

TRƯỜNG ĐẠI HỌC THỦ DẦU MỘT
KHOA CÔNG NGHỆ THỰC PHẨM

BÀI GIẢNG
THỰC HÀNH PHÂN TÍCH MÔI TRƯỜNG
(TÀI LIỆU DÙNG CHO SINH VIÊN TRƯỜNG ĐẠI HỌC THỦ DẦU MỘT)

ThS. Thủy Châu Tờ

THỦ DẦU MỘT, 5/2020

NỘI QUY PHÒNG THÍ NGHIỆM

1. Sinh viên chỉ được làm thí nghiệm sau khi đã chuẩn bị kỹ về nội dung lý thuyết và thực hành, hiểu rõ mục đích và quy trình thí nghiệm.
2. Sinh viên phải mặc áo blouse khi vào phòng thí nghiệm.
3. Chỗ làm thí nghiệm phải sạch sẽ và ngăn nắp, không để các vật dụng như túi xách, chai lọ hay các vật dụng khác không liên quan trên bàn thí nghiệm.
4. Hóa chất và dụng cụ sau khi sử dụng xong phải để lại đúng chỗ cũ, không sử dụng các thiết bị, dụng cụ và hóa chất đặt trong phòng thí nghiệm nhưng không liên quan đến bài thực hành đang làm.
5. Không để hóa chất dây vào nhau: ống hút hay pipet của dung dịch nào thì chỉ dùng để lấy dung dịch đó. Không nhúng ống hút hay pipet trực tiếp vào chai đựng dung dịch chuẩn để lấy dung dịch.
6. Lấy hóa chất khô phải dùng thìa sạch. Khi rót hóa chất lỏng từ chai thì phải quay nhãn chai về phía trên để tránh dây hóa chất vào nhãn. Nắp và nút chai khi mở ra, nếu muốn đặt trên bàn thì phải đặt ngửa để phía tiếp xúc với hóa chất không tiếp xúc với mặt bàn.
7. Chỉ lấy lượng hóa chất vừa đủ để thí nghiệm, nếu lấy thừa tuyệt đối không đổ lại vào chai đựng mà giao cho giáo viên hướng dẫn.
8. Phải rửa sạch các dụng cụ thí nghiệm, làm vệ sinh sạch sẽ và sắp xếp gọn gàng khu vực thí nghiệm sau khi kết thúc thí nghiệm.
9. Phải viết bài tường trình thí nghiệm đầy đủ nộp cho giáo viên hướng dẫn.

QUY TẮC BẢO HIỂM

1. Không được ngửi trực tiếp hóa chất
2. Không dùng miệng để hút pipet khi lấy hóa chất
3. Các chất dễ cháy, dễ nổ thì phải để xa ngọn lửa
4. Khi đun nóng dung dịch trong ống nghiệm bằng đèn cồn, phải hướng miệng ống nghiệm về phía không có người, không nhìn thẳng vào miệng ống nghiệm.
5. Khi làm việc với kiềm rắn (NaOH, KOH) phải cẩn thận tránh bắn vào mắt. Không được tiếp xúc trực tiếp với kiềm rắn.
6. Khi pha loãng axit, đặc biệt là H_2SO_4 đậm đặc, phải rót từ từ axit vào nước và khuấy đều, tuyệt đối không được rót nước vào axit. Cốc rót phải đặt trên bàn, không được cầm trên tay.
7. Khi thủy ngân bị rơi vãi (chẳng hạn, vỡ bầu nhiệt kế) thì phải báo ngay cho cán bộ hướng dẫn để xử lý.
8. Đối với các chất độc, sau khi làm thí nghiệm phải đổ vào các bình chứa quy định.
9. Khi bị kiềm hay axit rơi vào da, lập tức rửa chỗ bị thương bằng vòi nước mạnh, sau đó dùng dung dịch $KMnO_4$ 3% tắm vào bông rồi băng lại và đưa đến bệnh viện.
10. Khi bị kiềm hay axit bắn vào mắt thì lập tức rửa mắt bị thương bằng một lượng lớn nước và đưa ngay đến bệnh viện.
11. Khi bị bỏng, lấy bông tắm dung dịch $KMnO_4$ 3% băng lại và đưa ngay đến bệnh viện.

