

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 7875 : 2008

Xuất bản lần 1

**NƯỚC – XÁC ĐỊNH DẦU VÀ MỠ –
PHƯƠNG PHÁP CHIẾU HỒNG NGOẠI**

*Water – Determination of oil and grease
Partition-infrared method*

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 7875 : 2008 được xây dựng trên cơ sở SMEWW
"Standard methods for the examination of water and
wastewater 5520 C Partition-infraed method".

TCVN 7875 : 2008 do Tiểu Ban kỹ thuật tiêu chuẩn
TCVN/TC47/SC2 Hoá học – Phương pháp thử biên soạn,
Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị,
Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Nước – Xác định dầu và mỡ – Phương pháp chiếu hồng ngoại

Water – Determination of oil and grease – Partition-infrared method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng dầu và mỡ có trong nước bằng phương pháp chiếu hồng ngoại.

2 Thuật ngữ và định nghĩa

Tiêu chuẩn này sử dụng các định nghĩa sau

2.1

Dầu đã biết (known oil)

Mẫu dầu và/hoặc mỡ đại diện cho một loại nguyên liệu được sử dụng hoặc được sản xuất trong quá trình xử lý nước thải.

2.2

Dầu chưa biết (unknown oil)

Mẫu đại diện của dầu và/hoặc mỡ không có sẵn trong quá trình chuẩn bị dung dịch tiêu chuẩn.

3 Nguyên tắc

Sử dụng trichlorotrifluoroetan làm dung môi chiết để hấp thụ liên kết cacbon-hydro có trong dầu và mỡ, dùng phương pháp hấp thụ hồng ngoại để định lượng. Việc bỏ qua quy trình bay hơi cho phép phát hiện bằng hồng ngoại tương đối nhiều hydrocacbon dễ bay hơi. Do vậy, các sản phẩm chưng cất dầu mỏ nhẹ hơn, không bao gồm xăng, có thể được đo một cách chính xác. Bằng thiết bị thích hợp có thể xác định được lượng dầu và mỡ đến 0,2 mg/l.

4 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ dùng các loại hóa chất có chất lượng tinh khiết phân tích và chỉ dùng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

4.1 Axit clohydric, HCl, dung dịch 1:1

4.2 Triclorotrifloroetan (1,1,2-triclo-1,2,2-trifloroetan) có điểm sôi 47 °C. Dung môi không được còn cặn sau khi bay hơi; chưng cất, nếu cần. Không sử dụng ống nhựa để chuyển dung môi giữa các bình chứa.

4.3 Natri sulfat, Na₂SO₄, khan, tinh thể

4.4 Dầu chuẩn

Chuẩn bị hỗn hợp gồm 37,5 % isooctan, 37,5 % hexadecan và 25,0 % benzen theo thể tích. Bảo quản trong bình kín để tránh bay hơi.

5 Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thử nghiệm và

5.1 Phễu chiết, dung tích 2 l, có van khoá TFE ¹⁾.

5.2 Bình định mức, dung tích 100 ml.

5.3 Phễu thủy tinh.

5.4 Giấy lọc, đường kính 11 cm.

5.5 Máy ly tâm, có khả năng quay ít nhất bốn ống ly tâm bằng thủy tinh dung tích 100 ml với tốc độ 2 400 vòng/min hoặc nhanh hơn.

5.6 Ống ly tâm bằng thủy tinh, dung tích 100 ml.

