịch NaOH rõnh rõ thể rõnh rõnh rõnh acid tổng rõnh.

- Nếu màu coi pH > 4,5: màu chỉ coi rõnh acid tổng rõnh:

Lấy 50mL màu vào erlen thể 3 giọt phenolphthalein. Dùng dung dịch NaOH 0,02N rõnh pha rõnh rõ thể khi dung dịch coi màu tím nhạt. Ghi nhận thể tích V_3 mL dung dịch NaOH rõnh rõ thể rõnh rõnh rõnh acid tổng rõnh.

- Giấy rỗ toáng nghiệm -----	2	1
- Ống rỗng 100mL	cai	cai
- Buret 25mL hoặc 50ml	1	1
	cai	cai
	1	1
	cai	cai
	1	
	cai	

- Bóp

- Bình

- Máy
khuấy từ ø

III. HOA CHẤT:

- Dung dịch acid sulfuric H_2SO_4 0,02N: hòa tan 28mL H_2SO_4 rãm rãe trong nũ òic caá thap 1 lít. Láy 20mL dung dịch H_2SO_4 1N theãn nũ òic caá cho rũi 1 lít. Nũnh phaa laĩ acid naø baøg Na_2CO_3 0,02N
- Na_2CO_3 0,02N : hòa tan 1,06g Na_2CO_3 rão saø òi $105^{\circ}C$, theãn nũ òic caá thap 1 lít.
- Chæ thòm aø phenolphthalein 0,5%.
- Chæ thòm aø methyl cam 0,5%
- Chæ thòm aø hoãn hõp bromocresol lúc vaø methyl rũi caá 20mg methyl rũi vaø 200mg bromoresol lúc pha loaøg thap 100mL vũi ethanol 95° .

III. THỰC HÀNH:

Neá maũ coĩ pH > 8,3: coi 2 rũi kiem

- Láy 50mL maũ vaø erlen, theãn 3 gioĩ chæ thòm aø phenolphthalein. Nũnh phaa baøg dung dịch H_2SO_4 cho rũa khi dung dịch vũi maũ maø hong. Ghi theã tích V_1 mL H_2SO_4 0,02N rão dung rũa òic NỮ KIEM PHENOL (P).
- Láy 50mL maũ vaø erlen khac, theãn 3 gioĩ chæ thòm methyl cam Láy 50mL maũ vaø erlen, theãn 3 gioĩ chæ thòm aø methyl cam (hay 3 gioĩ chæ thòm aø hoãn hõp). Nũnh phaa maũ baøg dung dịch H_2SO_4 cho rũa khi dung dịch coĩ maø da cam (maø giũ ã hai óãg rũi chũ òic). Neá dung chæ thòm hoãn hõp, tại rũi ãn keã thuc dung dịch chuyea từ ø

màu xanh sang màu đỏ xam. Ghi thể tích V_2 mL H_2SO_4 0,02N đã dùng để định rõ kiềm tổng cộng.

Nếu mẫu có pH < 8,3: cần coi rõ kiềm tổng cộng

- Lấy 50 mL mẫu vào erlen, thêm 3 giọt chất màu methyl cam (hay 3 giọt chất màu hồng hôp). Nhúng pha mẫu vào dung dịch H_2SO_4 cho hết khí dung dịch có màu da cam (màu đỏ ở hai ống nhỏ chỉ). Nếu dùng chất màu hồng hôp, tại đây cần thực dụng dịch chuyển từ màu xanh sang màu đỏ xam. Ghi thể tích V_2 mL H_2SO_4 0,02N đã dùng để định rõ **KIỀM TỔNG CỘNG**.
- Lấy hai ống nhỏ chỉ, cho vào hai ống nghiệm mỗi ống 2 mL mẫu, ống thứ nhất thêm 1 mL H_2SO_4 1N + 3 giọt methyl cam, ống thứ hai thêm 1 mL NaOH 1N + 3 giọt methyl cam.

BAI 4 : XÁC ĐỊNH CHLORIDE

I. GIỚI THIỆU CHUNG:

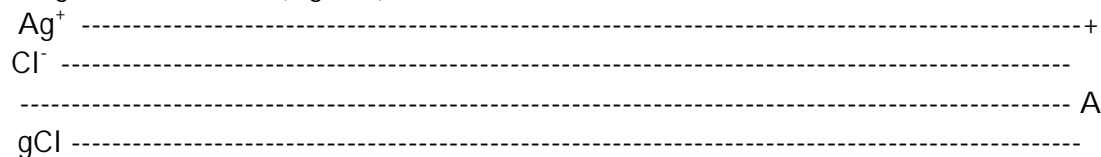
Chloride (Cl⁻) là ion chính trong nước thải nhiều vùng nước thải. Và mặt của chloride thay đổi tùy theo hàm lượng và thành phần hoá học của nước thải. Với mẫu chỉ 250 mg/l Cl⁻ ngửi có thể nhận ra và mặt khác trong nước thải có chứa ion Na⁺. Tuy nhiên, khi mẫu nước thải có nồng độ cao, và mặt khác khó nhận biết được có chứa ion Cl⁻ nếu 1.000 mg/L Cl⁻. Hàm lượng chloride cao sẽ gây ảnh hưởng xấu nếu số liệu trở ngại của các công trình.

$$\text{Chloride (mg/l)} = \frac{(V_1 - V_0) * 1000}{V_{\text{mẫu}}}$$

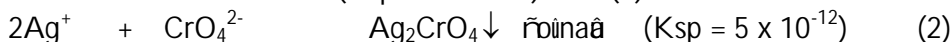
$$M_{\text{NaCl}} / M_{\text{Cl}^-} = 1,65 \Rightarrow \text{NaCl (mg/l)} = \text{chloride (mg/l)} * 1,65$$

1. Nguyên tắc:

Trong môi trường trung hoà hay kiềm nhẹ potassium chromate (K₂CrO₄) có thể là chỉ thị dùng làm chất chỉ thị để kết thúc trong phương pháp phân tích chloride bằng dung dịch bạc nitrate (AgNO₃).



$$(K_{sp} = 3 \times 10^{-10}) \quad (1)$$



Để tránh sự tích tụ của các sản phẩm, khi thêm dung dịch AgNO₃ vào mẫu có chứa ion Cl⁻ và CrO₄²⁻, Ag⁺ lập tức phản ứng với ion Cl⁻ để tạo thành kết tủa trắng khi hoà tan, sau đó phản ứng (2) sẽ xảy ra cho kết tủa màu đỏ nhạt thay.

2. Các trường hợp:

Nhờ có chất chỉ thị trong nước thải uoá hầu như không ảnh hưởng gì nếu việc phân tích. Các ion bromic, iodide, cyanide có thể xem như không có với chloride. Riêng sulfide, thiosulfate, sulfite có thể can thiệp vào phản ứng (1). Tuy nhiên sulfite dễ dàng bị oxy hoá bởi nước oxy già (H₂O₂) trong môi trường trung hoà. Thiosulfate và sulfide bị mất ảnh hưởng trong môi trường kiềm. Orthophosphate với hàm lượng cao > 25 mg/l cũng tác dụng với AgNO₃ nhờ ngửi ít xảy ra. Hàm lượng cao 10 mg/l cũng sẽ che lấp sự biến mất của chỉ thị.

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ:

- 1 ống đong 100mL - 1 bọp cao su - 1 riũa thủy tinh - 1 pipet baũ 50ml	- 1 becher 250mL ----- - 1 bình tia - 3 erlen 250mL - 1 buret 25mL
--	---

III. HOÀ CHẤT:

- AgNO_3 0,0141N: cân 2,395g AgNO_3 hoà tan với nước cất vào bình mõc thành 1 lít
- Chất màu K_2CrO_4 : hoà tan 2,5g K_2CrO_4 trong 30mL nước cất thêm từ 3g giốc AgNO_3 để khi xuất hiện màu đỏ rồi để yên 12 giờ lọc, pha loãng dung dịch qua lọc thành 50mL với nước cất
- Dung dịch huyền treo $\text{Al}(\text{OH})_3$: hoà tan 125g $\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ hay $\text{Al}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ trong 1 lít nước cất làm ấm 60°C , thêm từ từ 55mL NH_4OH đến bão hoà, để yên. Để 1 giờ ở nhiệt độ phòng nhiều lần với nước cất để khi nước rửa không còn Cl^- nữa (thử bằng AgNO_3) sau đó cho thêm nước cất cho đủ 1 lít.
- Chất màu phenolphthalein.
- NaOH 0,1N (hoặc H_2SO_4 0,1N) tuỳ pH mẫu ban đầu.
- H_2O_2 30%.

IV. THỰC HÀNH

- Lấy 50mL mẫu hay một lượng mẫu thích hợp vào pha loãng thành 50mL với nước cất
- Nếu mẫu có độ màu cao, thêm 3mL huyền treo khuấy kỹ để lắng, lọc, rửa và gạn lọc nước rửa và nhập chung vào nước qua lọc.
- Định màu mẫu trong khoảng pH = 7 - 10 (toánha là 7 - 8). Nếu pH ngoài khoảng này toánha để trung hoà rồi khi thêm 3 giốc chất màu K_2CrO_4 .
- Dùng dung dịch AgNO_3 0,0141N định màu để khi dung dịch từ màu vàng chuyển sang màu đỏ gạch có thể so với mẫu traéng gồm nước cất với chất màu K_2CrO_4). Ghi thể tích V_1 mL AgNO_3 sử dụng.
- Làm mẫu traéng có thể tích bằng với thể tích mẫu. Ghi nhận thể tích V_0 mL AgNO_3 sử dụng.

BÀI 5 : XÁC ĐỊNH NŨCŨNG VAI(CaCl

PHAN MŨT : NŨCŨNG TŨNG CŨNG

I. GIŨI THŨIU CHUNG

1. YŨnghŭa mŭi trŭng:

Nŭcŭng rŭi hŭi lăkhănaŭg tăi bŭi cŭa nŭi vŭi xăbăg. Ion calci vămagiê trong nŭi sêkêătŭi vŭi xăbăg, do rŭilă giăm sŭi căg bêamaêvăphăihŭi răi tŭi tăi bŭi. Nhŭi ŭg ion dŭi ŭng ră hŭi trŭkhăi cŭg cŭithekêătŭi vŭi xăbăg, nhŭi ng thŭi ŭg nhŭi ŭg ion năg ŭi trăng thăi phŭi chăi hoă lăchăhŭi ŭi cŭ, do rŭilănh hŭi ŭng cŭa chŭng trong nŭi kŭhăg răng kăvăkŭi xăi rŭnh. Tră thŭi tăi rŭcŭng tăi cŭng rŭi xăi rŭnh băg tăi hăi ŭng calci, magne vă rŭi biê thŭbăg $MgCaCO_3/l$.

