



ISO 9001:2008

BỘ GIÁO DỤC VÀ ĐÀO TẠO  
TRƯỜNG ĐẠI HỌC DÂN LẬP HẢI PHÒNG

---

## ĐỀ CƯƠNG CHI TIẾT

### MÔN HỌC

# THỰC HÀNH PHÂN TÍCH MÔI TRƯỜNG

Mã môn: EAP 32021

**Dùng cho các ngành:** Kỹ thuật Môi trường

**Bộ môn phụ trách:** Bộ môn Kỹ thuật Môi trường

## **THÔNG TIN VỀ CÁC GIẢNG VIÊN CÓ THỂ THAM GIA GIẢNG DẠY MÔN HỌC**

### **1. ThS. Nguyễn Thị Kim Dung** – Giảng viên cơ hữu

- Chức danh, học hàm, học vị: Thạc sĩ
- Thuộc bộ môn: Kỹ thuật môi trường
- Địa chỉ liên hệ: Trường Đại Học Dân Lập Hải Phòng
- Điện thoại: 0989121942 Email: dungntk@hpu.edu.vn
- Các hướng nghiên cứu chính: Phân tích , Phân tích môi trường, Quan trắc môi trường

### **2. ThS. Nguyễn Thị Cẩm Thu** – Giảng viên cơ hữu

- Chức danh, học hàm, học vị: Thạc sỹ
- Thuộc bộ môn: Môi trường
- Cơ quan liên hệ: Trường Đại học Dân lập HP
- Điện thoại: Email: thuntc@hpu.edu.vn
- Các hướng nghiên cứu chính: Hóa môi trường, hóa kỹ thuật.

## THÔNG TIN VỀ MÔN HỌC

### 1. Thông tin chung:

- Số tín chỉ: 1 tín chỉ ( 22,5 tiết)
- Các môn học tiên quyết: Hóa phân tích, Hóa môi trường, Độc học môi trường, sinh thái học môi trường
- Các môn học kế tiếp: Quan trắc môi trường
- Thời gian phân bổ đối với các hoạt động:
  - + Nghe giảng lý thuyết: 7,5 tiết
  - + Thực hành : 15 tiết

### 2. Mục tiêu của môn học:

Học sinh có được kỹ năng khảo sát, lấy mẫu và phân tích chất lượng môi trường.

### 3. Tóm tắt nội dung môn học:

Học phần cung cấp những kỹ năng cơ bản về thao tác thí nghiệm với vi sinh vật. Sau khi học xong, sinh viên có khả năng làm việc trong phòng thí nghiệm vi sinh, có thể tiến hành phân lập một chủng vi sinh vật từ môi trường, nuôi cấy và bảo quản chúng trong môi trường thích hợp, xác định số lượng của chúng, đồng thời sinh viên có khả năng thực hành và tư duy logic để xác định một số đặc điểm trao đổi chất đặc trưng của vi sinh vật.

### 2. Học liệu:

1. Các tiêu chuẩn Nhà nước Việt Nam về môi trường.

Tập 1: Chất lượng nước

## Tập 2: Chất lượng không khí và đất

Nhà xuất bản Khoa học và Kỹ thuật, Hà Nội 1995

2. Cục môi trường. *Sổ tay quan trắc và phân tích môi trường*, Hà Nội tháng 5 năm 2000.
3. Lê Trình, *Khảo sát và quan trắc môi trường nước* - NXB KHKT, 1997.
4. Viện thổ nhưỡng nông hoá, *Sổ tay phân tích đất, nước, phân bón và cây trồng*, Nhà xuất bản nông nghiệp, 1998.
5. . APHA, *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 19th Edition 1995.
6. Canadian executive Agency, CPMS II, *Pollution Monitoring and Baseline Studies - Enviromental monitoring Work book*, 1997.

### 5. Nội dung chi tiết:

#### 5.1. Lý Thuyết: 7,5t

Giới thiệu chung về một số phương pháp phân tích công cụ

- a. Phương pháp so màu 1.5t
- b, Phương pháp điện hóa: 2t
- c, Phương pháp sắc ký: 2t
- d, Phương pháp hấp phụ nguyên tử: 2t

#### 5.2. Thực hành: 15 t (30 tiết học)

#### Bài 1: Xác định mùi, vị, màu sắc mẫu nước.

##### A. Xác định mùi.

###### 1. Nguyên tắc:

Dùng phương pháp cảm quan để xác định đặc tính và cường độ mùi (mùi đất, mùi clo, mùi dầu...)