Bài 1. XÁC ĐỊNH NHU CẦU OXY SINH HÓA (BOD) TRONG NƯỚC VÀ NƯỚC THẢI (SMEWW 5210 B)

1.1. Nguyên tắc

– Ủ mẫu ở nhiệt độ $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$ trong thời gian 5 ngày, ở chỗ tối, trong bình hoàn toàn đầy và nút kín. Xác định DO trước và sau khi ủ. Từ đó tính ra lượng oxy tiêu tốn (theo mg) cho 1 lít mẫu, tức BOD₅.

– Đối với các mẫu có BOD₅ lớn (ví dụ nước bị ô nhiễm, nước thải), thì phải tiến hành pha loãng. Từ kết quả trên mẫu đã pha loãng sẽ tính BOD₅ cho mẫu ban đầu (xem cách chuẩn bị dung dịch dùng để pha loãng ở mục 1.3 và 1.4 và cách tính ở mục 1.5).

– Mức độ pha loãng được xác định dựa trên khoảng BOD₅ dự đoán của mẫu, theo bảng dưới đây (khoảng BOD₅ có thể dự đoán từ giá trị COD hay kinh nghiệm).

Độ pha loãng điển hình để xác định BOD

BOD dự đoán mg/l O ₂	Hệ số pha loãng ^a	Mẫu nước ^b
3 đến 6	giữa 1,1 và 2	R
4 đến 12	2	R, E
10 đến 30	5	R, E
20 đến 60	10	E
40 đến 120	20	S
100 đến 300	50	S, C
200 đến 600	100	S, C
400 đến 1200	200	I, C
1000 đến 3000	500	I
2000 đến 6000	1000	I

^a Thể tích mẫu đã pha loãng/ thể tích phần mẫu thử

^b R: Nước sông;

E: Nước cống đô thị đã được xử lý sinh học;

S: Nước cống đô thị đã được làm trong hoặc nước thải công nghiệp bị ô nhiễm nhẹ;

C: Nước cống đô thị thô (chưa xử lý);

I: Nước thải công nghiệp bị ô nhiễm nặng.

(Nguồn: ISO 5815-2 : 2003)

– Khi xác định BOD₅ của các mẫu nước thải không chứa đủ vi sinh vật (ví dụ nước thải công nghiệp), cần thiết phải “cấy” vi sinh vật vào, bằng cách thêm dịch cấy vào nước pha loãng. Dịch cấy tốt nhất là nước cống để lắng, với tỷ lệ thường là 2 ml cho 1 lít nước pha loãng.

1.2. Bảo quản mẫu

Mẫu ổn định trong 24 giờ khi được bảo quản ở $\leq 4^{\circ}\text{C}$.

1.3. Thiết bị, dụng cụ và hóa chất

1.3.1. Thiết bị và dụng cụ

- Chai Winkler 300 mL.
- Buồng ủ $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$.
- Máy đo DO hay các dụng cụ xác định DO bằng phương pháp Winkler.

1.3.2. Hóa chất

- *Dung dịch đệm photphat*: hòa tan 8,5 g KH_2PO_4 ; 21,75 g $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ và 1,7g NH_4Cl trong 500 mL nước cất rồi pha loãng đến 1000 ml.
- *Dung dịch MgSO_4* : hòa tan 22,5 g $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ trong nước cất và pha loãng đến 1 lít.
- *Dung dịch CaCl_2* : hòa tan 27,5 g CaCl_2 trong nước cất và pha loãng đến 1 lít.
- *Dung dịch FeCl_3* : hòa tan 0,25 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ trong nước cất và pha loãng đến 1 lít.
- *Nước pha loãng*: thêm 1 ml mỗi dung dịch muối và đệm ở trên vào 500 ml nước cất rồi pha loãng đến 1 lít.
- *Dịch cấy*: lấy nước cống ở khu dân cư, để lắng, gạn lấy phần dịch lắng phía trên.
- *Nước pha loãng có cấy*: thêm 2 ml dịch cấy vào 1 lít nước pha loãng ở trên. Khuấy trộn đều và sục không khí trong khoảng từ 30 ÷ 60 phút. Nước pha loãng có cấy chỉ chuẩn bị ngay trước khi sử dụng.

1.4. Tiến hành

1.4.1. Trường hợp xác định trực tiếp

Lấy mẫu vào đầy tràn 2 chai Winkler rồi đậy nút chai lại sao cho không có bọt khí trong chai. Xác định DO của 1 chai. Ủ chai còn lại trong buồng ủ. Sau 5 ngày xác định DO. Tính BOD_5 theo công thức (1.1).