2. Nguyêi tăi (phŭng phăp nŭnh phăi băng EDTA)

ŨpH $10,0 \pm 0,1$, muŭi Natri cŭa Ethylenediamine-tetra-acetic acid (Na-EDTA) sê tăi thănh phŭi chăi vŭi ion kim loăi ră hŭi trŭdŭi ŭng. Nŭnh phăi rŭcŭng tăi cŭng vŭi dung dŭch Na-EDTA (hay EDTA) vŭi chăi chă thŭ Eryochroma Black T, dung dŭch sê chŭyê tŭ mă rŭi ŭi văng săng xănh dŭi tăi rŭi kă thŭi.

3. Căi yêi tăi nhŭi hŭi

Mŭi vă kim loăi năg gă trŭngăi cho viê rŭnh phăi, lă chă thŭnhăi mă dăi hay kŭhăg rŭrăng tăi rŭi kă thŭi. Cŭithekêăe phŭi trŭngăi nă băg căi thênh hoă chăi chê trŭi lŭi rŭnh phăi. Muŭi Mg-EDTA cŭităi dŭng nhŭi mŭi chăi phăi ŭi kŭp vŭi tăi phŭi vŭi căi kim loăi năg, vŭi giăi phŭng Mg^{2+} vă trong măi, cŭitheđŭng thă thă cho căi chăi cŭi mŭi kŭi chŭ vă rŭi tŭi. Muŭi Mg-EDTA chă cŭităi dŭng tŭi cŭi khi thă thă cho căi kim loăi năg sŭng kŭhăg lă biê rŭi rŭcŭng tăi cŭng trong măi nŭi.

II. DUNG CŭI VĂ THŨIĂT Bŭ

- | | |
|--------------------|-------------------|
| - 3 erlen 250mL | - 1 buret 25mL |
| - 1 pipet băi 50ml | - 1 bŭnh tŭi |
| - 1 becher 100ml | - 1 bŭp căo sŭ |
| - 1 phêi thŭi tŭi | - 1 ŭăg nhŭi giŭi |
| | - 1 muŭng nhŭi ă |

III. HOĂ CHĂI:

1. Dung dŭch nŭi

Căi 1:

Hŭi tăi 16,9g NH_4Cl trong 143mL NH_4OH răi răi, thăi 1,25g muŭi Mg-EDTA rŭi thăi nŭi căi cho rŭi 250mL.

Cách 2:

Hòa tan 16,9g NH_4Cl trong 143mL NH_4OH rồi thêm 1,179g muối Na-EDTA (PA) và 80mg $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (hoặc 644mg $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ trong 50mL nước cất) rồi thêm nước cất vào cho đủ 250mL.

Dung dịch trên cho vào trong chai nhựa để hay chai thủy tinh trung tính, thông hơi sơ bộ dùng không qua môi trường. Nhậy kín nắp để tránh NH_3 bay hơi và CO_2 ngoài không khí xâm nhập vào dung dịch. Thêm vào mẫu dung dịch trên, nếu dung dịch mẫu trong pha chỉ cần tới pH $10,0 \pm 0,1$ tại điểm kết thúc chuẩn rồi.

2. Chất chuẩn màu:

Eriochrome Black T: muối natri của axit 1-(1-hydro-2-naphthylazo)-5-nitro-2-naphthol-4-sulfonic acid), có thể pha theo hai cách:

Cách 1 : Hòa tan 0,5g chất trong 100g 2.2'.2'' - nitrilotriethanol. Thêm hai giọt trong mỗi 50mL mẫu. Chọn thể tích mẫu nếu cần thiết

Cách 2 : Có thể dùng độ đậm đặc tinh thể khoảng cách pha trong muối tinh khiết theo khoảng 2,5 %.

Nếu tại điểm kết thúc chuẩn rồi sẽ thay đổi màu của chất không rõ ràng, trong trường hợp này cần phải thêm vài giọt. Nếu cho chất NaCN vào mẫu mẫu điểm chuẩn vẫn không rõ ràng, nguyên nhân có thể do chất chuẩn màu bõ.

3. Dung dịch chuẩn EDTA 0,01M:

Ca 3,723g EDTA. Hòa tan trong nước cất và pha thành 1.000mL.

Dung dịch chuẩn EDTA phải để trong chai thủy tinh trung tính hay bình nhựa polyethylen.

4. Dung dịch sodium hydroxide: NaOH 0,1N:

IV. THỰC HÀNH:

Lấy 50mL mẫu cho vào erlen, thêm 1mL dung dịch trên, rồi pH rồi về $10 \pm 0,1$. Thêm một ít chất màu, lắc đều. Thêm pha bằng dung dịch EDTA, dung dịch chuyển từ màu hồng sang xanh da trời tại điểm kết thúc. Ghi nhận thể tích EDTA đã dùng để tính nồng độ tổng cứng.

PHẦN HAI: XÁC ĐỊNH Ca^{2+}

I. GIỚI THIỆU CHUNG:

1. Ý nghĩa môi trường:

Canxi là một trong những nguyên tố phổ biến gặp trong nước thiên nhiên vì chảy qua những vùng có nhiều đá vôi, thạch cao, dolomit... Tùy theo nguồn gốc và cách xử lý mà hàm lượng canxi trong nước có thể dao động từ vài mg/l. Chất với một lượng nhỏ canxi cacbonat cũng có thể tạo nên một mảng cặn bám vào mặt trong các ống dẫn theo thời gian tích tụ dần về kim loại choáng lại sẽ rất khó. Tuy nhiên, lớp mảng này lại làm hại hại lớn cho những thiết bị sử dụng ô nhiễm nước do nó tích tụ... Phải ông phải làm mềm nước bằng hóa chất hoặc nhả trao đổi ion thì ông mới có thể áp dụng các kỹ thuật xử lý nước cấp nhận được.

2. Nguyên tắc:

Trong dung dịch thí nghiệm, pH 12 - 13, tạo ra môi trường kiềm để dễ dàng hydroxide. Phản ứng canxi bằng dung dịch EDTA với chất chỉ thị Murexide, dung dịch sẽ chuyển từ màu hồng sang tím tại điểm kết thúc.

3. Các ảnh hưởng:

Một số kim loại nặng gây trở ngại cho việc phân tích, làm chất nền mẫu mẫu hay khoáng có thể gây cản trở phân tích. Các chất khác phức tạp gây cản trở phân tích như các chất che mắt của các kim loại nặng, vì vậy giải phóng Mg^{2+} vào trong mẫu, có thể dùng thay thế cho các chất che mắt của các kim loại nặng và các tính. Một số Mg-EDTA chất chỉ thị tích cực khi thay thế cho các kim loại nặng song khoáng làm biến đổi các chỉ số trong mẫu nước.

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ:

- 3 Erlen 250mL	3 cái	- 1 Buret 25mL	1 cái
- 1 Pipet 50ml	1 cái	- 1 Bình tit	1 cái
- 1 Becher 100ml	1 cái	- 1 Bọt cao su	1 cái
- 1 Phễu thủy tinh	1 cái	- 1 Ống nghiệm	1 cái
- 1 Pipet 10ml	1 cái	- 1 Muối natri	1 cái

III. HÓA CHẤT

- Dung dịch NaOH
- Chất chỉ thị Murexide: cân 200mg murexide và 100g NaCl nghiền nhỏ trộn đều.
- EDTA 0,01M

IV. THỰC HÀNH

Lấy 50mL mẫu, thêm 2mL dung dịch NaOH 1N hoặc một thể tích lớn hơn nhằm nâng pH lên 12 - 13, lắc đều. Thêm chất thỏm murexide, dung dịch có màu hồng nhạt. Thêm phần bằng dung dịch EDTA 0,01M, dung dịch chuyển từ đỏ sang tím tại điểm kết thúc. Nếu cần so sánh kết quả chưa rõ cần ghi nhận thể tích EDTA đã dùng, sau đó thêm một hai giọt EDTA nữa làm biến mất màu của dung dịch không rõ.

Chú ý: Để tránh kết tủa, việc thêm phần cần thử cần thực hiện nhanh chóng sau khi nâng pH.

BÀI 6: XÁC ĐỊNH HẠM LƯỢNG SULFATE

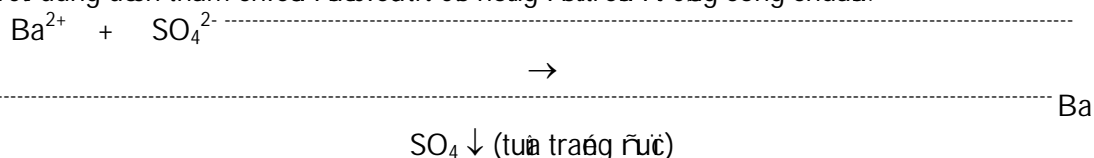
I. GIỚI THIỆU CHUNG:

1. Ý nghĩa môi trường:

Sulfate là một trong những ion chính hiện diện trong nước thiên nhiên. Trong nước cấp, hàm lượng Sulfate cao sẽ ảnh hưởng rất nhiều tới việc con người sử dụng nước rất sinh lợi, bảo vệ là cần thiết, sulfur hữu cơ có thể phân hủy dần dần sẽ tạo thành sulfat. Nước chảy qua các miền rất ẩm ướt theo nhiều sulfat, hàm lượng khá cao do sự oxy hóa quá nhanh của các chất. Sulfate là một trong những chất rất dễ trở nên nguy hiểm trong nước thiên nhiên.

2. Nguyên tắc:

Trong môi trường acetic acid, sulfat tác dụng với barium chloride tạo thành barium sulfate kết tủa màu trắng đục. Nồng độ sulfat rất dễ xác định bằng cách so sánh với dung dịch tham chiếu đã biết nồng độ rất chính xác.



Phương pháp xác định SO_4^{2-} theo phương pháp này rất chính xác cho phép xác định hàm lượng SO_4^{2-} từ 1 đến 40 mg/l.

3. Các yếu tố ảnh hưởng:

Màu và các chất lơ lửng có thể ảnh hưởng trong nước là những nguyên nhân chính cho việc xác định sulfat. Một số chất lơ lửng có thể loại bỏ bằng cách lọc, hàm lượng silica trên 500 mg/l cũng cản trở việc tạo thành tủa BaSO_4 . Ngoài ra, trong nước có các ion natri kết tủa với barium trong môi trường acid mạnh nên việc xác định có thể tiến hành ở nhiệt độ khoảng 10°C và không có ảnh hưởng.