###### 2. Dụng cụ, vật liệu cần chuẩn bị:

- Bình tam giác nút nhám dung tích 250ml
- Cốc thủy tinh dung tích 250ml
- Mặt kính đồng hồ

###### 3. Cách tiến hành:

###### a. Xác định mùi ở 20<sup>0</sup>C:

Lấy 100ml mẫu nước cần thử ở 20<sup>0</sup>C, cho vào bình tam giác dung tích 250ml, đậy kín nút và lắc (khoảng 5 phút). Ngay sau đó mở nút ra và xác định đặc tính, mức độ của mùi

###### b. Xác định mùi ở 60<sup>0</sup>C:

Lấy 100ml mẫu nước cần thử cho vào bình tam giác dung tích 250ml, dùng mặt kính đồng hồ đậy kín bình tam giác và đun nóng cách thủy cho đến 50-60<sup>0</sup>C. Lắc đều bình, dịch kính đồng hồ sang một bên và nhanh chóng xác định đặc tính và mức độ mùi

*c. Đánh giá mức độ mùi*

Mức độ mùi của nước ở 20<sup>0</sup>C và 60<sup>0</sup>C được đánh giá và cho điểm theo quy định theo bảng sau:

<b>Mức độ mùi</b>	<b>Đặc điểm của mùi</b>	<b>Đánh giá mức độ mùi (điểm)</b>
Không có mùi	Bằng cảm giác không cảm nhận được mùi	0
Mùi rất nhẹ	Người bình thường không nhận thấy nhưng phát hiện được trong phòng thí nghiệm	1
Mùi nhẹ	Người bình thường nếu chú ý sẽ phát hiện được	2
Có mùi	Dễ nhận biết và gây cảm giác khó chịu	3
Có mùi rõ	Gây cảm giác khó chịu và lúc uống bị lợm giọng	4
Mùi rất rõ	Mạnh đến nỗi không thể uống được	5

**B. Xác định vị**

*1. Nguyên tắc:*

Dùng phương pháp cảm quan để xác định đặc tính và cường độ của vị và vị lạ

Phân ra làm bốn loại chính: mặn, chua, ngọt và đắng. Tất cả các loại vị khác nhận biết được đều gọi là vị lạ.

*2. Cách tiến hành:*

Cho một ít nước cần thử vào miệng, cho từng ít một, không uống và giữ trong miệng từ 3-5 giây để nhận biết vị

*3. Đánh giá mức độ vị*

Mức độ vị và vị lạ của nước ở 20<sup>0</sup>C được đánh giá và cho điểm theo quy định theo bảng sau:

<b>Mức độ của vị và vị lạ</b>	<b>Đặc tính của vị và vị lạ</b>	<b>Đánh giá mức độ của vị và vị lạ (điểm)</b>
Không có gì	Bằng cảm giác không cảm nhận được vị và vị lạ	0
Vị rất nhẹ	Người bình thường không nhận thấy nhưng phát hiện được trong phòng thí nghiệm	1
Vị nhẹ	Người bình thường nếu chú ý sẽ phát hiện được	2

Có vị	Dễ nhận biết và gây cảm giác khó chịu	3
Có mùi rõ	Gây cảm giác khó chịu và lúc uống bị lợm giọng	4
Có vị rất rõ	Mạnh đến nỗi không thể uống được	5

### C. Xác định màu sắc

#### 1. Nguyên tắc:

Màu sắc của nước trong tự nhiên là do các loại thực vật (mùn), các quá trình sinh học, hoá học trong nguồn nước tạo ra.

Dùng phương pháp so màu để so sánh màu sắc của mẫu nước cần thử với màu nhân tạo theo màu nước thiên nhiên.

#### 2. Dụng cụ, hoá chất cần chuẩn bị:

\* *Dụng cụ:*

- Máy so màu có bước sóng  $\lambda = 413\text{nm}$
- Ống đong có dung tích 100ml
- Ống hút các loại
- Phễu thủy tinh
- Giấy lọc.

\* *Hoá chất:*

- Dung dịch tiêu chuẩn chính (dung dịch số 1): Cân chính xác 0,0875g kali dicromat ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ), 2g coban sunfat ( $\text{CoSO}_4$ ) và 1ml axit sunfuaric ( $d = 1,84\text{g}/\text{cm}^3$ ) hoà tan vào trong một ít nước cất. Định mức thành 1000ml. Dung dịch này tương đương với độ màu  $500^0$ .
- Dung dịch axit sunfuaric loãng (dung dịch số 2): Dùng nước cất pha loãng 1ml axit sunfuaric đậm đặc ( $d = 1,84\text{g}/\text{cm}^3$ ) đến 1000ml.

#### 3. Cách tiến hành

\* *Lập đường chuẩn:* Theo bảng sau:

Số TT ống Thuốc thử	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Dung dịch số 1 (ml)	0	2	4	6	8	10	12	14	16	20	24	28
Dung dịch số 2 (ml)	200	198	196	194	192	190	188	186	184	180	176	172
Độ màu	$0^0$	$5^0$	$10^0$	$15^0$	$20^0$	$25^0$	$30^0$	$35^0$	$40^0$	$50^0$	$60^0$	$70^0$

Để thang màu ổn định (từ 5 - 10 phút) rồi tiến hành đo độ hấp thụ hay độ thấu quang trên máy so màu ở bước sóng  $\lambda = 413\text{nm}$ . Ghi mật độ quang hoặc độ thấu quang theo thứ tự của từng ống.

Vẽ đồ thị biểu diễn mối quan hệ giữa độ hấp thụ hoặc độ thấu quang (trục tung) với độ màu của từng ống (trục hoành).