(Lưu ý: có thể xác định DO theo phương pháp Winkler hay bằng máy đo DO. Nếu dùng máy đo DO thì chỉ cần lấy mẫu vào 1 chai Winkler)

1.4.2. Trường hợp pha loãng có cấy

– Lấy các thể tích mẫu đã tính trước (tra bảng 1 dựa vào khoảng BOD_5 dự đoán) vào chai ủ. Mỗi mức pha loãng lấy vào 2 chai.

– Thêm nước pha loãng có cấy cho đến đầy (chú ý: dùng ống hút nhựa cho chảy từ từ vào phần dưới đáy chai, nâng dần đầu ống cho đến khi ngập 1/3 – 1/2 cổ mại). Đậy nút chai (sẽ tràn ra một ít) sao cho không có bọt khí trong chai. Lật ngược chai vài lần để khuấy trộn đều.

– Lấy nước pha loãng có cấy vào đầy 2 chai khác (mẫu trắng).

– Để yên tất cả các chai trong khoảng từ 30 ÷ 60 phút. Sau đó chia thành 2 dãy: mỗi dãy gồm các mẫu của 1 mức pha loãng và 1 mẫu trắng.

– Dãy thứ nhất: cho nước vào phần vành ở miệng chai để “hàn” không cho không khí thâm nhập vào chai, đặt vào buồng ủ và để yên trong 5 ngày. (trong thời gian ủ nên theo dõi bổ sung nước “hàn”).

– Dãy thứ hai: xác định ngay DO ở thời điểm không (bằng phương pháp Winkler hay máy đo DO).

- Sau 5 ngày xác định DO của các chai dây thứ nhất.
- Ghi các kết quả và tính toán BOD₅ theo công thức (1.3).

1.5. Tính toán

a. Trường hợp xác định trực tiếp

$$\text{BOD}_5 \text{ (mg/L)} = D_1 - D_2 \quad (1.1)$$

Trong đó: - D₁: Giá trị DO của mẫu ở thời điểm không, mg/L
 - D₂: Giá trị DO của mẫu sau 5 ngày, mg/L

b. Trường hợp pha loãng và không cấy

$$\text{BOD}_5 \text{ (mg/L)} = (D_1 - D_2) \times \frac{V_c}{V_m} \quad (1.2)$$

c. Trường hợp pha loãng có cấy

$$\text{BOD}_5 \text{ (mg/L)} = \left[(D_1 - D_2) - (D_3 - D_4) \times \frac{V_c - V_m}{V_c} \right] \times \frac{V_c}{V_m} \quad (1.3)$$

Trong công thức (1.2) và (1.3):

D₁: Giá trị DO của mẫu pha loãng ở thời điểm không, mg/L
 D₂: Giá trị DO của mẫu pha loãng sau 5 ngày, mg/L
 D₃: Giá trị DO của nước pha loãng ở thời điểm không, mg/L
 D₄: Giá trị DO của nước pha loãng sau 5 ngày, mg/L
 V_c: thể tích chai ủ, ml
 V_m: thể tích mẫu có trong chai ủ, ml

– Nếu dùng chai 300 mL, công thức (1.3) có thể viết ở dạng khác:

$$\text{BOD}_5 \text{ (mg/L)} = (B_1 - B_2) \times \frac{300}{V_m} + B_2 \quad (1.4)$$

Trong đó:

B₁: Giá trị BOD₅ của mẫu pha loãng = D₁ - D₂, mg/L

B₂: Giá trị BOD₅ của nước pha loãng = D₃ - D₄, mg/L.

– Trong trường hợp pha loãng có cấy, thường tiến hành với vài mức pha loãng khác nhau. Chọn mẫu pha loãng nào thỏa mãn điều kiện $1/3 D_1 \leq D_1 - D_2 \leq 2/3 D_1$ để lấy giá trị BOD₅. Nếu có nhiều hơn 1 mẫu pha loãng thỏa mãn thì lấy giá trị trung bình của chúng.

Bài 2. XÁC ĐỊNH NHU CẦU OXY HÓA HỌC (COD) TRONG NƯỚC VÀ NƯỚC THẢI BẰNG PHƯƠNG PHÁP ĐUN HỒI LƯU – TRẮC QUANG (SMEWW 5520 D)

2.1. Nguyên tắc

Đun mẫu với hỗn hợp oxy hoá gồm $K_2Cr_2O_7$ và H_2SO_4 trong các cuvet có nắp đậy ở nhiệt độ $150^{\circ}C$ trong 2 giờ. Hỗn hợp sau khi đun đem đo mật độ quang để xác định lượng dư $K_2Cr_2O_7$ ở bước sóng 420 nm.