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ

- Pipette ba bì 25 ml	1 cái	- Phễu thủy tinh	1 cái
- Quai bóp cao su	1 cái	- Bình rửa nước 100ml	1 cái
- Pipette vạch 10 ml	1 cái	- Bình tia	1 cái
- Erlen 250 ml	7 cái	- Tủ lạnh thủy tinh	1 cái
- Spectrophotometer	1 cái	- Muối natri	1 cái
- Cuvert nhỏ	1 cái		

III. HOA CHẤT:

- Dung dịch chuẩn: hòa tan 30g magnesium chloride ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) + 5g sodium acetate ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) + 1,0g potassium nitrate (KNO_3) + 20mL acetic acid 99% (CH_3COOH) trong 500mL nước cất pha thành 1.000mL.

- Barium chloride $BaCl_2$ tinh thể
- Dung dịch Sulfate chuẩn: Lấy chính xác 10,4mL H_2SO_4 0,02N chuẩn + nớc cất = 100mL hoặc 147,9mg Na_2SO_4 khan + nớc cất pha thành 1.000mL.

IV. THỰC HÀNH: -----

- Lọc mẫu.
- Lấy 25mL mẫu sau khi lọc cho vào erlen (mẫu trắng bằng nớc cất) pha loãng mẫu nếu cần thiết sao cho rõ hấp thụ của mẫu cần xác định phải nằm trong khoảng rõ hấp thụ của nớc chuẩn.
- Thêm vào 5mL dung dịch kiềm, lắc đều.
- Thêm vào 0,5g $BaCl_2$, lắc đều trong vòng 1 phút .
- Nổ rõ hấp thụ trên máy spectrophotometer ở bước sóng $\lambda = 420nm$.

Chú ý nếu mẫu có màu nâu, làm mẫu trắng bằng chính mẫu giống các bước trên nhưng không cho vào $BaCl_2$

Chuẩn bò nớc chuẩn theo thứ tự sau:

STT	0	1	2	3	4	5
V(ml) dd SO_4^{2-} chuẩn	0	1	2	3	4	5
V(ml) nớc cất	25	24	23	22	21	20
V(ml) dd kiềm	5					
$BaCl_2$ tinh thể(g)	0,5					
C (mg)	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5
C (mg/l)	0	4	8	12	16	20

BAI 7: XÁC ĐỊNH HẠN LƯỢNG NITROGEN – NITRITE

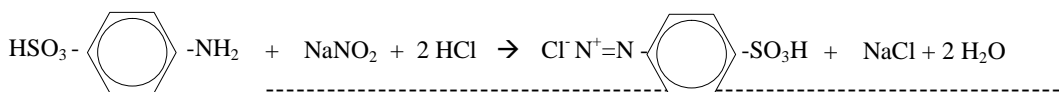
I. GIỚI THIỆU CHUNG:

1. Ý nghĩa môi trường:

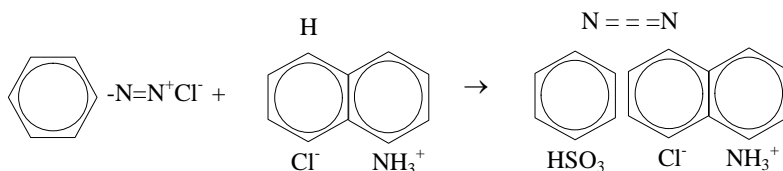
Nitrite là một giai đoạn trung gian trong chu trình nitrification do sự phân hủy các chất hữu cơ. Vì có sự chuyển hóa giữa các dạng khác nhau của nitrogen nên các vết nitrite rất dễ sử dụng để đánh giá sự ô nhiễm hữu cơ. Trong các hệ thống xử lý hay hệ thống pha loãng nước thải nitrite do nồng độ hoạt động của vi sinh vật. Ngoài ra nitrite còn rất độc trong ngành cấp nước nhờ một chất choáng ăn mòn. Tuy nhiên trong nước uống, nitrite không được vượt quá 0,1 mg/l.

2. Nguyên tắc:

Nitrite rất dễ xác định bằng phương pháp so màu. Màu do phản ứng giữa các dung dịch tham chiếu và mẫu sau khi tác dụng với acid sulfanilic và naphthylamine ở môi trường pH = 2 - 2,5 tạo thành hợp chất màu tím của acid azobenzol naphthylamine sulfonic như sau:



Muối diazonium



Acid azobenzol naphthylamine sulfonic
(màu đỏ tím)

Phương pháp Diazo thích hợp khi xác định hàm lượng N-NO₂ từ 0 - 25 µg/l

3. Các trở ngại:

Chlorine và nitrogen trichloride tồn tại trong mẫu sẽ gây trở ngại nếu với phương pháp này. Ảnh hưởng này sẽ giảm thấp khi thêm naphthylamine hydrochloride trước, sau đó thêm acid sulfanilic. Những ion tạo kết tủa làm sai lệch kết quả như: Fe³⁺, Pb²⁺, Hg²⁺, Ag⁺, ... không tồn tại trong mẫu.

Mọi lỗ ống nhỏ chứa các lỗ ống cuống gây cản trở có thể được qua giấy lọc kích thước 0,45 µm

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ:

- | | | | |
|---------------------|-------|----------------------|-------|
| - Pipet 1mL | 1 cái | - Bóp cao su | 1 cái |
| - Pipet 10mL | 1 cái | - Phễu lọc thủy tinh | 1 cái |
| - Pipet ba 25mL | 1 cái | - Nĩa khuấy | 1 cái |
| - Ống nghiệm có nắp | 7 cái | - Giá đỡ ống nghiệm | 1 cái |
| - Bình tia | 1 cái | - Becher 1000ml | 1 cái |
| - Becher 100mL | 1 cái | - Spectrometer | 1 cái |

III. HOA CHẤT:

- Dung dịch chuẩn NaNO_2 0,05N: hòa tan 1,232g NaNO_2 trong nước cất vào bình định mức 1.000mL.
- Dung dịch KMnO_4 0,05N: cân 1,6g KMnO_4 + nước cất thành 1 lít.
- Dung dịch FAS 0,05N: cân 19,607g $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 20mL H_2SO_4 đậm đặc + nước cất thành 1.000mL
- $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,05N: cân 3,350g $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ thêm nước cất cho đủ 1.000mL (nếu không dùng FAS).
- Dung dịch EDTA: cân 500mg muối natri của EDTA + nước cất thành 100mL
- Acid sulfanilic: cân 0,6g acid sulfanilic + 70mL nước nóng riêng + 20mL HCl đậm đặc pha loãng thành 100mL với nước cất
- Dung dịch naphthylamine chlohydrate: cân 0,6g naphthylamine chlohydrate + 50mL nước cất + 1mL HCl đậm đặc + nước cất thành 100mL. Pha dùng ngay hoặc giữ ở nhiệt độ thấp.
- Dung dịch ion acetate: cân 16,4g CH_3COONa hay 27,2g $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ + nước cất thành 100mL.

Hiện chuẩn dung dịch NaNO_2 0,05N:

Cho vào bình thủy tinh có mẫu 50mL KMnO_4 0,05N và 5mL H_2SO_4 đậm đặc, thêm 50mL dung dịch NaNO_2 0,05N. Làm mất màu dung dịch bằng cách thêm 10mL dung dịch FAS 0,05N (hoặc $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,05N). Nối 5 phút rồi thêm phần lớn ống thử FAS (hoặc $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) với dung dịch KMnO_4 0,05N nếu khi dung dịch chuyển sang màu hồng nhạt. Tính nồng độ của dung dịch là u trị NaNO_2 bằng công thức:

$$A = \frac{[(B * C) - (D * E)] * 7}{F} \text{ mg/mL NaNO}_2$$

Trong đó

B: thể tích (mL) dung dịch KMnO_4 đã dùng

-----C:
nồng độ ở ống thử ống KMnO_4 (0,05N)

-----D:
mL FAS (hoặc $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) đã dùng

-----E:
nồng độ chuẩn của dung dịch KMnO_4 (0,05N)

-----F:

mL dung dịch NaNO_2 dung dịch pha

Pha loãng dung dịch NaNO_2 rồi lấy một phần của dung dịch có hàm lượng 1 mL dung dịch chỉ là $0,0005\text{ mg N-NO}_2$ ($= 0,5 \mu\text{g N-NO}_2$) bằng cách lấy 2 mL dung dịch rồi lấy một phần của ôitrea + nước cất thêm 1 lít .

III. THỰC HÀNH

- Nếu mẫu có nhiều chất lơ lửng và màu, thêm 2 mL Al(OH)_3 vào 100 mL mẫu, để lắng và lọc, lọc bỏ cặn rồi lọc qua lọc giấy. Thêm nước cất để được dung dịch trong suốt.
- Chuẩn bị mẫu và dung dịch tham chiếu trong phòng thí nghiệm.

STT	0	1	2	3	4	5
mL dd N-NO_2 chuẩn	0	2,5	5	7,5	10	12,5
mL nước cất	25	22,5	20	17,5	15	12,5
mL mẫu nước	25					
mL dd EDTA	0,5mL/ oáng					
mL acid sulfanilic	0,5mL/ oáng, rồi 10 phút					
mL naphthylamine	0,5mL/oáng					
mL dd acetate	0,5mL/oáng, rồi 20 phút					
C (μg)	0	1,25	2,5	3,75	5,0	6,25
C (mg/l)	0	0,05	0,1	0,15	0,2	0,25

- Thêm vào mẫu các dung dịch theo đúng thứ tự trong bảng, sau mỗi lần thêm dung dịch phải khuấy.
- Dùng máy đo quang để đo cường độ hấp thụ ở bước sóng $\lambda = 520\text{ nm}$

BÀI 8: NITROGEN – NITRATE

I. GIỚI THIỆU CHUNG:

1. Ý nghĩa môi trường:

Nitrate là sản phẩm của giai đoạn oxy hóa cao nhất trong chu trình của nitrogen, cũng là giai đoạn quan trọng trong tiến trình oxy hóa sinh học. Ở lớp nước mặt thì nồng độ nitrate thường rất thấp nhưng ở tầng nước ngầm mà nồng độ lại có thể rất cao.

Nguồn nước uống có chứa nhiều nitrate thì dễ gây bệnh huyết sắc tố ở trẻ em. Do đó trong nguồn nước cấp cho sinh hoạt giới hạn nitrate khoảng từ 45 mg/l.

2. Nguyên tác:

Phản ứng giữa nitrate và brucine có màu vàng. Có một số màu thì ở bước sóng $\lambda = 410 \text{ nm}$. Để phân tích nitrate và brucine chủ yếu dựa vào phản ứng màu này. Vì thế các chất phân tích thì ở thể rắn và làm là ở thể lỏng thì có thể dùng để phân tích. Nồng độ acid và thời gian phản ứng thì ở thể lỏng là chọn để làm mẫu thử và phân tích. Phương pháp này thích hợp với các nước ngầm và nước bề mặt, với hàm lượng N-NO_3 xấp xỉ 0,1 - 2 mg/l.