\* *Tiến hành thử:*

Lấy 100ml mẫu nước cần thử (đã lọc) rồi tiến hành đo độ hấp thụ hay độ thấu quang trên máy so màu ở bước sóng  $\lambda = 413\text{nm}$ . Dựa vào đồ thị để xác định độ màu của mẫu nước thử. Nếu mẫu thử có độ màu  $>70^0$  thì phải pha loãng bằng nước cất.

Thông thường các nguồn nước tự nhiên có độ màu khác nhau từ  $15^0$  đến  $25^0$  và nước ao hồ từ  $40^0$  đến  $60^0$ .

## **Bài 2: Xác định các chỉ tiêu pH, DO, độ muối, độ dẫn, TSS**

### ***1. Mục đích, ý nghĩa***

Giúp sinh viên tiếp cận với những thiết bị hiện trường, sử dụng được các máy đo nhanh, đo được các thông số môi trường của nước: pH, DO, độ dẫn, độ muối, TSS.

### ***2. Tiến hành thí nghiệm***

- Tiến hành thí nghiệm trên mẫu nước máy đối với các chỉ tiêu pH, DO, độ muối, độ dẫn;
- Tiến hành xác định TSS trên mẫu nước thải:

Nước thường có chứa một số chất rắn lơ lửng nhưng thường là những chất rắn có kích thước nhỏ mà không thể dễ dàng nhìn thấy được. Chỉ khi bạn quan sát 2 mẫu nước, một mẫu được xem như sạch và một mẫu đã được lọc tới cỡ micromet thì bạn mới có thể nhận thấy sự khác nhau. Mẫu nước đã qua lọc thì sáng lấp lánh trong khi mẫu nước coi như sạch đột nhiên nhìn thấy rất bẩn.

- Sấy khô giấy lọc ở  $105^{\circ}\text{C}$
- Cân giấy lọc (a mg)
- Lấy 1 thể tích nước xác định (V ml), lọc trên giấy lọc
- Sấy khô giấy lọc (sau khi lọc) ở  $105^{\circ}\text{C}$
- Cân giấy lọc (b mg)
- Tính toán hàm lượng chất rắn lơ lửng:

$$\text{TSS} = \frac{b-a}{V} \times 1000 (\text{mg/l})$$

- Thiết bị sử dụng:
  - Máy đo DO
  - Máy đo pH
  - Máy đo độ dẫn
  - Máy đo độ muối
  - Tủ sấy

- Máy lọc hút chân không
- Dụng cụ thí nghiệm: cốc, ống đong, giấy lọc  
(Sinh viên tự triển khai thí nghiệm).

### 3. Yêu cầu tường trình thí nghiệm

- Nộp báo cáo ngay sau khi kết thúc thí nghiệm.
- Yêu cầu báo cáo:
  - + Tường trình lại tiến trình thí nghiệm
  - + Kết quả thí nghiệm.

## **Bài 3: Phân tích COD**

### 1. Mục đích, ý nghĩa

- Sinh viên hiểu rõ khái niệm, ý nghĩa của thông số COD
- Đánh giá được vai trò quan trọng của việc phân tích COD trong đánh giá chất lượng nước
- Tự triển khai, phân tích được chỉ tiêu COD,

### 2. Tiến hành thí nghiệm

#### 2.1. Phân tích COD bằng phương pháp chuẩn độ muối Morh

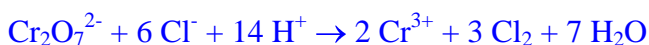
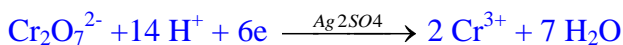
##### a, Dụng cụ và hoá chất

- *Dụng cụ*: Bình định mức, pipet các loại, bình tam giác chịu nhiệt.
- *Hoá chất*: HgSO<sub>4</sub>, K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, Axit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Muối Morh, Chỉ thị Feroin
- *Chuẩn bị hoá chất*: Pha muối Morh: cân 19,6 g muối Morh, cho vào bình định mức 500 ml. Cho khoảng 100 ml nước cất 2 lần, lắc đều. Tiếp theo cho 10 ml axit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> đặc, cho từ từ vào bình định mức, lắc từ từ và định mức bằng nước cất đến vạch mức.

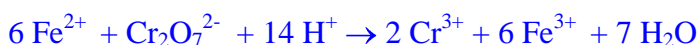
##### b, Nguyên tắc

Sử dụng một chất oxy hoá mạnh là K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> trong môi trường axit để oxy hoá các chất có trong mẫu. Lượng dư của chất oxy hoá được xác định bằng phương pháp chuẩn độ. Từ đó xác định được lượng chất oxy hoá đã phản ứng và tính được lượng oxy tương đương. Xúc tác của phản ứng oxy hoá các chất hữu cơ là Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Đối với mẫu có Cl<sup>-</sup> phải bổ sung thêm là HgSO<sub>4</sub> để loại bỏ ảnh hưởng của clo.

