

BAI 11 :NHU CẦU OXY SINH HOA (BIOCHEMICAL OXYGEN DEMAND)

I. GIỚI THIỆU CHUNG:

1. Ý nghĩa môi trường:

BOD là chỉ số dùng để đo lường mức độ ô nhiễm môi trường. Nó là một chỉ số để đánh giá mức độ ô nhiễm của môi trường sinh hoạt và công nghiệp qua chế độ oxy dùng để phân hủy các chất hữu cơ. Ngoài ra BOD còn là một trong những chỉ số để quan trọng nhất để kiểm soát ô nhiễm môi trường.

BOD còn liên quan đến việc tiêu thụ oxy tiêu thụ do vi sinh vật khi phân hủy chất hữu cơ trong môi trường. Do đó BOD còn là một chỉ số để đánh giá mức độ ô nhiễm môi trường của các công trình xử lý sinh học cũng như đánh giá hiệu quả của các công trình xử lý.

2. Nguyên tắc:

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

Vi sinh vật nitrate hòa sẽ sử dụng oxy để oxy hóa nitơ NH_3 thành NO_2^- và NO_3^- , do đó thể tích oxy hòa tan trong môi trường 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 đong 100ml	1 cái
- Bọt cao su	1 cái	- Becher 250ml	1 cái
- Bình tia	1 cái	- Tủ lạnh nhiệt độ $20^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$	1 cái
- Máy sục khí oxy	1 cái	- Máy pH kế	1 cái

III. HOA 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 trộn đều thành 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 và trộn đều thành 1 lít.

- Dung dịch CaCl_2 : hòa tan 27,5g CaCl_2 trong nước cất, rỗng mỗi thành 1 lít.
- Dung dịch FeCl_3 (feric chloride solution): hòa tan 0,225g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ trong nước cất, rỗng mỗi thành 1 lít.
- Dung dịch H_2SO_4 1N hoặc NaOH 1N:
- Dung dịch Sulfide natri: hòa 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: hòa tan 1,15g NH_4Cl trong nước cất, chỉnh pH = 7,2 bằng NaOH và pha loãng thành 1 lít. Dung dịch chỉ là 0,3mg N/ml.

IV. THỨC HANH:

a. Chuẩn bị nước pha loãng:

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

b. Xử lý mẫu:

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

Hay rỗng theo kết quả rỗng nhu cầu oxy hóa học:

Kết quả xác định rỗng oxy hóa theo KMnO_4 mg/l	Số rỗng thải pha cho rỗng 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 loãng oxy hòa tan:

- Chia nồng độ pha loãng vào hai chai. Cho mẫu vào mỗi chai bằng cách dùng pipet xua ống này chai thả từ đó mẫu vào chai cho đến khi thấy thể tích của số đếm, lấy nhanh pipet ra khỏi chai này nhanh nút lại (không mở nắp có bọt khí). Một chai này kín ngay (DO₀) và một chai để trong pha loãng thì (DO₅). Chai ở trong nước ở 20°C này ký hiệu bằng nồng độ mong đợi của mẫu nước (lưu ý rằng nồng độ này không bỏ các hệ).
- Nồng độ oxy của nồng độ dùng để pha loãng. Lấy nồng độ đã đo hoặc oxy vào 2 chai nút nhậm 250ml (dùng ống xiphong nếu nồng độ vào này chai không mở nắp có bọt khí).
 - Chai thử nghiệm thêm nồng độ oxy. Kết quả nồng độ oxy chai thử nghiệm tính ra mg/l sẽ là DO₁.
 - Chai thử nghiệm lại ở nhiệt độ 20°C và trong ánh sáng. Sau 5 ngày (10, 15, 20 ngày tùy theo yêu cầu nghiên cứu) thêm nồng độ oxy của chai thử nghiệm, cho kết quả DO₅.