2.2. Yếu tố ảnh hưởng

- Ánh sáng không đơn sắc.
- Sai lệch bước sóng ánh sáng.
- Điều kiện bảo quản các cuvet hoá chất: Các cuvet hoá chất dùng để xác định COD chứa hỗn hợp tác nhân oxy hoá bao gồm $K_2Cr_2O_7$ và H_2SO_4 đặc. H_2SO_4 đặc là tác nhân hút ẩm mạnh, do đó nếu trong khi bảo quản không đậy kín các cuvet hoá chất, H_2SO_4 sẽ hút ẩm làm thay đổi nồng độ axit và pha loãng hỗn hợp. Điều này dẫn đến làm thay đổi cường độ màu của $K_2Cr_2O_7$ làm sai lệch kết quả phân tích. Để loại trừ ảnh hưởng này cần đậy kín cuvet trong khi bảo quản cũng như khi phân tích và phân huỷ mẫu. Khi cho mẫu vào cuvet cần thao tác nhanh và đậy chặt nắp ngay để hạn chế sự hút ẩm của H_2SO_4 .

2.3. Bảo quản mẫu

Axit hóa mẫu đến $pH \leq 2$ bằng H_2SO_4 đậm đặc.

2.4. Thiết bị, dụng cụ và thuốc thử

2.4.1. Thiết bị và dụng cụ

- Bộ phân huỷ mẫu và các cuvet chứa mẫu chuyên dụng.
- Máy quang phổ UV-VIS
- Các dụng cụ thủy tinh như pipet, buret, bình định mức, chai lọ,...

2.4.2. Thuốc thử

– *Dung dịch $K_2Cr_2O_7$ 0,068 N*: cân chính xác 3,3344 g $K_2Cr_2O_7$ loại tinh khiết phân tích đã được sấy khô ở $103^{\circ}C$ trong 2 giờ, hoà tan và định mức bằng nước cất đến thể tích 1000 ml.

– *Dung dịch hỗn hợp H_2SO_4 và Ag_2SO_4* : hòa tan 5,5 g Ag_2SO_4 trong 500 ml H_2SO_4 đậm đặc (98%, $d = 1,84$ g/ml).

– *Dung dịch COD gốc 1000 mg/L*: cân chính xác 850 mg kali biphtalat đã sấy khô ở $103^{\circ}C$, hoà tan và định mức bằng nước cất đến thể tích 1000 ml.

– *Dung dịch COD làm việc ($COD = 100$ mg/L)*: pha loãng 10,0 ml dung dịch COD gốc thành 100 ml.

2.5. Cách tiến hành

Cho vào cuvet chính xác 1,00 mL dung dịch $K_2Cr_2O_7$ 0,068 N, 2,00 mL hỗn hợp H_2SO_4 và Ag_2SO_4 . Thêm từ từ 3,00 mL mẫu vào cuvet, đậy chặt cuvet và lắc đều. Đun mẫu trong thời gian 2 giờ ở nhiệt độ $150^{\circ}C$ để phân huỷ mẫu. Sau khi phân huỷ mẫu để nguội đến nhiệt độ phòng và đo mật độ quang của dung dịch ở bước sóng 420 nm, dùng nước cất làm dung dịch so sánh.

Xây dựng đường chuẩn:

– Pha dãy dung dịch chuẩn COD có nồng độ từ 0 ÷ 50 mg/L theo bảng sau:

STT Dung dịch chuẩn	1	2	3	4	5	6
Thể tích dd $K_2Cr_2O_7$ 0,068 N, (ml)	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Thể tích dd hỗn hợp H_2SO_4 và Ag_2SO_4 , (ml)	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Thể tích dd COD làm việc, (ml)	0	0,6	1,2	1,8	2,4	3,0
Thể tích nước cất, (ml)	3,0	2,4	1,8	1,2	0,6	0
Nồng độ COD, (mg/L)	0	10	20	30	40	50

- Cách tiến hành xác định COD trong mẫu chuẩn như quy trình trên.
- Xây dựng phương trình đường chuẩn $A = f(C_{COD})$.
- Nồng độ COD trong mẫu được xác định dựa vào phương trình đường chuẩn (lưu ý: COD trong mẫu = COD xác định từ đường chuẩn x 2).