Các phản ứng xảy ra:



Lượng Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>2-</sup> sẽ được xác định bằng phương pháp chuẩn độ sử dụng muối Morh (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> với chỉ thị là Feroin.



##### c, Trình tự phân tích



Phá mẫu: lấy 5 ml mẫu cho vào bình tam giác chịu nhiệt (đối với mẫu trắng thay bằng 5 ml nước cất), 5 ml  $K_2Cr_2O_7$  0,25N, 10 ml axit  $H_2SO_4/AgSO_4$ , lắc đều, thêm 1 ít  $HgSO_4$ . Cho bình giác đã được đậy nắp vào tủ sấy ở nhiệt độ  $150^{\circ}C$  trong 2 giờ.

Chuẩn độ muối Morh: lấy 5 ml  $K_2Cr_2O_7$  cho vào bình nón, thêm 5 ml  $H_2SO_4$  đặc, thêm nước cất đến khoảng 30 ml. Nhỏ 2 giọt chỉ thị Feroin vào, lắc. Chuẩn bằng dung dịch muối Morh sao cho mẫu chuyển từ màu vàng nâu sang xanh đậm, rồi sang xanh nhạt. Khi dung dịch chuyển sang màu đỏ nâu thì dừng lại. Ghi lại thể tích muối Morh đã dùng chuẩn độ ( $V_2$ ).

Chuẩn mẫu trắng: mẫu sau khi nung để nguội từ từ, nhỏ thêm 2 giọt chỉ thị Feroin, thêm nước cất đến khoảng 30 ml. Chuẩn bằng muối Morh, mẫu chuyển từ màu vàng nâu sang xanh đậm, rồi sang xanh nhạt. Khi dung dịch chuyển sang màu đỏ nâu thì dừng lại. Ghi lại thể tích muối Morh đã dùng chuẩn độ ( $a$  ml)

Chuẩn mẫu thật: làm tương tự như mẫu trắng, ghi lại thể tích muối Morh dùng chuẩn độ ( $b$  ml).

Xác định COD theo công thức sau:

$$COD = \frac{(a - b).N.8000}{V(5ml)}$$

### **3. Yêu cầu nộp tường trình thí nghiệm**

- Nộp báo cáo ngay sau khi kết thúc thí nghiệm.
- Yêu cầu báo cáo:
  - + Tường trình lại tiến trình thí nghiệm
  - + Kết quả thí nghiệm.

## **Bài 4: Phân tích $NO_2^-$ bằng phương pháp so màu quang điện với thuốc thử Griess**

### **1. Mục đích, ý nghĩa**

- Sử dụng được thiết bị UV-VIS
- Sinh viên nắm được tác hại của  $NO_2^-$  đối với con người và động vật
- Tự triển khai, phân tích được chỉ tiêu  $NO_2^-$ .

### **2. Tiến hành thí nghiệm**

#### **a, Dụng cụ và hoá chất**

- *Dụng cụ*: Bình định mức; Pipet các loại; ống nghiệm.
- *Hoá chất*:
  - Dung dịch axit sunfanilic (Griess A): hoà tan 0,5 g axit sunfanilic vào 150 ml axit axetic 10% khuấy đều, để yên.
  - Dung dịch  $\alpha$  - Naphtinamin (Griess B): hoà tan 0,1 g  $\alpha$ - Naphtinamin trong 20 ml nước cất, khuấy đều. Đun sôi dung dịch, để lắng, gạn lấy phần trong, bỏ cặn, thêm vào dung dịch 150 ml axit axetic 10%, lắc đều.

*b, Nguyên tắc*

Tại pH = 2 ÷ 2,5, NO<sub>2</sub><sup>-</sup> tác dụng với axit sunfanilic và ∞ - naphthinamin cho phức màu hồng. Cường độ màu tỷ lệ với hàm lượng NO<sub>2</sub><sup>-</sup> trong nước, được đo trên máy so màu ở bước sóng 543 nm.

*c, Trình tự phân tích*

Phân tích mẫu: lấy 5 ml mẫu cho vào ống nghiệm khô (Chú ý: Đối với những mẫu thật có nồng độ NO<sub>2</sub><sup>-</sup> cao thì phải tiến hành pha loãng mẫu trước khi đem phân tích), thêm 0,5 ml Griess A, lắc đều. Thêm 0,5 ml Griess B, lắc đều. Để yên 10 phút, sau đem so màu ở bước sóng 543 nm.

Dựng đường chuẩn: sử dụng dung dịch chuẩn NaNO<sub>2</sub> có nồng độ NO<sub>2</sub><sup>-</sup> là 6 mg/l.

Vẽ đường chuẩn biểu diễn mối quan hệ giữa nồng độ NO<sub>2</sub><sup>-</sup> trong mẫu nước và Abs. Từ đó tìm ra phương trình đường chuẩn. Dựa vào phương trình đường chuẩn và tiến hành tương tự ta sẽ xác định được nồng độ NO<sub>2</sub><sup>-</sup> trong mẫu phân tích khi đo được mật độ quang của mẫu.