3. Các trường hợp:

Sơ hiện diện của các chất oxy hóa có thể loại trừ bằng cách thêm chất phân tích orthotolidine. Trường hợp bột chlorid có thể loại bỏ bằng một lượng sodium arsenite khi chlorid khoảng 5 mg/l. Một lượng nhỏ sodium arsenite nhỏ khoảng ảnh hưởng rất ít việc xác định nitrate, ion Fe^{2+} , Fe^{3+} và Mn^{4+} sẽ gây ảnh hưởng nhẹ nếu hàm lượng các ion này nhỏ hơn 1 mg/l thì ảnh hưởng không đáng kể. Trường hợp do nitrite gây ra khi $\text{N-NO}_3 < 0,5 \text{ mg/l}$ thì ở nồng độ này sẽ gây ra acid sulfanilic. Hàm lượng chất hữu cơ cao trong nước thì cũng sẽ gây nhiễu cho việc xác định nitrate.

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ :

- Pipet 1mL	1 cái	- Bọt cao su	1 cái
- Pipet 10mL	1 cái	- Tủ kính	1 cái
- Pipet ba 25ml	1 cái	- Giá đỡ ống nghiệm	1 cái
- Ống nghiệm	1 cái	- Becher 1000ml	1 cái
- Bình tia	1 cái	- Spectrometer	1 cái
- Becher 100mL	1 cái		

III. HOA CHẤT :

- | | |
|-------------------------------------|--|
| - Dung dịch N-NO_3 lưu trữ | - Dung dịch H_2SO_4 đậm đặc. |
| - Dung dịch N-NO_3 chuẩn | - Dung dịch NaCl 30% |
| - Dung dịch brucine - sulfanilic: | - Dung dịch NaAsO ₂ 0.5% |

- Dung dịch N-NO₃ lưu trữ (1mL = 0,1mg N-NO₃): Hoà tan 0,7218g KNO₃ + nước cất thành 1 lít
- Dung dịch N-NO₃ chuẩn (1mL = 0,002mg = 2 µg N-NO₃): Pha loãng 10mL dung dịch lưu trữ với pha loãng thành 500mL nhận được 1mL dung dịch chuẩn = 2 µg N-NO₃.

----- D
 ung dịch brucine - sulfanilic: Cân 1g brucine sulfate + 0,1g sulfanilic acid trong 70mL nước cất nóng, thêm 3mL HCl rồi lắc, làm lạnh, pha loãng thành 100mL. Giữ ở trong chai rồi đun sôi ở 50°C. Dung dịch này có màu hồng nhợt nhạt không ảnh hưởng nếu để qua đêm tích vào trong bình (chuyển ra rồi để ngoài nắng để khô).
 Dung dịch H₂SO₄ rồi lắc.

- Dung dịch NaCl: hoà tan 300g NaCl với 1 lít nước cất
- Dung dịch NaAsO₂: hoà tan 5,0g NaAsO₂ với 1 lít nước cất

Chuyển NaAsO₂ ra rồi để ngoài nắng để khô rồi dùng pipet

IV. THỰC HÀNH:

- Nếu mẫu có chlorine, khử iốt bằng chlor để lấy bằng cách thêm 1 giọt arsenite cho mỗi 0,1mg Cl₂ trên 50mL mẫu.
- Chuẩn bị dung dịch tham chiếu như sau:

STT	0	1	2	3	4	5	6
Theo dõi dd tham chiếu	0	1	1	1	1	1	1
Theo dõi nước cất (mL)	2	1	1	1	1	1	1
Theo dõi mẫu nước (mL)	2						
Theo dõi brucine (mL)	0,5						
Theo dõi H ₂ SO ₄ (mL)	4						

----- Tr
 ong loạt ống nghiệm khác, cân thêm lấy 4mL H₂SO₄ rồi lắc cho vào từng ống.

----- Th
 a là chính xác, trích ly 1mL dung dịch tham chiếu cùng như từng ống nghiệm theo
 đúng số ống từ ống nghiệm.

STT	1	2	3	4	5	6
Theo dõi dd N-NO ₃ chuẩn (ml)	1	2	3	4	5	6
Theo dõi nước cất	9	8	7	6	5	4
C (µg)	2	4	6	8	10	12
C (mg/L)	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	1,2

----- Laé
 c rồi, rồi để vào bình kín hoặc hộp giấy trong bóng tối. Thời gian 10 phút.

----- Tr
ong thời gian rồi phản ứng hoá tại huii sai 5mL nđi cáv vào loai oág nghiem rđo
duog H₂SO₄ trđi rđi

----- Sa
u 10 phuii roii nhanh 5mL nđi cáv vào oág nghiem, laé rđi. Tiep tuii rđi trong bong
toái theái 20 phuii nđi á cho phain ò ing hoái toái.

----- N
o rđi háp thu A $\lambda = 410$ nm.

Chuii: Khi cho H₂SO₄ vào neái chuaá bđi rđi vào rđi nhanh vào mói oág rđi ing
dung dđch N-NO₃ chuaá vào máu. Laé rđi cho tđi oág.

BÀI 9 : XÁC ĐỊNH HẠM LƯỢNG SẮT

I. GIỚI THIỆU CHUNG :

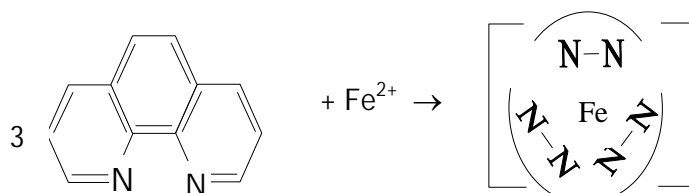
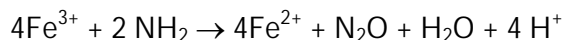
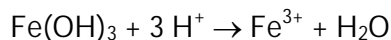
1. Ứng dụng môi trường:

Từ đây con người bắt đầu nhận biết sự ô nhiễm của sắt trong nước gây tác hại rất lớn với sức khỏe. Nếu nồng độ sắt sau khi loại bỏ các ion khác thì hàm lượng sắt khi vượt tới 1 mg/l. Riêng đối với nước ngầm và nước thải sinh hoạt, hàm lượng sắt có thể cao hơn rất nhiều. Nếu nồng độ sắt khi tiếp xúc với không khí sẽ tạo ra gỉ sét và các chất khác như gỉ sét, nguyên nhân là do Fe^{2+} bị oxy hóa thành Fe^{3+} tạo thành những chất kết tủa dễ dàng lắng đọng. Ở những nơi có độ pH thấp, quá trình oxy hóa sẽ diễn ra chậm và sắt trong nước tồn tại dưới dạng Fe^{2+} . Trong môi trường có pH < 6 và có sự khử, Fe^{3+} có thể tồn tại một thời gian. Quá trình oxy hóa sẽ tăng lên khi trong môi trường có pH > 6, các chất oxy hóa hay do hoạt động của vi sinh vật.

Sắt trong nước ngầm nguyên nhân là do quá trình oxy hóa sau khi giải phóng các ion sắt và các ion khác ra các vết ô nhiễm các chất khác nhau. Khi hàm lượng sắt lớn hơn 1 mg/l gây ra vệt trắng trong nước và các chất khác quan trọng khác nhau như sắt. Ngoài ra các chất khác trong nước cũng dần dần thay đổi là những chất khác nhau của hệ thống phân tử nước. Chính vì những lý do trên nên tiêu chuẩn Việt Nam đưa ra cho nước sử dụng trong sinh hoạt của hàm lượng sắt tổng < 1,5 mg/l và nước sử dụng cho ăn uống phải có hàm lượng Fe^{3+} < 0,3 mg/L. Nếu vượt quá mức này, tiêu chuẩn cho phép sắt trong nước cấp cho sản xuất nước uống và sinh hoạt nên những chất khác của công nghệ xử lý nước thì hàm lượng sắt tổng < 0,1 mg/l.

2. Nguyên tắc: -----

Sắt trong dung dịch nước khi thêm dung dịch Fe^{2+} (tan trong nước) bằng cách đun sôi trong môi trường acid và hydroxylamine sau đó Fe^{2+} tạo phức với 1.10-phenanthroline ở pH 3,0 - 3,3. Một nguyên tử Fe^{2+} sẽ kết hợp với ba phân tử của phenanthroline tạo thành phức chất màu đỏ cam. Cường độ màu tuân theo định luật Lambert-Beer và phụ thuộc vào pH. Phản ứng sẽ xảy ra trước khi pH của môi trường nằm trong khoảng 2,9 - 3,5 và sử dụng một lượng phenanthroline. Các phản ứng như sau:



(màu cam đỏ)

Phổ ứng pháp phenanthroline có thể xác định hàm lượng sắt cao nhất là 0,1 mg/l.

3. Trường hợp:

Nhóm chất oxy hoá mạnh như cyanide, nitrite và phosphates (polyphosphate mạnh hơn orthophosphate), chromium, zinc với hàm lượng lớn hơn 10 lần, cobalt, copper lớn hơn 5 mg/l và niken lớn hơn 2 mg/l đều gây ảnh hưởng rất xấu qua phân tích. Bismuth, cadmium, mercury, molybdate và silver kết tủa với phenanthroline. Trong quá trình thực hiện thí nghiệm, bộ lọc rửa sạch với acid nhằm chuyển polyphosphate thành orthophosphate, loại bỏ ảnh hưởng của nitrite và cyanide. Thêm một lượng nhỏ phenanthroline để loại bỏ nhiễu sai số gây ra bởi các chất oxy hoá mạnh và tạo phức với một số ion kim loại có trong dung dịch. Nếu hàm lượng các ion kim loại quá cao, cần phải sử dụng phổ ứng pháp trích ly.

Nếu mẫu có màu hay chất hữu cơ, xử lý mẫu bằng cách rửa sạch nhiều lần với acid HCl 1 : 1 trong cốc qua giấy lọc silica, selen hay platinum. Khi mẫu sạch, rửa nhẹ nhàng tro cốc lại rồi đổ hết tan bằng acid. Nếu hàm lượng chất hữu cơ quá cao, bộ lọc phải thay thế bộ lọc thực hiện giai đoạn trích ly.

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ

Nhằm loại bỏ các chất bám trên thành dụng cụ cần phải rửa sạch dụng cụ thí nghiệm bằng HCl rửa sạch, tráng lại bằng nước cất rồi rửa sạch bằng nước cất.