Bài 3. XÁC ĐỊNH CÁC DẠNG CHẤT RẮN TRONG NƯỚC VÀ NƯỚC THẢI (SMEWW 2540)

3.1. Tóm tắt lý thuyết

Chất rắn trong nước và nước thải nằm ở 2 dạng lơ lửng và hòa tan. Các thông số đặc trưng cho các dạng chất rắn trong nước và nước thải gồm:

– Tổng chất rắn (TS): phần chất rắn còn lại sau khi làm bay hơi hết nước ở 103 - 105°C.

– Tổng chất rắn hòa tan (TDS): phần chất rắn nằm trong dịch lọc khi lọc mẫu qua giấy lọc tiêu chuẩn. Chất rắn hòa tan chủ yếu là các muối vô cơ.

– Chất rắn lơ lửng (SS hay TSS): phần nằm lại bên trên khi lọc mẫu qua giấy lọc tiêu chuẩn.

– Chất rắn lơ lửng dễ bay hơi (VSS): phần chất rắn lơ lửng bị mất đi khi nung ở nhiệt độ 550°C. Phần này chủ yếu là các chất hữu cơ.

– Chất rắn lơ lửng không bay hơi hay phần tro cặn (FSS): phần còn lại sau khi nung chất rắn lơ lửng ở 550°C. Phần này chủ yếu là các chất vô cơ, chất trơ.

Sự có mặt của các chất rắn hòa tan và lơ lửng trong nước tự nhiên là cần thiết cho các mục đích sử dụng nước và đời sống các sinh vật, tuy nhiên nếu nồng độ vượt quá giới hạn sẽ gây ra các ảnh hưởng bất lợi. Đối với nước thải, nồng độ lớn chất rắn hòa tan hay lơ lửng sẽ ảnh hưởng đến hiệu quả xử lý các thành phần khác.

Nồng độ các dạng chất rắn trong nước được xác định chủ yếu bằng phương pháp trọng lượng theo đúng các định nghĩa nêu trên. Nồng độ SS đôi khi được quy đổi từ độ đục. Phổ biến hơn, nồng độ TDS được quy đổi từ giá trị độ dẫn điện qua một hệ số chuyển đổi. Dù ưu điểm của cách quy đổi này là có kết quả nhanh chóng so với phương pháp trọng lượng, nhưng các mối liên hệ SS- độ đục, TDS-độ dẫn điện khá phức tạp nên cần được sử dụng thận trọng.

□ Mục đích của bài thực hành này là xác định nồng độ SS và VSS, và tìm hiểu mối quan hệ giữa TDS - độ dẫn điện và SS- độ đục.

3.2. Bảo quản mẫu

Chất rắn có thể bị chuyển hóa bởi các vi sinh vật. Mẫu được bảo quản ở 4°C trong 24 giờ.

3.3. Thiết bị và dụng cụ

- Giấy lọc tiêu chuẩn (glass fiber; loại có kích thước lỗ lọc $\leq 2,0 \mu\text{m}$).

- Bộ lọc chân không (xem hình bên).

- Dĩa (chén) cân bằng nhôm hoặc sứ.

- Tủ sấy (103-105°C)

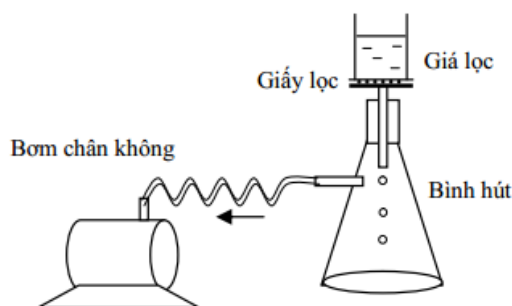
- Lò nung (550°C)

- Bình hút ẩm (desiccator)

- Cân phân tích (độ chính xác $\pm 0,1 \text{ mg}$)