**Bảng xây dựng đường chuẩn phân tích NO<sub>2</sub><sup>-</sup>**

Mẫu	V <sub>NO<sub>2</sub><sup>-</sup></sub> (ml)	V <sub>nước cất</sub> (ml)	V <sub>Griess A</sub> (ml)	V <sub>Griess B</sub> (ml)	Abs
0	0	5	0,5	0,5	
1	0,5	4,5	0,5	0,5	
2	1	4	0,5	0,5	
3	1,5	3,5	0,5	0,5	
4	2	3	0,5	0,5	
5	2,5	2,5	0,5	0,5	
6	3	2	0,5	0,5	
7	3,5	1,5	0,5	0,5	
8	4	1	0,5	0,5	

**3. Yêu cầu nộp tường trình thí nghiệm**

- Nộp báo cáo ngay sau khi kết thúc thí nghiệm.
- Yêu cầu báo cáo:
  - + Tường trình lại tiến trình thí nghiệm
  - + Kết quả thí nghiệm.

**Bài 5: Phân tích PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> bằng phương pháp so màu xanh molipden**

**1. Mục đích, ý nghĩa**

- Sinh viên nắm được tác hại của  $\text{PO}_4^{3-}$  đối với con người và động vật
- Tự triển khai, phân tích được chỉ tiêu  $\text{PO}_4^{3-}$ .

## 2. Tiến hành thí nghiệm

### a, Dụng cụ và hoá chất

- *Dụng cụ:* Bình định mức, pipet các loại, ống nghiệm.
- *Hoá chất:*
  - Thuốc thử A: hoà tan 28 ml axit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  đặc vào 172 ml nước cất 2 lần, lắc đều, làm lạnh. Cân 1,5 g hexaamonium heptan molipdat tetrahydrate cho vào bình định mức 100 ml. Thêm khoảng 10 ml nước cất, lắc đều. Đổ từ từ dung dịch axit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ở trên vào, lắc, định mức đến vạch mức bằng dung dịch axit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ở trên.
  - Thuốc thử B: hoà tan 0,5028 g axit ascobic trong 100 ml dung dịch axit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ở trên.
  - $\text{Na}_3\text{PO}_4$

### b, Nguyên tắc

Trong môi trường axit amoni molipdat kết hợp với  $\text{PO}_4^{3-}$  tạo axit dị đa photpho molipdic  $(\text{MoO}_2 \cdot 4 \text{MoO}_3)_2 \text{H}_3\text{PO}_4 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$

Khử  $\text{Mo}^{\text{VI}}$  của axit dị đa này xuống Mo ở các hoá trị thấp hơn, tạo xanh molipden có màu đặc trưng. Đo quang ở bước sóng  $700 \div 725 \text{ nm}$ .

### c, Trình tự phân tích

Phân tích mẫu: lấy 5 ml mẫu cho vào ống nghiệm. Thêm 1 ml thuốc thử A, lắc nhẹ. Thêm 0,5 ml thuốc thử b, lắc nhẹ. Để ống nghiệm trong cốc nước sôi 10 phút, sau để nguội. Đo quang ở bước sóng 700 nm.

Dụng đường chuẩn: sử dụng dung dịch chuẩn  $\text{Na}_3\text{PO}_4$  có nồng độ  $\text{PO}_4^{3-}$  là 6 mg/l.

**Bảng xây dựng đường chuẩn phân tích  $\text{PO}_4^{3-}$**

Mẫu	V $\text{PO}_4^{3-}$ (ml)	V nước cất (ml)	Thuốc thử A (ml)	Thuốc thử B (ml)	Abs
0	0	5	1	0,5	
1	0,5	4,5	1	0,5	
2	1	4	1	0,5	
3	1,5	3,5	1	0,5	
4	2	3	1	0,5	
5	2,5	2,5	1	0,5	
6	3	2	1	0,5	
7	3,5	1,5	1	0,5	
8	4	1	1	0,5	

Dựng đường chuẩn xác định  $\text{PO}_4^{3-}$

### **3. Yêu cầu nộp tường trình thí nghiệm**

- Nộp báo cáo ngay sau khi kết thúc thí nghiệm.
- Yêu cầu báo cáo:
  - + Tường trình lại tiến trình thí nghiệm
  - + Kết quả thí nghiệm.

## **Bài 6: Xác định tổng Mn trong nước bằng phương pháp so màu quang điện**

### **1. Mục đích, ý nghĩa**

- Sinh viên nắm được tác hại của Mn
- Tự triển khai, phân tích được chỉ tiêu Mn.

### **2. Tiến hành thí nghiệm**

#### **Hoá chất:**

- $\text{HNO}_3$  đ
- Dung dịch  $\text{AgNO}_3$ : Hoà tan 3,4 g  $\text{AgNO}_3$  trong 100 ml nước cất 2 lần.
- Muối  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$  dạng rắn.
- Dung dịch chuẩn: Sử dụng dung dịch  $\text{MnSO}_4$  được axit hoá bằng  $\text{H}_2\text{SO}_4$  có nồng độ Mn 10 mg/l.