III. HOA CHẤT

- HCl
- $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ 10%
- $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$
- Dung dịch Phenanthroline 0,1%
- Dung dịch lưu huỳnh đioxit
- Dung dịch Sắt(II) chuẩn

Cách pha dung dịch:

1. Hydrochloric acid (HCl) rửa sạch.
2. Dung dịch Hydroxylamine 10%:
3. Dung dịch Ammonium acetate ($\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$): hoà tan 250g $\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ trong 150mL nước cất thêm 700mL acid acetic (CH_3COOH) rửa sạch. Lave rửa.
4. Dung dịch Phenanthroline: Hoà tan 100mg 1.10-phenanthroline monohydrate ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$) trong 100mL nước cất khuấy và gia nhiệt tới 80°C . Khoảng 10 phút rửa sạch. Thêm 2 giọt acid HCl rửa sạch, khuấy rửa rửa khi tan hoàn toàn. Khoảng sử dụng dung dịch khi có màu đen.
5. Dung dịch lưu huỳnh đioxit Cho từ từ 20mL H_2SO_4 rửa sạch vào 50mL nước cất và thêm vào 1,404g $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Sau khi dung dịch trong nhạt thêm từ từ 10 giọt KMnO_4 cho đến khi xuất hiện màu hồng nhạt khoảng 10 phút. Thêm nước thành 1.000mL với nước cất (1mL = 200 μg Fe)
6. Dung dịch chuẩn: pha nước cất khi sử dụng

STT	0	1	2	3	4	5
Lấy mẫu nước thải khi thể tích dung dịch còn khoảng 10 ÷ 15 mL rồi người chuyển vào bình định mức 100 mL						
V dd $\text{NH}_3\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ (ml)	10					
V dd phenanthroline (ml)	4					
Lấy mẫu nước thải 100 mL bằng bình định mức Lae rồi để 10 ÷ 15 phút vào bình định mức thu.						
C μg	0	20	40	60	80	100
C mg/l	0	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0

Nếu mẫu nước thải có màu, thay vì sử dụng bình định mức Lae lấy mẫu trắng, sử dụng chính mẫu lấy mẫu trắng vào bình định mức qua tất cả các bình định mức nhỏ trong quá trình thực hiện nhằm không cho phenanthroline.

BÀI 10: XÁC ĐỊNH HẠM LƯỢNG OXY HOA TAN (DISSOLVE OXYGEN)

I. GIỚI THIỆU CHUNG:

1. Ý nghĩa môi trường:

DO (oxy hòa tan) là yếu tố rất quan trọng để thay đổi oxy trong nguồn nước. Đây là chỉ số quan trọng nhất liên quan đến việc kiểm soát ô nhiễm dòng chảy. Ngoài ra DO còn là chỉ số kiểm tra BOD nhằm đánh giá mức độ ô nhiễm của nước thải sinh hoạt và nước thải công nghiệp.

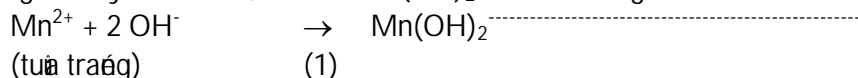
Tất cả các quá trình xử lý sinh học khí phụ thuộc vào sự hiện diện của DO trong nước thải, việc xác định DO không thể thiếu vì nó là một chỉ số quan trọng để đánh giá mức độ ô nhiễm môi trường. DO cũng là yếu tố quan trọng trong sự phát triển của thực vật thủy sinh, và việc kiểm soát DO thích hợp cho vi sinh vật hiếu khí phát triển.

DO cũng là yếu tố quan trọng trong sự phát triển của thực vật thủy sinh, và việc kiểm soát DO thích hợp cho vi sinh vật hiếu khí phát triển.

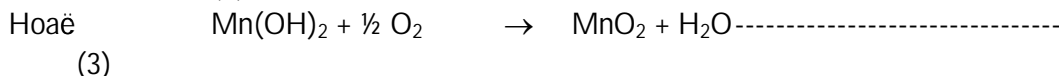
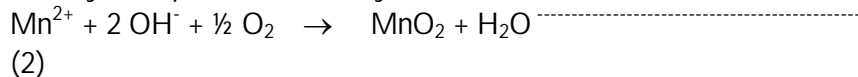
2. Nguyên tắc:

Phương pháp Winkler cải tiến dựa trên sự oxy hóa Mn^{2+} thành Mn^{4+} bởi lượng oxy hòa tan trong nước.

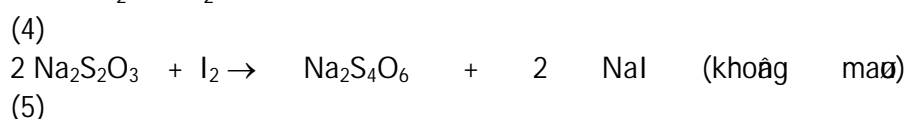
1. Nếu không có oxy hiện diện, kết quả $Mn(OH)_2$ có màu trắng.



2. Nếu mẫu có oxy, một phần Mn^{2+} bị oxy hóa thành Mn^{4+} , kết quả có màu nâu.



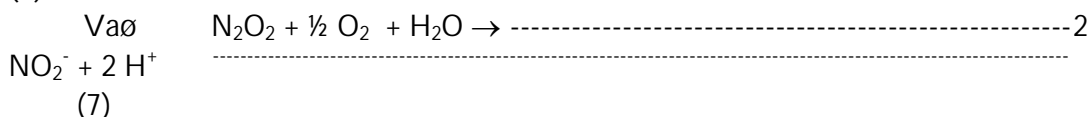
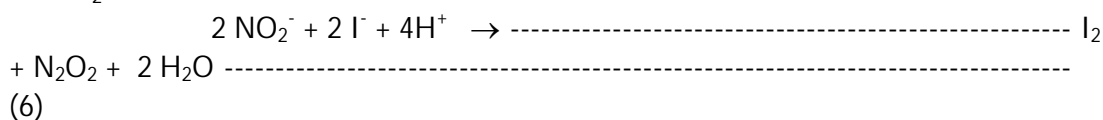
Mn^{4+} có khả năng khử I^- thành I_2 trong môi trường acid. Nhờ vậy lượng I_2 được giải phóng từ ống nghiệm với lượng oxy hòa tan có trong môi trường nước. Lượng iod này được xác định theo phương pháp chuẩn bằng thiosulfate với chất hoạt tính bột.



Phương pháp Winkler bổ sung hạn chế bởi các tác nhân oxy hóa khác như nitrite, sắt. Các tác nhân này cũng có thể oxy hóa $2 I^- \rightarrow I_2$ và nếu việc này xảy ra sẽ làm tăng kết quả. Ngoài ra các tác nhân khử như Fe^{2+} , sulfite, sulfide,... oxy hóa $I_2 \rightarrow 2 I^-$ sẽ làm thấp giá trị kết quả.

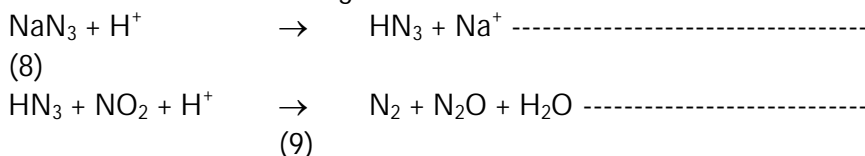
Nếu biết ion nitrite có mặt trong nước cần phải loại bỏ trước khi đo, nếu không oxy hóa Mn^{2+} song khi môi trường có iodide và acid, NO_2 sẽ oxy hóa $2 I^- \rightarrow I_2$, N_2O_2

tao thành từ phản ứng lại bôxy hoá bởi oxy không khí qua methoang dung dịch re cho lai NO₂:



Do rôi khi coi NO₂⁻ trong mẫu, rieu kethuc khoag the xay ra binh tho ong khi coi si biea rôi rôi tuoc tã I⁻ → I₂ va ong oic lai

Nêakhae phuc nhõ oic rieu treã phõ ong phap Winkler cai tieã baeg cach: trong dung dõch iodide kiem rõ oic theã moi lõ õng nhoisodium azide:



Theo tieã trõnh nay NO₂ bõloã hãn.

3. Cai trõngãi:

Cai cha lõ lõ õng, maõ.

II. DUNG CUIVA THIEãT Bõ:

- | | | | |
|-----------------------|-------|------------------|-------|
| - Chai BOD loaã 300ml | 1 cai | - Buret 25ml | 1 cai |
| - Pipet 10ml | 3 cai | - Oãg rõng 100ml | 1 cai |
| - Pipet 50ml | 1 cai | - Becher 250ml | 1 cai |
| - Bình tia | 1 cai | - Bõp cao su | 1 cai |

III. HOãI CHãIãT:

- | | |
|---|--|
| - Dung dõch Mn ²⁺ baõ hoõ | - Dung dõch Mn ²⁺ baõ hoõ |
| - Dung dõch hoãtinh bõi 1% | - Dung dõch chuaã Na ₂ S ₂ O ₃ 0,025N |
| - Axit H ₃ PO ₄ rõn | |

Cãh pha dung dõch:

- Dung dõch Mn²⁺ baõ hoõ: Neã sõ ùdõng MnCl₂.4H₂O thì cãch pha nhõ sau: hoõ tan 300 gam MnCl₂.4H₂O trong khoãng 300ml nõ õc caã (rõn nõng cho reã khi tan heã), reãnguõi roã chuyeã vaõ bình rõnh mẽ õc 500ml, duõg nõ õc caã rõnh mẽ õc tõi vaich. Hoõ tan 160gam NaOH trong 150ml nõ õc caã lam laõnh. Hoõ tan 300g NaI (hoãe 286g KI) trong 200ml nõ õc caã Hoõ tan 5gam NaN₃ trong 50ml nõ õc caã Troã ba dung dõch nay va theãn nõ õc caã tõi vaich rõnh mẽ õc cua bình 500ml. Neã coi keãtuã naã thì phai loã bõ baeg giãg loã baeg xanh.
- Dung dõch hoãtinh bõi 1%, axit H₃PO₄ rõn
- Dung dõch chuaã Na₂S₂O₃ 0,025N: Hoõ tan 6.205gam Na₂S₂O₃.5H₂O vaõ 900ml nõ õc caã + 0,1gam Na₂CO₃ + 10ml isobutanol + nõ õc caã tõi vaich 1000ml. Chuaã lai nõng rõõ dung dõch nay trõ õc khi sõ ùdõng nhõ sau:

Hieu chuaã dung dõch Na₂S₂O₃:

Thêm vào bình nón 2ml dung dịch KIO_3 0,005M (cả 1,070gam KIO_3 + nước cất bằng 1 lít) + 0,2gam KI + 20ml nước cất + 1ml HCl 1M. Để yên và khuấy bằng dung dịch chứa $Na_2S_2O_3$ với pha tới màu vàng rơm, thêm 3 giọt hoạt tính boi 1%, tiếp tục khuấy tới khi giọt $Na_2S_2O_3$ hết khi dung dịch màu xanh, lặp lại 2 lần và khuấy đều qua trung bình. Nồng độ của $Na_2S_2O_3$ tính theo công thức: -----

$$C = \frac{A.B.6}{D}$$

Trong đó - A, B là thể tích và nồng độ mol/l của KIO_3 (ml).