- Máy đo độ đục

- Máy đo độ dẫn điện



3.4. Quy trình phân tích

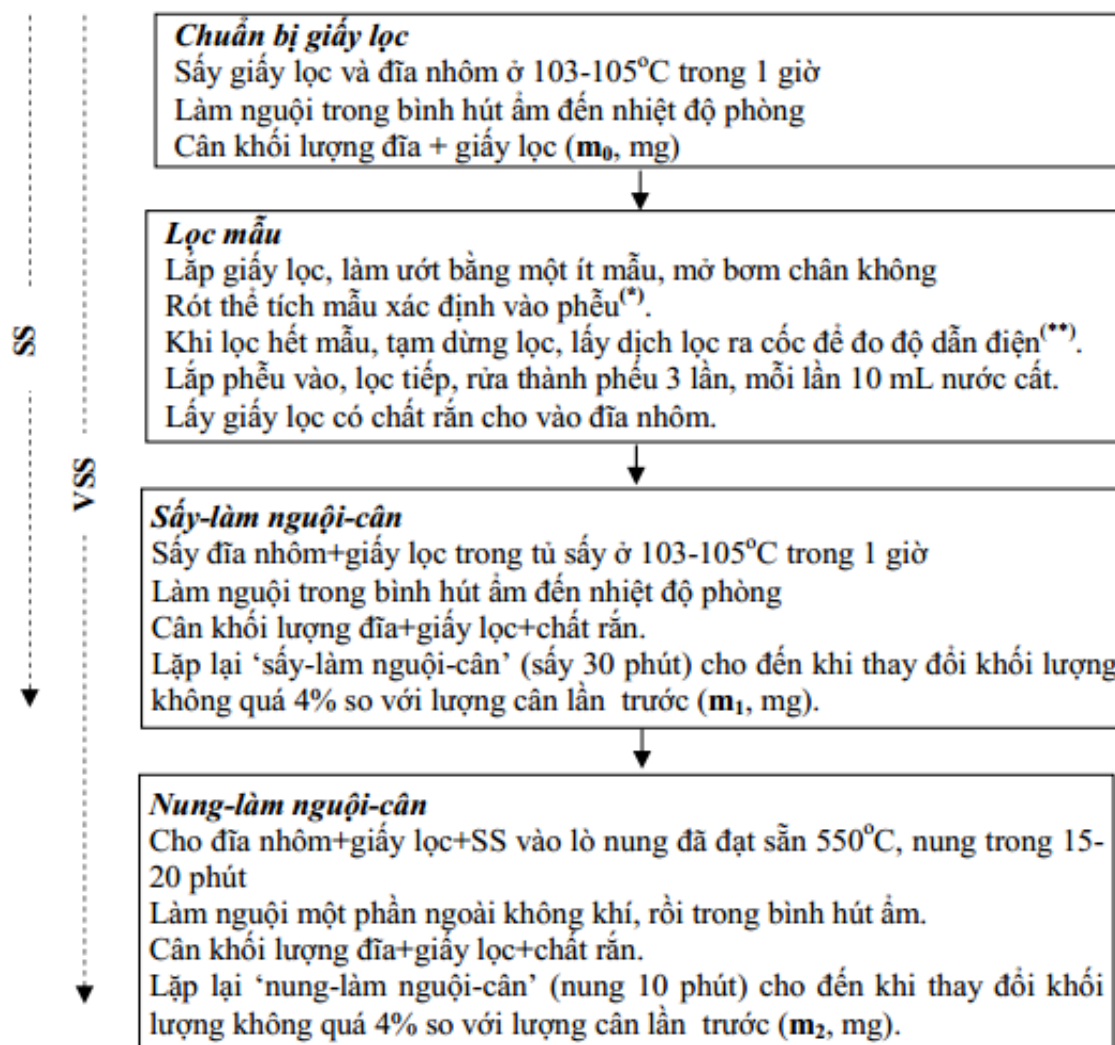
Kiểm tra chai mẫu, nếu vừa lấy ra từ tủ lạnh thì phải chờ để mẫu đạt đến nhiệt độ phòng.

3.4.1. Đo độ đục

Tiến hành đo độ đục lặp lại 3 lần để lấy giá trị trung bình, mỗi lần đo với thể tích mẫu mới. Chú ý khuấy trộn đều mẫu bằng cách đảo chai chứa mẫu vài lần trước khi lấy mẫu vào chai đo. Ghi giá trị độ đục theo NTU mỗi lần đo.

3.4.2. Xác định TSS và VSS

Tiến hành theo trình tự phân tích sau đây:



(*) Thể tích mẫu lọc được sử dụng sao cho lượng TSS giữ lại trên giấy lọc không quá 200 mg.

(**) Xem phần 3.4.3

3.4.3. Đo độ dẫn điện phần dịch lọc

Chia dịch lọc thành 3 phần, đo độ dẫn điện mỗi phần dịch lọc sử dụng thang đơn vị $\mu\text{S}/\text{cm}$.

3.5. Tính toán kết quả

- Từ các giá trị m_0 , m_1 , m_2 tính nồng độ SS, VSS của mẫu theo mg/L.
- Tính hệ số k trong liên hệ: $\text{SS (mg/L)} = k \times \text{Độ đục (NTU)}$
- Tính nồng độ TDS (mg/L) từ EC ($\mu\text{S}/\text{cm}$).