#### **Tiến hành:**

Cho 25 ml mẫu nước cần phân tích cho vào cốc 100 ml. Thêm 1 ml  $\text{HNO}_3$  đ, nhỏ từ từ dung dịch  $\text{AgNO}_3$  cho đến khi kết tủa hết ion  $\text{Cl}^-$ , thêm tiếp 0,5 ml dung dịch  $\text{AgNO}_3$ , lắc, để lắng, lọc lấy dung dịch. Thêm 0,25g peunfat  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$  vào nước lọc. Cho vào tủ sấy sấy ở 90 - 95<sup>0</sup>C trong 15 phút. Để nguội, chuyển vào bình định mức dung tích 50 ml, thêm nước cất đến vạch mức. Tiến hành đo quang ở bước sóng 525 nm.

Dựng đường chuẩn xác định Mn từ dung dịch chuẩn  $\text{MnSO}_4$ .

### **3. Yêu cầu nộp tường trình thí nghiệm**

- Nộp báo cáo ngay sau khi kết thúc thí nghiệm.
- Yêu cầu báo cáo:
  - + Tường trình lại tiến trình thí nghiệm
  - + Kết quả thí nghiệm.

## **Bài 7: Xác định hàm lượng sắt trong nước tự nhiên**

### **1. Mục đích, ý nghĩa**

- Sinh viên nắm được tác hại của Fe
- Tự triển khai, phân tích được chỉ tiêu Fe.

### **2. Tiến hành thí nghiệm**

## 2.1. Cơ sở phương pháp

Có nhiều loại thuốc thử có thể tạo phức màu với ion sắt có giá trị trong phương pháp đo quang. Bên cạnh phức giữa Fe(III) với axit sunfosalixilic đã nghiên cứu trong các bài trên thì phức màu đỏ cam được tạo thành giữa Fe(II) và 1, 10 phenanthroline (orthophenanthroline) được coi là phương pháp tiêu chuẩn để xác định hàm lượng trong nước tự nhiên. Phản ứng tạo thành phức được viết ngắn gọn như sau:



Hằng số cân bằng của phản ứng là  $2,5 \cdot 10^6$  (tại  $25^\circ\text{C}$ ). Phức được hình thành trong khoảng pH từ 3 tới 9, tối ưu là 3,5. Trong phân tích định lượng cần cho dư tác nhân khử như hydroxylamin hay hydroquynon để chuyển hoàn toàn các dạng Fe(III) về Fe(II). Phức tạo thành trong các điều kiện tối ưu rất bền (hằng số không bền  $K = 5 \cdot 10^{-22}$ ) có giá trị lớn trong phân tích đo quang.

Phức có độ hấp thụ quang cực đại tại 508nm, với các máy so màu đơn giản có thể sử dụng kính lọc màu xanh lá cây.

## 2.2. Cách tiến hành

**a. Xây dựng đường chuẩn:** Đầu tiên dùng pipet lấy chính xác 10,00ml dung dịch  $\text{Fe}^{2+}$  40 $\mu\text{g}/\text{ml}$  cho vào cốc loại 100ml rồi thêm khoảng 25ml nước; đưa cốc vào máy đo pH rồi sử dụng dung dịch citrat natri để điều chỉnh pH của dung dịch tới 3,5. Đọc thể tích dung dịch citrat natri tiêu tốn và ghi lại vào sổ tay thí nghiệm (Giả sử dung dịch citrat natri tiêu tốn là Vml). Từ lượng dung dịch citrat natri cần để điều chỉnh pH cho 10ml  $\text{Fe}^{2+}$  sẽ suy ra lượng dung dịch citrat natri cần lấy cho các lượng dung dịch sắt chuẩn ít hoặc nhiều hơn. Chuẩn bị 5 bình định mức loại 50ml, cho vào đó các loại hóa chất theo thứ tự sau

ml	B1	B2	B3	B4	B5
$\text{Fe}^{2+}$ 40 $\mu\text{g}/\text{ml}$	1	2	3	4	5
Citrat natri	V/10	V/5	V/3,3	V/2,5	V/2
Hydroxylamin	1				
Orthophenanthroline	2				
Để yên 5 phút rồi định mức bằng nước cất vừa đủ tới vạch rồi lắc đều					

Tiến hành đo quang tại bước sóng 508nm với dung dịch trống gồm các thành phần trừ không có sắt trong các cuvet có bề dày  $l = 1\text{cm}$ . Xây dựng đồ thị chuẩn A-C.

## b. Xác định hàm lượng sắt trong nước

Tùy thuộc vào hàm lượng thực tế của mẫu nước mà ta lấy lượng mẫu để tiến hành phân tích cho phù hợp. Với các mẫu nước sinh hoạt, thông thường ta lấy chính xác 100ml mẫu, cho vào cốc chịu nhiệt, thêm 1~2 giọt  $\text{HNO}_3$  đặc rồi đun nhẹ trên bếp điện tới thể tích khoảng 20ml. Để nguội rồi chuyển toàn bộ dung dịch mẫu đã cô vào bình định mức loại 50ml, thêm một thể tích dung dịch citrat natri tới khi đạt pH = 3,5. Thêm 1ml dung dịch hydroxylamin và 2ml dung dịch

orthophenanthroline vào bình, để yên 5 phút rồi định mức bằng nước cất tới vạch. Tiến hành đo quang tại 508nm với dung dịch trống phù hợp.