- D, C là thể tích và nồng độ mol/l của $Na_2S_2O_3$; 6 là số nguyên tử của KIO_3 .

IV. THỰC HÀNH:

- Lấy mẫu lấy vào chai DO, lấy nút gai bịt phần trên ra, V = 300mL, khuấy rồi để yên để bọt khí bám xung quanh thành chai.
- Mৌনিত লাইলী তেঁন বোঁ দী মৌঁ মৌঁ মৌঁ:
 - ----- 2
mL $MnSO_4$
 - ----- 2
mL azide kiểm
- Nhấc nút chai, để yên ít nhất 20 giây.
- Nhấc nắp khi kết thúc quá trình hoạt động, để yên chai thêm một lần nữa.
- Nhấc kết thúc quá trình, cả thành mৌনিত, thêm 2mL H_2SO_4 nữa nữa.
- Nhấc nút, rồi chai để yên vài phút, rồi chai hoạt động quá trình kết thúc.
- Rồi bỏ 97mL dung dịch, rồi pha loãng mẫu còn lại bằng dung dịch $Na_2S_2O_3$ 0,025N với chất hoạt tính boi. Hoạt tính boi chất rồi để yên khi màu vàng dung dịch còn thái nhất.

BÀI 11 : NHU CẦU OXY SINH HỌC (BIOCHEMICAL OXYGEN DEMAND)

I. GIỚI THIỆU CHUNG:

1. Ý nghĩa môi trường:

BOD là chỉ số dùng rộng rãi trong kỹ thuật môi trường. Nó là chỉ tiêu xác định mức độ ô nhiễm của nước thải sinh hoạt và công nghiệp qua chế độ oxy được tiêu hao trong các chất hữu cơ. Ngoài ra BOD còn là một trong những chỉ tiêu quan trọng nhất để kiểm soát ô nhiễm dòng chảy.

BOD còn liên quan rất chặt chẽ với nồng độ oxy tiêu thụ do vi sinh vật khi phân hủy chất hữu cơ có trong nước thải. Do vậy BOD còn là chỉ số dùng để đánh giá công suất các công trình xử lý sinh học của nhà máy xử lý nước thải qua các công trình xử lý.

2. Nguyên tắc:

Sử dụng loại chai DO để biệt có thể tích 300mL, cho mẫu vào chai. Nồng độ hòa tan oxy (DO) ban đầu sau 5 ngày ở nhiệt độ 20°C. Lượng oxy chênh lệch do vi sinh vật sử dụng chính là BOD.

Vi sinh vật nitrate hóa sẽ sử dụng oxy để oxy hóa nitơ NH_3 thành NO_2^- và NO_3^- , do vậy có thể đảm bảo thiếu hụt oxy hòa tan trong nước dẫn đến việc BOD không còn chính xác.

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ:

- Chai DO	4 cái	- Buret 25ml	1 cái
- Pipet 10ml	3 cái	- Ống rộng 100ml	1 cái
- Bóp cao su	1 cái	- Becher 250ml	1 cái
- Bình tia	1 cái	- Tủ điều nhiệt BOD ở $20^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$	1 cái
- Máy sục khí oxy	1 cái	- Máy pH kế	1 cái

III. HOÀ CHẤT:

- Dung dịch đệm Phosphate	- Dung dịch MgSO_4
- Dung dịch H_2SO_4 1N	- Dung dịch CaCl_2
- Dung dịch NaOH 1N	- Dung dịch FeCl_3
- Dung dịch Sulfide natri	- Dung dịch acid Glutamic
- Dung dịch ammonium chloride	

Cách pha dung dịch:

- Dung dịch đệm Phosphate (phosphate buffer solution): hòa tan 8,5g KH_2PO_4 ; 21,75g K_2HPO_4 ; 33,4g $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ và 1,7g NH_4Cl trong 500mL nước cất và rửa sạch bình 1 lít.
- Dung dịch MgSO_4 (magnesium sulfate solution): hòa tan 22,5g $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ trong nước cất rửa sạch bình 1 lít.

- Dung dịch CaCl_2 : hoà tan 27,5g CaCl_2 trong nước cất rồi thêm nước thành 1 lít.
- Dung dịch FeCl_3 (feric chloride solution): hoà tan 0,225g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ trong nước cất rồi thêm nước thành 1 lít.
- Dung dịch H_2SO_4 1N hoặc NaOH 1N:
- Dung dịch Sulfide natri: hoà tan 1,575g Na_2SO_3 trong 1 lít nước cất
- Dung dịch acid Glutami (glucose - glutamic acid solution): sấy glucose và glutamic acid trong 1 giờ ở nhiệt độ 103°C . thêm 150mg glutamic acid vào nước cất và pha thành 1 lít.
- Dung dịch ammonium chloride: hoà tan 1,15g NH_4Cl trong nước cất chỉnh pH = 7,2 bằng NaOH và pha loãng thành 1 lít. Dung dịch chỉ có 0,3mg N/ml.

IV. THỰC HÀNH:

a. Chuẩn bị nước pha loãng:

Nước pha loãng rồi pha chế bằng cách thêm mỗi 1mL các dung dịch phosphate, MgSO_4 , CaCl_2 , FeCl_3 , cho mỗi lít nước cất bão hoà oxy và giữ ở $20^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ (nước pha loãng này rồi sử dụng trong 2 giờ).

b. Xử lý mẫu:

- Nếu có kiềm hoặc acid thì mẫu phải rồi trung hoà về pH khoảng 6,5 - 7,5 bằng H_2SO_4 hoặc NaOH .
- Nếu mẫu có hàm lượng chlor dư rồi thêm 1mL acid acetic 1 : 1 hay H_2SO_4 1: 50 trong 1 lít mẫu, sau rồi tiếp tục thêm, sau rồi tiếp tục thêm 10mL KI 10% rồi rồi pha bằng $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,025M rồi khí dung dịch rồi thành khoảng màu.
- Kỹ thuật pha loãng mẫu xử lý theo tỷ lệ như sau:
 - 0,1% - 1% ----- :
cho nước thải công nghiệp nhiễm bẩn nặng.
 - 1% - 5% ----- :
cho nước uống chỉ xử lý hoặc rồi.
 - 5% - 25% ----- :
cho dòng chảy qua quá trình oxy hoá.
 - 25% - 100% ----- :
cho các dòng sông ô nhiễm (nhận nước thải).

Hãy điền vào theo kết quả kiểm tra như sau oxy hoá:

Kết quả xác định rồi oxy hoá theo KMnO_4 mg/l	Số rồi thải pha cho rồi 1000ml, ml
15	250-150
15 - 40	100 - 75
40 - 60	50 - 40
60 - 120	30 - 20

120 - 240	15 - 10
240 - 360	10

c. Nồng độ phân l ng oxy hòa tan:

- Chia n i  c pha loãng v o hai chai. Cho mẫu v o mỗi chai bằng cách dùng pipet xuy ng r y chai th i đ i mẫu v o chai cho r a khi r i th i t ch c m s i đ ng, lấy nhanh pipet ra khỏi chai r y nhanh n i lại (không r i  c c i b i kh i). Mỗi chai r y kín r a  i 5 ngày (DO_5) v o mỗi chai r a r nh pha t i t i th i (DO_0). Chai  i trong tủ  i  i $20^\circ C$ r y k n n i  i bằng n i  i m ng tr a cho l e của miệng chai (l  u y  i r i  i  ng n i  i n y khoảng b c  i h ).
- N nh l   ng oxy của n i  i dung r a pha loãng. Lấy n i  i r a b o ho  oxy v o 2 chai n i nh m 250ml (dung  ng xiphong r i a n i  i v o r y chai khoảng r i  c r a b i kh i).
 - Chai th i nh  r m r nh l ng oxy. K a qu  r nh l   ng chai th i nh  t nh ra mg/l s a DO_1
 - Chai th i   hai gi   i  i  i nh i r a $20^\circ C$ v o r nh  nh s ng. Sau 5 ngày (10, 15, 20 ngày t y theo y  c u nghi  c i  ) r m r nh l   ng oxy của chai th i   hai, cho k a qu  DO_5

H i s i gi    cho bi  l   ng oxy t i th i sau 5 ngày của n i  i dung r a pha loãng. L   ng oxy n y khoảng r i  c qu  0,5 mg/l .
- N nh l   ng oxy của n i  i th i r a pha loãng: Lấy n i  i th i r a pha loãng bằng n i  i b o ho  oxy v o hai chai n i nh m dung t ch 250 ml.
 - Chai th i nh  r m r nh l ng oxy. K a qu  r nh l   ng chai th i nh  t nh ra mg/l s a DO_1 .
 - Chai th i   hai gi   i  i  i nh i r a $20^\circ C$ v o r nh  nh s ng. Sau 5 ngày (10, 15, 20 ngày t y theo y  c u nghi  c i  ) r m r nh l   ng oxy của chai th i   hai, cho k a qu  DO_5 .

Bài 12 : NHU CẦU OXY HOÁ HỌC (CHEMICAL OXYGEN DEMAND)

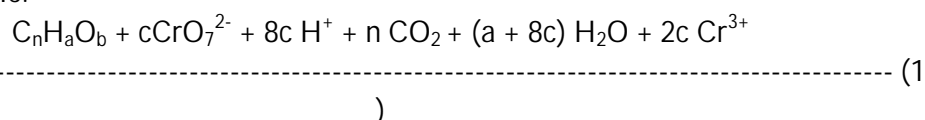
I. GIỚI THIỆU CHUNG:

1. Ý nghĩa môi trường:

COD là một trong những chất tiêu chuẩn trọng dụng để kiểm tra ô nhiễm của nguồn nước thải và môi trường mà dễ dàng để các công trình xử lý nước thải.

2. Nguyên tắc:

Hầu hết các chất chứa hiđrô có thể bị oxy hóa khi đun sôi trong hỗn hợp crôm và acid sulfuric:



$$\text{Với } c = 2/3n + a/6 - b/3$$

Lưu ý potassium dicromate bột trắng sẽ giảm từ màu tím với lưu ý là chất hiđrô có màu trong mẫu. Lưu ý dicromate đỏ sẽ trở về màu trắng bằng dung dịch chứa $Fe(NH_4)_2(SO_4)_3$ và lưu ý chất hiđrô có oxy hóa sẽ sinh ra bằng lưu ý oxy từ lưu ý qua CrO_7^{2-} bột trắng là lưu ý oxy từ lưu ý này chính là COD.

3. Các ảnh hưởng:

Các hợp chất benzen, hydrocarbon thơm và pyridine không bị oxy hóa. Khi thêm Ag_2SO_4 vào mẫu chứa xút, các hợp chất benzen mạch thẳng bị oxy hóa dễ dàng hơn, nhưng bị ức chế phần lớn với các ion halogen tạo kết tủa và chất này cũng có thể bị oxy hóa một phần.