Hiệu số giữa 2 cho biết nồng độ oxy tiêu thụ sau 5 ngày của nồng độ dùng để pha loãng. Nồng độ oxy này không mở nắp 0,5 mg/l.
- Nồng độ oxy của nồng độ pha loãng: Lấy nồng độ pha loãng bằng nồng độ bão hòa oxy vào hai chai nút nhậm dung tích 250 ml.
 - Chai thử nghiệm thêm nồng độ oxy. Kết quả nồng độ oxy chai thử nghiệm tính ra mg/l sẽ là DO₁.
 - Chai thử nghiệm lại ở nhiệt độ 20°C và trong ánh sáng. Sau 5 ngày (10, 15, 20 ngày tùy theo yêu cầu nghiên cứu) thêm nồng độ oxy của chai thử nghiệm, cho kết quả DO₅.

Bai 12 : NHU CAU OXY HOA HOC (CHEMICAL OXYGEN DEMAND)

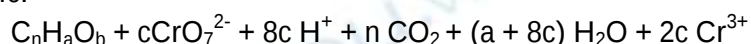
I. GIỚI THIỆU CHUNG:

1. Ý nghĩa môi trường:

COD là một trong những chỉ tiêu cần trở nên dụng để kiểm tra ô nhiễm của nguồn nước thải và môi trường mặt, để biết là các công trình xử lý nước thải.

2. Nguyên tắc:

Hầu hết các chất hữu cơ đều bị oxy hóa khi đun sôi trong hỗn hợp cronic và acid sulfuric:



----- (1)

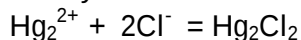
$$\text{Với } c = 2/3n + a/6 - b/3$$

Lưu ý potassium dicromate bị oxy hóa từ trạng thái oxy hóa +6 về +3 trong môi trường axit. Lưu ý dicromate đỏ sẽ trở nên màu xanh lam khi dung dịch chứa $Fe(NH_4)_2(SO_4)_3$ và lưu ý chất hữu cơ bị oxy hóa sẽ sinh ra bằng lưu ý oxy từ trạng thái oxy hóa của CrO_7^{2-} về trạng thái oxy hóa của lưu ý oxy từ trạng thái oxy hóa của lưu ý chính là COD.

3. Các ảnh hưởng:

Các hợp chất béo, hydrocarbon thơm và pyridine không bị oxy hóa. Khi thêm Ag_2SO_4 vào làm chất xúc tác, các hợp chất béo mạch thẳng bị oxy hóa dễ dàng hơn, nhưng bắt đầu phân hủy 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 phân hủy với $K_2Cr_2O_7$ trong môi trường axit làm ảnh hưởng đến việc xác định COD nên ảnh hưởng này cũng không nên kể đến có thể bỏ qua.

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ:

- | | |
|---|------------------|
| - Pipet 25mL ----- | - Bình cầu có cổ |
| - Ống đong 100mL 1 cái | mẫu 100mL |
| - Buret 25mL 1 cái | 1 cái |
| - Bóp cao su 1 cái | - Hệ thống chống |
| - Bình tia 1 cái | chảy ngược |
| - Ống nghiệm có nút và kích thước | 1 cái |
| | - Erlen 125mL |
| | 2 cái |

- Giải thí nghiệm
1 cái
- Tủ sấy
1 cái

III. HOA CHẤT:

- Acid sulfuric (sulfuric acid reagent)
- Chất thông 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 khô $105^\circ C$ trong 2 giờ) trong 500mL nước cất, thêm vào 167mL H_2SO_4 đậm đặc và 3,3g Hg_2SO_4 khuấy tan để người rửa nhiệt độ phòng, bình mở để thành 1.000mL.
- Dung dịch chuẩn $K_2Cr_2O_7$ 0,25N: Hòa tan 1,2259g $K_2Cr_2O_7$ (sấy khô $105^\circ C$ trong 2 giờ) trong nước cất và bình mở để thành 1.000mL
- Acid sulfuric (sulfuric acid reagent): Cân 5,5g Ag_2SO_4 trong 1 kg H_2SO_4 đậm đặc (1 lít = 1,84 kg), để 1-2 ngày cho hòa tan hoàn toàn Ag_2SO_4 .
- Chất thông màu feroin: Hòa tan hoàn toàn 1,485g 1-10 phenanthroline monohydrate và thêm 0,925g muối Mohr trong nước cất và bình mở để thành 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 đậm đặc, khuấy và bình mở để thành 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 đậm đặc, khuấy và bình mở để thành 1 lít.
- Acid sulfanilic : sử dụng nếu cần ảnh hưởng của nitrite trong kết
- 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, thêm 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 trở thành màu đỏ trong 3 tháng. Bình pha FAS: cho thêm chất tích màu và hòa chất sử dụng.