Từ giá trị độ hấp thụ quang đo được và đồ thị chuẩn xác định hàm lượng sắt có trong mẫu nước phân tích.

### *c. Hóa chất và dụng cụ*

- Dung dịch  $\text{Fe}^{2+}$  40 $\mu\text{g/ml}$ : cân chính xác 0,2810g  $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  vào cốc khô, thêm 1ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  đặc rồi khuấy đều, thêm nước cất tới vừa đủ 1lít.
- Dung dịch citrat natri 25g/l.
- Dung dịch hydroxylamin hydroclorit 10%. Dung dịch bền được khoảng 1 tuần. Lưu ý đây là chất độc, khi làm việc cần cẩn trọng.
- Orthophenanthroline: cân 2,5g orthophenanthroline hòa tan trong 100ml ethanol 96%, thêm nước cất tới 1lít. Dung dịch bền trên 1 tháng nếu để trong bóng tối.

### **3. Yêu cầu nộp tường trình thí nghiệm**

- Nộp báo cáo ngay sau khi kết thúc thí nghiệm.
- Yêu cầu báo cáo:
  - + Tường trình lại tiến trình thí nghiệm
  - + Kết quả thí nghiệm.

## **Bài 8: Xác định amoni trong nước**

### **1. Mục đích, ý nghĩa**

- Sinh viên nắm được tác hại của amoni
- Tự triển khai, phân tích được chỉ tiêu amoni

### **2. Tiến hành thí nghiệm**

#### **2.1. Nguyên tắc xác định**

Năm 1856, J.Nessler đã lần đầu tiên đề xuất phương pháp xác định amoni bằng phương pháp so màu với dung dịch kiềm thủy ngân (II) iodit. Khi thuốc thử Nessler được thêm vào dung dịch amoni thì amoni tự do trong dung dịch sẽ phản ứng rất nhanh với tác nhân này, tuy nhiên không phải toàn bộ lượng amoni tự do đều đã phản ứng ngay lập tức do vậy cần có một thời gian để tác hạt keo màu vàng được tạo thành hoàn toàn.

Ion sắt, mangan... trong mẫu cũng tạo phức màu vàng với thuốc thử Nessler do vậy cần phải cho dung dịch kali hoặc natri tacrat vào để che các ion này.

Phản ứng với thuốc thử Nessler, dung dịch kiềm của kali tetraiodo thủy ngân, với amoni:



Thuốc thử cho phản ứng rất nhạy với amoni, phương pháp chỉ được áp dụng với dung dịch có hàm lượng amoni rất nhỏ (0,1mg/l)

#### **2.2. Cách xác định**

*a. Xây dựng đường chuẩn:*

Chuẩn bị 5 bình định mức loại 50ml pha chế dãy dung dịch chuẩn theo đúng thứ tự và có thành phần như bảng sau:

	B1	B2	B3	B4	B5
Nước cất	Khoảng 25ml				
$\text{NH}_4^+$ 25mg/l	0	1	2	3	4
$\text{K}_4\text{NaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ 10%	2,0ml lấy bằng pipet				
Thuốc thử Nessler	2,0ml lấy bằng pipet				
Nước cất không có amoni	Định mức vừa đủ tới vạch rồi lắc đều				

Để yên dung dịch khoảng 5 phút rồi cho ra cuvet có bề dày  $l=1\text{cm}$  đem đo quang trên máy đo quang ở bước sóng 400nm với dung dịch trống gồm mọi thành phần trừ amoni. Từ các số liệu độ hấp thụ quang thu được xây dựng đồ thị chuẩn A-C  $\text{NH}_4^+$  Lưu ý rằng trước khi đo quang cần quan sát dung dịch nếu thấy dung dịch có hiện tượng đục, mờ (không trong suốt) thì phải làm lại thí nghiệm.

*b. Xác định nồng độ  $\text{NH}_4^+$  trong nước:*

- Tùy thuộc vào nồng độ  $\text{NH}_4^+$  trong mẫu phân tích lớn hay nhỏ mà ta lấy vào bình định mức 50ml sao cho nồng độ  $\text{NH}_4^+$  không quá 5mg/l. Pha loãng dung dịch bằng nước cất không có amoni trước khi cho vào đó 2,0ml  $\text{K}_4\text{NaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$  10% và 2,0ml thuốc thử Nessler.
- Định mức bằng nước cất vừa đủ tới vạch lắc đều.
- Để yên 5 phút sau đó đo quang trên máy so màu ở bước sóng 400nm.
- Từ các số liệu độ hấp thụ quang (A) thu được dựa vào đồ thị chuẩn ta sẽ tính được nồng độ  $\text{NH}_4^+$  (mg/l) trong mẫu phân tích.