Khi kết tủa halogen, cho thêm 1g Hg_2SO_4 vào 50mL mẫu sao cho tỷ lệ Hg_2SO_4 : Cl^- khoảng 10 : 1. Tuy nhiên có thể sử dụng 1 lưu ý nhỏ hơn..



Vì nitrite cũng là một chất khử nên phần lớn với $K_2Cr_2O_7$ trong môi trường axit làm ảnh hưởng rất nhiều xác định COD nhưng ảnh hưởng này cũng không đáng kể nếu qua.

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ:

- | | | |
|----------------------|---------------|-------------------|
| - Pipet 25mL | ----- | - Bình cầu có |
| - Ống đong 100mL | 1 cái | mẫu 100mL |
| - Buret 25mL | 1 cái | 1 cái |
| - Bóp cao su | 1 cái | - Heát hoá chỗ ng |
| - Bình tia | 1 cái | chất hoá lỏng 1 |
| - Ống nghiệm con nút | và kích thước | cái |
| | | - Erlen 125mL |
| | | 2 cái |

- Giải pháp thí nghiệm
1 cái
- Tủ sấy
1 cái

III. HÓA CHẤT:

- Acid sulfuric (sulfuric acid reagent)
- Chất màu Feroin
- Dung dịch Ferrous ammonium sulfate (FAS) 0,10M
- Dung dịch Potassium hydrogen phthalate chuẩn (KHP):
- Dung dịch chuẩn $K_2Cr_2O_7$ 0,1N
- Dung dịch chuẩn $K_2Cr_2O_7$ 0,25N
- Dung dịch ferrous Ammonium sulfate (FAS) 0,025N
- Acid Sulfanilic

Cách pha dung dịch:

- Dung dịch chuẩn $K_2Cr_2O_7$ 0,1N: Hòa tan 4,913g $K_2Cr_2O_7$ (sấy ở $105^{\circ}C$ trong 2 giờ) trong 500mL nước cất, thêm vào 167mL H_2SO_4 rồi thêm vào 3,3g Hg_2SO_4 khuấy tan rồi đổ vào bình định mức 1.000mL.
- Dung dịch chuẩn $K_2Cr_2O_7$ 0,25N: Hòa tan 1,2259g $K_2Cr_2O_7$ (sấy ở $105^{\circ}C$ trong 2 giờ) trong nước cất vào bình định mức 1.000mL
- Acid sulfuric (sulfuric acid reagent): Cân 5,5g Ag_2SO_4 trong 1 kg H_2SO_4 rồi thêm (1 lít = 1,84 kg), để 2 ngày cho hòa tan hoàn toàn Ag_2SO_4 .
- Chất màu feroin: Hòa tan hoàn toàn 1,485g 1-10 phenanthroline monohydrate và thêm 0,925g muối Mohr trong nước cất vào bình định mức 100mL (khi hai chất này trộn lẫn với nhau thì dung dịch sẽ tan hoàn toàn và có màu đỏ).
- Dung dịch ferrous ammonium sulfate (FAS) 0,10M: Hòa tan 39,2g $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2.6H_2O$ trong một ít nước cất, thêm vào 20mL H_2SO_4 rồi thêm, lắc lạnh vào bình định mức 1 lít.
- Dung dịch ferrous ammonium sulfate (FAS) 0,025N: Hòa tan 9,8g $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2.6H_2O$ trong một ít nước cất, thêm vào 20mL H_2SO_4 rồi thêm, lắc lạnh vào bình định mức 1 lít.
- Acid sulfanilic : sử dụng nếu cần để chuẩn của nitrite bằng cách
- Dung dịch potassium hydrogen phthalate chuẩn (KHP): Hòa tan 425mg potassium hydrogen phthalate ($HOOC-C_6H_4-COOK$) sấy khô ở nhiệt độ $120^{\circ}C$ trong 2 giờ để nước cất thành 1 lít. Dung dịch này (KHP) có COD = 1,176mg O_2 /mg hay 500 μg O_2 /ml. Dung dịch này chỉ dùng để chuẩn trong 3 tháng. Nên pha FAS: chọn thể tích mẫu và hóa chất sử dụng.

Ta lấy thể tích mẫu và hóa chất dùng trong pha tích COD

Og thí nghiệm (d x l)	Thể tích mẫu (ml)	Dung dịch $K_2Cr_2O_7$ (ml)	H_2SO_4 reagent (ml)	Thể tích (ml)
--------------------------	----------------------	--------------------------------	---------------------------	------------------

16 x 100 mm	2,5	1,5	3,5	7,5
20 x 150 mm	5,0	3,0	7,0	15,0
25 x 150 mm	10,0	6,0	14,0	30,0
Ống chuẩn 10mL	2,5	2,5	3,5	7,5

III. THỰC HÀNH:

1. Phương pháp nùn kín (với mẫu COD > 50 mg/l)

- Rửa sạch ống nghiệm coinut và kín với H_2SO_4 20% trở lại khi sử dụng. Chọn thể tích mẫu và thể tích hoá chất dùng từ ống đong theo bảng 2.1.
- Cho mẫu vào ống nghiệm, thêm dung dịch $K_2Cr_2O_7$ 0,1N vào cả phần thể H_2SO_4 reagent vào bằng cách cho acid chảy dọc thành bên trong của ống nghiệm.
- Nhậy nút và ngay, lắc kỹ nhiều lần (cả phần vì phản ứng phát nhiệt), rửa ống nghiệm vào bồn rửa và cho vào lò sấy $150^{\circ}C$ trong 2 giờ
- Để nguội rồi mới rửa phễu, cho dung dịch vào erlen thêm 0,05 - 0,1mL (1 - 2 giọt) chất thòferoin vào bình pha bằng FAS 0,10M.
- Khi mẫu chuyển từ xanh lục sang nâu thì rửa hai mẫu bằng với nó để cả (mẫu 0 và mẫu B).

2. Phương pháp nùn (với mẫu có COD < 50 mg/l)

- Lấy 50 hoặc 100mL cho vào bình cầu nút mài thêm 0,1g Hg_2SO_4 và vào vỉa bi thủy tinh.
- Cả phần thêm 5,0mL H_2SO_4 reagent rửa kín và để rửa cho Hg_2SO_4 tan ra (nếu rửa trong môi trường lạnh tránh rửa hơi nóng của hơi nước bay hơi).
- Thêm 25,0mL $K_2Cr_2O_7$ 0,025N vào rửa, sau rửa vào với nhiệt độ rửa hoả lộ u.
- Thêm 70mL H_2SO_4 reagent cho lại qua phễu của bình cầu hoả lộ u, rửa rửa.
- Nùn hoả lộ u trong hai giờ để nguội và rửa ống hoả lộ u bằng nó để cả rửa nguội ở nhiệt độ rửa phễu.
- Rửa pha lộ ống $K_2Cr_2O_7$ thì rửa bằng FAS 0,025N với 2 - 3 giọt chất thòferoin.
- Khi dung dịch chuyển từ màu xanh sang màu nâu thì rửa lộ thì rửa qua trình rửa rửa

Ghi chú

- Phương pháp nùn kín dùng $K_2Cr_2O_7$ 0,1N và FAS 0,1N.
- Phương pháp nùn hoả lộ u dùng $K_2Cr_2O_7$ 0,025N và FAS 0,025N,

Bài 13 : XÁC ĐỊNH TỔNG KIM LOẠI NẶNG

I. GIỚI THIỆU CHUNG:

1. Ý nghĩa môi trường:

Kim loại nặng có trong nước là do sự tích tụ của các chất từ nhiều nguồn với nồng độ của chúng cao hơn giới hạn là những kim loại trong nước có tác hại xấu đối với các quá trình sản xuất cũng như đối với sức khỏe con người.

2. Nguyên tắc:

Ditizon là một thuốc thử hữu cơ có khả năng tạo phức với rất nhiều kim loại nặng dễ bị oxy hóa Pb^{2+} . Phức của các ion kim loại nặng tồn tại trong nước nhờ sự kết hợp vào tan nhiều trong các dung môi hữu cơ như $CHCl_3$ hoặc CCl_4 và dễ bị oxy hóa các phức này có màu hấp thụ trong vùng VIS. Vì vậy nó được dùng để xác định các kim loại nặng bằng dung môi hữu cơ rồi đo trực tiếp màu bằng quang phổ ở bước sóng 520nm, từ đó suy ra hàm lượng của chúng. Vì dung dịch chuẩn rất dễ sinh kết tủa nên hàm lượng kim loại nặng thì càng quy về hàm lượng chì. Phương pháp này còn được gọi là phương pháp chiếu tia cực tím.

3. Các trường hợp:

Hàm lượng của các ion kim loại nặng và hàm lượng của các ion hữu cơ cao là một trường hợp cho phép xác định.

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ:

- | | | | |
|-------------------------|-------|---------------------|--------|
| - Phễu chiết loại 125mL | 2 cái | - Pipet 10 ml | 1 cái. |
| - Bình rửa mẫu 25ml | 2 cái | - Pipet bầu 100ml | 1 cái |
| - Ống nghiệm | 1 cái | - Bóp cao su | 1 cái |
| - Ống đong 100ml | 1 cái | - Spectrophotometer | 1 cái |

III. HOA CHẤT:

Dung dịch:

- | | |
|------------------------------------|-----------------------------|
| - $CHCl_3$ tinh khiết | - NH_3 25%, NH_3 10%. |
| - Chất thymol xanh | - Dung dịch Amonicitrat 50% |
| - Dung dịch Pb^{2+} chuẩn 100ppm | - Dung dịch Ditizon 200ppm |

Cách pha dung dịch:

- Dung dịch Pb^{2+} chuẩn 100ppm: hòa tan 0.1599g $Pb(NO_3)_2$ loại TKPT trong 200ml nước cất + 10ml HNO_3 rồi sau đó thêm nước cất tới vạch trên mẫu 1000ml. Khi dùng thì pha loãng 10 lần để được dung dịch 10ppm.
- Dung dịch Ditizon 200ppm: hòa tan 20mg ditizon trong 20ml $CHCl_3$ trong cốc nhỏ lọc, thu dịch lọc vào phễu chiết loại 250ml, rồi có 2 lần, mỗi lần 5ml $CHCl_3$.

BAI TỔNG TRÌNH 1

1. Kết quả

a. Chất rắn tổng cộng (mg/l)? -----

b. Chất rắn bay hơi (mg/l)?

c. Chất rắn lơ lửng (mg/l)?

Trong đó

- P₀: khối lượng có
- P₁: khối lượng có sau khi sấy ở nhiệt độ 103 - 105⁰C (mg)
- P₂: khối lượng có sau khi nung ở nhiệt độ 550 - 500⁰C (mg)
- P₃: khối lượng giấy lọc (mg)
- P₄: khối lượng giấy lọc sau khi sấy ở nhiệt độ 103 - 105⁰C (mg).