Tập thể tích mẫu và hòa chất dùng trong phân tích COD

Ống nghiệm (d x l)	Thể tích mẫu (ml)	Dung dịch $K_2Cr_2O_7$ (ml)	H_2SO_4 reagent (ml)	Tổng 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
Ong chúa 10mL	2,5	2,5	3,5	7,5

III. THỰC HÀNH:

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

- Rửa sạch ống nghiệm có nút và kín với H_2SO_4 20% trước khi sử dụng. Cho mẫu theo tích mẫu và để ống nghiệm đun kín theo bảng 2.1.
- Cho mẫu vào ống nghiệm, thêm dung dịch $K_2Cr_2O_7$ 0,1N và cả than theo H_2SO_4 reagent và bằng cách cho acid chảy dọc thành bên trong của ống nghiệm.
- Nhậy nút và ngay, lắc kỹ nhiều lần (cả than vì phản ứng phát nhiệt), để ống nghiệm vào rọ inox và cho vào lò sấy $150^\circ C$ trong 2 giờ.
- Nếu người rửa nhiệt không, cho dung dịch vào erlen thêm 0,05 - 0,1mL (1 - 2 giọt) chất thioferoin và dùng pha bằng FAS 0,10M.
- Khi mẫu chuyển từ xanh lục sang nâu thì ngừng đun và để nguội. Lấy hai mẫu tra ở với nồng độ cả (mẫu 0 và mẫu B).

2. Phương pháp đun (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 bình thủy tinh.
- Cả than thêm 5,0mL H_2SO_4 reagent nhậy kín và để nguội cho Hg_2SO_4 tan ra (nếu trong môi trường ô nhiễm tránh để bình đun quá lâu để tránh bay hơi).
- Thêm 25,0mL $K_2Cr_2O_7$ 0,025N và lắc đều, sau đó đổ vào bình đun hoặc đun ở u.
- Thêm 70mL H_2SO_4 reagent còn lại qua phễu của bình đun hoặc đun ở u, lắc đều.
- Đun hoặc đun ở u trong hai giờ nếu người rửa và để ống hoặc đun ở u bằng nồng độ cả, nếu người ô nhiễm không.
- Dùng pha bình $K_2Cr_2O_7$ thêm bằng FAS 0,025N với 2 - 3 giọt chất thioferoin.
- Khi dung dịch chuyển từ màu xanh sang màu nâu thì ngừng đun và để nguội.

Ghi chú

- Phương pháp đun kín dùng $K_2Cr_2O_7$ 0,1N và FAS 0,1N.
- Phương pháp đun hoặc đun ở 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 thải của công nghiệp và sinh hoạt của con người. Hàm lượng kim loại nặng trong nước có tác hại rất lớn 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 biết là Pb^{2+} . Phức của các ion kim loại nặng khó tan trong nước nhờ rất dễ tan và tan nhiều trong các dung môi hữu cơ như $CHCl_3$ hoặc CCl_4 và dễ biết là các phức này có màu hấp thụ trong vùng VIS. Vì vậy nó tạo ra các phức của ditizon với các kim loại nặng bằng dung môi hữu cơ rồi đo cường độ hấp thụ ánh sáng ở bước sóng 520nm, từ đó suy ra hàm lượng của chúng. Vì dung dịch chưa rửa sạch là cần thiết hàm lượng kim loại nặng thì ông quy về hàm lượng chì. Phương pháp này còn được gọi là phương pháp chiếu sáng.

3. Các trang bị:

Hàm lượng chất rắn lơ lửng và hàm lượng chất rắn hữu cơ cao là một trở ngại cho phép xác định.

II. DỤNG CỤ VÀ THIẾT BỊ:

- | | | | |
|-------------------------|-------|---------------------|--------|
| - Phễu chiết loại 125mL | 2 cái | - Pipet 10 ml | 1 cái. |
| - Bình định mức 25ml | 2 cái | - Pipet ba 100ml | 1 cái |
| - Ống nghiệm | 1 cái | - Bọt 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 định mức 1000ml. Khi dùng thì pha loãng 10 lần để có dung dịch 10ppm.
- Dung dịch Ditizon 200ppm: hòa tan 20mg ditizon trong 20ml $CHCl_3$ trong cốc nhỏ, thu dịch lọc vào phễu chiết loại 250ml, rửa 2 lần, mỗi lần 5ml $CHCl_3$.