*c. Hoá chất và dụng cụ*

- Dung dịch chuẩn  $\text{NH}_4^+$ : Cân 0,7414g  $\text{NH}_4\text{Cl}$  đã sấy khô tới khối lượng không đổi ở  $105^\circ\text{C}$  hòa tan hoàn toàn bằng nước cất không chứa amoni rồi chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức 1000ml. Sau khi đã pha được dung dịch này lại dùng pipet lấy chính xác 10,00ml cho vào bình định mức 100ml dùng nước cất không có amoni thêm vừa đủ tới vạch lắc đều. Như vậy đã có 100ml dung dịch  $\text{NH}_4^+$  25mg/l.
- Dung dịch  $\text{K}_4\text{NaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$  10% : Cân 10g tinh thể  $\text{K}_4\text{NaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$  pha vào 90ml nước cất không có amoni.
- Thuốc thử Nessler: Cân 45,5g  $\text{HgI}_2$  và 35g KI tắm ướt, khuấy trộn đều tới khi tan hoàn toàn. Thêm tiếp 112g KOH khuấy đến tan rồi thêm nước cất tới vừa đủ 1lít. Để yên dung dịch 24 giờ gạn lấy phần dung dịch trong đem đi làm thuốc thử. Thuốc thử này rất độc nên khi làm việc cần thận trọng và bảo quản trong bình nâu có nút nhám.
- Bình định mức 50, 100, 1000ml

- Ống đong, pipet, quả bóp cao su.

### 3. Yêu cầu nộp tường trình thí nghiệm

- Nộp báo cáo ngay sau khi kết thúc thí nghiệm.
- Yêu cầu báo cáo:
  - + Tường trình lại tiến trình thí nghiệm
  - + Kết quả thí nghiệm.

### 6. Lịch trình tổ chức thực hiện

Buổi	Nội dung	Chi tiết về hình thức tổ chức dạy – học	Nội dung yêu cầu sinh viên phải chuẩn bị trước	Ghi chú
1	<b>5.1. Lý Thuyết:</b> Giới thiệu chung về một số phương pháp phân tích công cụ 1. Phương pháp so màu 2. Phương pháp điện hóa	Giảng lý thuyết		3,5t
2	3. Phương pháp sắc ký 4. Phương pháp hấp phụ nguyên tử			4t
3	<b>5.2. Thực hành</b> Bài 1: Xác định mùi, vị, màu sắc mẫu nước. Bài 2: Xác định các chỉ tiêu pH, DO, độ muối, độ dẫn, TSS Bài 3: Xác định amoni	Giảng lý thuyết và hướng dẫn thực hành		5t
4	Bài 4: Phân tích COD	Giảng lý thuyết và hướng dẫn thực hành	Hiểu được lý thuyết và cách làm bài thí nghiệm	5t
5	Bài 5: Phân tích $\text{NO}_2^-$ bằng phương pháp so màu quang điện với thuốc thử Griess Bài 6: Phân tích $\text{PO}_4^{3-}$ bằng phương pháp so màu xanh molipden	Giảng lý thuyết và hướng dẫn thực hành	Hiểu được lý thuyết và cách làm bài thí nghiệm	5t
6	Bài 7: Xác định tổng Mn trong nước bằng phương pháp so màu	Giảng lý thuyết và hướng dẫn thực hành	i. Hiểu được lý thuyết và cách làm bài thí nghiệm	5t



<b>Buổi</b>	<b>Nội dung</b>	<b>Chi tiết về hình thức tổ chức dạy – học</b>	<b>Nội dung yêu cầu sinh viên phải chuẩn bị trước</b>	<b>Ghi chú</b>
7	Bài 8: Xác định hàm lượng sắt trong nước tự nhiên	Giảng lý thuyết và hướng dẫn thực hành	Hiểu được lý thuyết và cách làm bài thí nghiệm	5t
8	Kiểm tra	Hỏi vấn đáp hoặc chấm báo cáo.		5t
<b>Buổi</b>	<b>Nội dung</b>	<b>Chi tiết về hình thức tổ chức dạy – học</b>	<b>Nội dung yêu cầu sinh viên phải chuẩn bị trước</b>	<b>Ghi chú</b>

**7. Tiêu chí đánh giá nhiệm vụ giảng viên giao cho sinh viên:**

- Ý thức chuẩn bị bài trước buổi thí nghiệm
- Nhận thức các kiến thức thu được
- Điểm kết quả thực hành.

**8. Hình thức kiểm tra, đánh giá môn học:** vấn đáp hoặc chấm báo cáo

**9. Các loại điểm kiểm tra và trọng số của từng loại điểm:**

- Kiểm tra KT : 30%
- Điểm kết quả thực hành: 70%

**10. Yêu cầu của giảng viên đối với môn học:**

Yêu cầu về điều kiện để tổ chức giảng dạy môn học :

Có đầy đủ thiết bị hóa chất và dụng cụ cho các bài thí nghiệm.

Hải Phòng, ngày      tháng      năm 20

**P.Chủ nhiệm Bộ môn**

**Người viết đề cương chi tiết**

**ThS. Nguyễn Xuân Hải**

**ThS. Nguyễn Thị Kim Dung**