2. Giải thích tầm quan trọng của việc phân tích chất rắn trong các lĩnh vực:

- Chất rắn hòa tan và các cấp độ của nó ở các cấp độ khác nhau
- Chất rắn tổng cộng và chất rắn bay hơi ở các cấp độ khác nhau
- Chất rắn lơ lửng và các cấp độ của nó ở các cấp độ khác nhau

3. Di ỉn ban kết quả phân tích và giải thích khi xác định hàm lượng chất rắn trong các điều kiện sau:

- Có nung cốc cân.
- Xác định tổng chất rắn bay hơi khi đun $MgCO_3$ chỉ ở trong mẫu cao?

BÀI TẬP TỔNG TRÌNH 2

1. Kể quai

- Nồng độ acid methyl (mg/l)?
- Nồng độ acid tổng cộng (mg/l)?

2. Mẫu nước có pH = 7,3 và nồng độ ion HCO_3^- là 80 mg/l. Giả sử rằng ảnh hưởng của chất rắn lơ lửng tan trên hoạt tính của các ion không đáng kể ở nhiệt độ của nước là 25°C. Tính nồng độ ion CO_2 của mẫu nước?

3. Nước có nồng độ ion HCO_3^- là 50 mg/l và nồng độ ion CO_2 là 80 mg/l. Tính pH của nước ở nhiệt độ 25°C. Nếu nồng độ ion CO_2 của mẫu giảm còn 3 mg/l bởi sự sục khí, pH của mẫu nước lúc này là bao nhiêu?

4. Chứng minh công thức tính toán?

BÀI TỔNG TRÌNH 3

1. Kết quả

$$\bar{N} \text{ kiềm phenol } P \text{ (mgCaCO}_3\text{/l)} = \frac{V_1 * 1000}{V_{\text{mẫu}}}$$

$$\bar{N} \text{ kiềm tổng cộng } T \text{ (mgCaCO}_3\text{/l)} = \frac{V_2 * 1000}{V_{\text{mẫu}}}$$

Kết quả phân pha	N kiềm do các ion (mg CaCO ₃ /L)		
	OH ⁻	CO ₃ ²⁻	HCO ₃ ⁻
P = 0	0	0	T
P < T/2	0	2P	T - 2P
P = T/2	0	2P	0
P > T/2	2P - T	2(T - P)	0
P = T	T	0	0

P: N kiềm phenol
 OH⁻ (mg/l) = N kiềm OH⁻ (mgCaCO₃/l) x 0,34
 CO₃²⁻ (mg/l) = N kiềm CO₃²⁻ (mgCaCO₃/l) x 0,6
 HCO₃⁻ (mg/l) = N kiềm HCO₃⁻ (mgCaCO₃/l) x 1,22

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

2. Giá trị trung bình các muối hòa tan trên hoạt tính các ion không rằng kể. Một phần n₀ ở 25°C có pH = 10,3 và hàm lượng carbonate là 20 mg/l.

.....

.....

3. Hãy tính hàm lượng ion bicarbonate (mg/l).

4. Tính độ kiềm OH^- , CO_3^{2-} , HCO_3^- và độ kiềm tổng cộng của mẫu nước (mgCaCO₃/l)?

5. Chứng minh công thức tính?

BÀI TẬP THỰC HÀNH 4

1. Kết quả

$$\text{Chloride (mg/l)} = \frac{(V_1 - V_0) \cdot 1000}{V_{\text{mẫu}}}$$

$$M_{\text{NaCl}} / M_{\text{Cl}^-} = 1,65 \Rightarrow \text{NaCl (mg/l)} = \text{chloride (mg/l)} \times 1,65$$

Trong đó:

V_1 : thể tích dung dịch AgNO_3 dùng trong phân mẫu

V_0 : thể tích dung dịch AgNO_3 dùng trong phân mẫu trắng

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

2. Tại sao phải thực hiện mẫu trắng trong phương pháp phân chloride.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

3. Phân chloride bằng phương pháp Mohr rồi thực hiện trong môi trường trung tính. Giải thích tại sao?

.....

.....

.....

4. Kết quả phân pha chloride sẽ như thế nào khi thêm một lượng nhỏ chromate?

5. Chứng minh công thức tính?

BÀI TẬP TỔNG TRÌNH 5

1. Kết quả phân tích:-----

$$\text{Nồng độ tổng cộng mgCaCO}_3/\text{l} = m\text{N}_{\text{CaCO}_3} * \frac{N_{\text{EDTA}} * V_{\text{EDTA}} * 1000}{V_{\text{mẫu}}}$$

2. Nguyên nhân gây ra nồng độ của nó là gì?

3. Mẫu nước cứng phân tích có các kết quả như sau:

$\text{Na}^+ = 20 \text{ mg/l}$	$\text{K}^+ = 30 \text{ mg/l}$	$\text{CO}_3^{2-} = 67 \text{ mg/l}$
$\text{Ca}^{2+} = 5 \text{ mg/l}$	$\text{Mg}^{2+} = 10 \text{ mg/l}$	$\text{NO}_3^- = 10 \text{ mg/l}$
$\text{Sr}^{2+} = 2 \text{ mg/l}$	$\text{Cl}^- = 40 \text{ mg/l}$	$\text{SO}_4^{2-} = 0 \text{ mg/l}$
$\text{HCO}_3^- = 40 \text{ mg/l}$		

Tính nồng độ tổng cộng, nồng độ carbonate, bicarbonate của mẫu nước (đơn vị $\text{mg CaCO}_3/\text{L}$)?

4. Kết quả phân 2:

$$1. \text{ Nồng độ calci (mgCaCO}_3\text{/l)} = \frac{V_{\text{EDTA}} * 1000}{V_{\text{mẫu}}}$$

$$2. \text{ Calci (mg/l)} = \frac{V_{\text{EDTA}} * 400,8}{V_{\text{mẫu}}}$$

$$3. \text{ Nồng độ magie} = \text{Nồng độ tổng cộng} - \text{Nồng độ calci}$$

$$\text{(mgCaCO}_3\text{/l)} \quad \text{(mgCaCO}_3\text{/l)} \quad \text{(mgCaCO}_3\text{/l)}$$

$$\text{Magie (mg/l)} = \text{Nồng độ magie} \times 0,243$$

BÀI TẬP TRÌNH 6

1. Kết quả

Sau khi coi báo cáo thu của loại chua. Về giá trị $A = f(C)$, sử dụng phương pháp bình phương có trọng số để tìm phương trình hồi quy của $y = ax + b$.

Từ giá trị hồi quy thu của mẫu cần xác định, theo phương trình hồi quy của trên, suy ra nồng độ (mg/L) mẫu.

2. Hàm lỗi ứng sulfate cao có ý nghĩa gì đối với việc cấp nước và tái nước?

3. Trong phương pháp sulfate thông qua nước, từ giá trị phân tích thí nghiệm phải tiến hành một cách chính xác, tại sao?

4. Ảnh hưởng của SO_4^{2-} đến sức khỏe con người?

BÀI TỔNG TRÌNH 7

1. Kết quả

Từ đồ thị chuẩn vẽ được đường chuẩn $A = f(C)$, sử dụng phương pháp bình phương nhỏ nhất để lập phương trình $y = ax + b$. Từ đồ thị chuẩn thu được nồng độ C_m . Nếu nồng độ A_m của mẫu vì ở ngoài đồ thị chuẩn, phải pha loãng mẫu để nồng độ thích hợp.

2. Phân tích mẫu nước ngầm, kết quả hàm lượng nitrite cao thì kết luận gì?

3. Nitrogen tồn tại ở dạng nào trong nước ngầm? Nước ngầm?

BÀI TỔNG TRÌNH 8

1. Kết quả

Từ loại chuẩn rồi nhận thu, vẽ đồ thị $A = f(C)$, sử dụng phương pháp bình phương nhỏ nhất để lập phương trình $y = ax + b$. Từ đó số nhận thu A_m của mẫu tính nồng độ C_m : $\text{mg/l NO}_3 = \text{mg N-NO}_3 \times 4,43$

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

2. Tại sao phải phân tích Nitrate trong kiểm tra ô nhiễm?

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

3. Nitrate có trong nước mặt, nước ngầm, nước cấp do nguyên nhân nào?

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

4. Khi sử dụng nước có chứa nhiều nitrate có ảnh hưởng đến sức khỏe như thế nào?

3. Nêu những nguyên nhân chính gây ô nhiễm nước trong nguồn nước ngầm?

BÀI TẬP TỔNG TRÌNH 10

1. Kết quả titrê tính bằng công thức sau: $1\text{mL Na}_2\text{S}_2\text{O}_3\ 0,025\text{M}$ tương ứng = $1\text{mg O}_2/\text{l}$:

2. Viết phương trình hóa học tóm tắt các phản ứng chủ yếu trong phương pháp Winkler?

3. Vai trò của NaOH khi pha chế dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

4. Hai mẫu nước lấy tại một vị trí gần ĐO? Một mẫu rồi ôc bao quan ngay sau khi lấy, mẫu kia rồi ôc xử lý ngay sau khi rêm về phòng thí nghiệm. Hãy so sánh kết quả phân tích hai mẫu nước?

BÀI TẬP TỔNG TRÌNH 11

1. Lượng oxy tiêu thụ 5 ngày hay nhu cầu sinh học oxy tính ra mg/l sẽ là

-----B

$$OD_5 = [(DO_1 - DO_5) - (DO_1' - DO_5')] \times \text{rất rất pha loãng}$$

Công thức này vậy rất với BOD₁₀, BOD₁₅, BOD₂₀

1. Kết quả phân tích BOD như sau:

- Lượng DO₀ của mẫu thí nghiệm: 7,8 mg/L.
- Lượng DO của mẫu pha loãng 1% sau 5 ngày với 20°C: 2,8 mg/L.
- Tính BOD₅ của mẫu?

2. Mục đích của việc cho chất dinh dưỡng vào nước pha loãng.

3. Nhiệm vụ của toán hình học để tính toán oxy hòa tan trong phân tích BOD.

BAI TỔNG TRÌNH 12

1. Kể lại CODmg O₂/l làø

2. Các sai số trong quá trình thí nghiệm?

3. Sự khác nhau giữa phương pháp rùn kín và rùn hở là gì?

4. Ý nghĩa của việc kiểm tra COD?

5. Chứng minh công thức tính toán.

BÀI TỔNG TRÌNH 13

1. Hàm lượng tổng kim loại nặng qui về chì là

2. Nếu muốn xác định riêng chì trong nước thải bằng phương pháp này thì phải thực hiện như thế nào?

1. Giải thích ý nghĩa của từng thao tác trong quy trình xác định? Vai trò của từng hóa chất nào sử dụng?

2. Chứng minh công thức tính?