Theo tiếp 50ml NH₄OH (1:99), lắc 1 phút, chuyển chất lỏng, chuyển lỏng từ cốc sang phễu chiết khác (phễu phải khô và sạch), giclai lỏng từ cốc vào bình Rô là làm khô lỏng từ cốc vào bình NH₄OH (1:99), đun lỏng từ cốc, nạp lỏng từ cốc vào phễu chiết, thêm từ từ giọt HCl (1:1) cho đến khi dung dịch mất màu tím cam, chiết dition 3 lần, mỗi lần 20ml CHCl₃, giclai các phần chiết vào bình rửa mỗi lần 100ml, cuối cùng thêm CHCl₃ tới vạch bình rửa, khi dung dịch dung dịch màu pha loãng 10 lần.

IV. THỜC HẠNH:

- Chua^a bò 2 p^heⁱu chie^t lo^ai ñ 125ml, ña^csá^c kho^av^asá^ch, ñ ò^t ñàⁿh da^a la^xhua^a va^o ma^u.
- Cho va^o p^heⁱu chua^a 4ml dung d^och Pb²⁺ chua^a 10ppm + 10 ml ñ ò^t ca^a The^an va^o 10ml amonicitrat 50%.
- Ch^on^h t^o ñg gi^ot NH₃ 25% ñe^a pH = 7 - 8, the^an 2 gi^ot thymol xan^h sau ñ ò^t dung NH₃ 10% ch^on^h ñe^a dung d^och t^o ñ^ang chuy^eaⁿ sang tho^ang xan^h la^m ñ ò^t. Cho va^o m^oi p^heⁱu 5ml dung d^och ditizon 20ppm, ña^y na^p, lá^e maⁱnh 30 gia^y, ch^o ña^ch l^op.
- Chie^t phaⁿ h^o ã cô va^o b^onh ñ^onh m^oi c 25ml (kho^av^asá^ch). Khi chie^t kho^ag ñ ò^t ñ ò^t qua b^onh ñ^onh m^oi c, tie^p tu^c chie^t cho ñe^a khi l^op dung m^oa h^o ã cô co^lma^o lu^ec thì d^o ñg.
- Dung CHCl₃ ñ^onh m^oi c ca^c b^onh t^oi va^ch (tr^o ñ^og h^op chie^t v^oi the^aí^ch ditizon v^o ô^t qua the^aí^ch của b^onh ñ^onh m^oi c thì thay ba^og b^onh ñ^onh m^oi c co^l the^aí^ch l^on h^on). N^om ca^c b^onh ñ^o ñ ò^t ñ ò^t s^ong 520nm v^oi dung d^och so saⁿh la^m dung m^oa CHCl₃.
- Cho va^o p^heⁱu th^o ù 3 100ml ma^u va^o th^o c hi^en ca^c b^o ò^t gio^ag ñ^o 2 p^heⁱu chie^t trê^a.

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 - 105°C (mg)
- P₂: khối lượng có sau khi nung ở nhiệt độ 550 - 500°C (mg)
- P₃: khối lượng giá lọc (mg)
- P₄: khối lượng giá lọc sau khi sấy ở nhiệt độ 103 - 105°C (mg).

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

- Chất rắn hòa tan và các chất lơ lửng là các chỉ số quan trọng để đánh giá chất lượng nước.
- Chất rắn tổng cộng và chất rắn bay hơi là các chỉ số quan trọng để đánh giá chất lượng nước.
- Chất rắn lơ lửng là các chỉ số quan trọng để đánh giá chất lượng nước.

3. Đồ án kết quả phân tích và giải trình khi xác minh hàm lượng ô nhiễm chất thải trong các nền kiến sau:

- Coá nung coá aân.
- Xaé ñoàng toàng chaáaá bay hôi khi tã leá $MgCO_3$ chũ ã trong maũ cao?

Tailieu.vn