5.7 Thiết bị quang phổ hồng ngoại, có hai chùm tia và có bộ ghi.

5.8 Cuvet thạch anh sử dụng trong vùng hồng ngoại gần.

¹⁾ Teflon hoặc tương đương

6 Lấy mẫu

Lấy mẫu đại diện vào trong bình thủy tinh miệng rộng, đã được rửa sạch bằng xà phòng, rửa bằng nước và cuối cùng tráng bằng dung môi để loại bỏ cặn lắng bất kỳ có thể ảnh hưởng đến kết quả phân tích. Nếu rửa bằng dung môi, đáy bình bằng lá nhôm và nung nóng ở nhiệt độ 200 °C đến 250 °C ít nhất trong 1 h. Đối với bình chứa mẫu có joăng PTFE; rửa sạch joăng như ở trên, nhưng giới hạn nhiệt độ từ 110 °C đến 200 °C. Lấy mẫu riêng biệt để xác định dầu và mỡ. Không đổ tràn bình chứa mẫu và không chia nhỏ mẫu trong phòng thử nghiệm. Lấy hai mẫu giống nhau để phân tích hai lần hoặc kiểm soát đảm bảo chất lượng (QA). Cùng lúc lấy hai mẫu giống nhau liên tiếp hoặc lấy vào một bình chứa lớn có thiết bị khuấy cơ học (trong trường hợp lấy mẫu vào bình chứa lớn, dùng xifông cho chảy riêng từng phần). Lấy khoảng một lít mẫu nước. Nếu nồng độ mẫu mong muốn lớn hơn chất chiết 1000 mg/l, lấy các thể tích nhỏ hơn theo tỷ lệ tương ứng. Nếu quá 2 h mẫu chưa được phân tích thì phải axit hoá đến pH 2 hoặc thấp hơn bằng HCl 1:1 hoặc H₂SO₄ 1:1 và giữ lạnh.

7 Cách tiến hành

Mẫu được đưa đến phòng thử nghiệm, đánh dấu mức nước trên chai mẫu hoặc cân chai để xác định thể tích mẫu. Nếu mẫu chưa được axit hoá trước (xem điều 6), thì axit hoá bằng HCl 1:1 hoặc H₂SO₄ 1:1 xuống pH 2 hoặc thấp hơn (thông thường, đối với 1 l mẫu cần 5 ml axit là đủ). Chuyển cẩn thận mẫu sang phễu chiết, tráng chai mẫu bằng 30 ml trichlorotrifloroetan và rót phần dung môi tráng vào phễu. Lắc mạnh trong 2 min. Để tách lớp. Mở khoá phễu cho tất cả chảy ra, còn một phần rất nhỏ lớp trichlorotrifloroetan phía dưới cho chảy qua phễu có sẵn giấy lọc và 10 g Na₂SO₄, cả hai đều được tráng bằng dung môi, vào bình định mức sạch có dung tích 100 ml. Nếu không thu được lớp dung môi trong và có khoảng hơn 5 ml nhũ tương xuất hiện, đổ phần nhũ và dung môi vào ống ly tâm và ly tâm trong 5 min với tốc độ khoảng 2400 vòng/min. Chuyển phần đã ly tâm vào phễu chiết thích hợp và cho lớp dung môi chảy qua phễu có giấy lọc và 10 g Na₂SO₄, cả hai đã được rửa sạch trước, vào trong bình cất sạch đã trừ bì. Gộp các lớp dung dịch và nhũ còn lại hoặc các chất rắn trong phễu chiết. Đối với mẫu có phần nhũ nhỏ hơn 5 ml, chỉ cho phần dung môi sạch chảy qua phễu có giấy lọc đã được làm ẩm trước và 10 g Na₂SO₄. Gộp lớp dung môi và phần nhũ còn lại hoặc các chất rắn vào trong phễu chiết. Chiết thêm hai lần nữa, mỗi lần bằng 30 ml dung môi, nhưng trước tiên tráng bình chứa mẫu bằng dung môi. Lặp lại bước ly tâm nếu nhũ tương tiếp tục xuất hiện ở bước chiết tiếp theo. Gộp các phần chiết vào bình định mức, bao gồm phần rửa lọc cuối và Na₂SO₄ với lượng dung môi bổ sung từ 10 ml đến 20 ml. Thêm dung môi đến thể tích là 100 ml.

Chuẩn bị dung dịch gốc của dầu đã biết bằng cách chuyển nhanh khoảng 1 ml (0,5 g đến 1 g) dầu hoặc mỡ vào bình định mức dung tích 100 ml đã biết khối lượng. Đậy nút bình và cân chính xác

TCVN 7875 : 2008

đến miligam. Thêm dung môi để hoà tan và pha loãng đến vạch mức. Nếu dầu là dầu chưa biết (2.2), sử dụng dầu chuẩn (4.4) làm mẫu chuẩn. Sử dụng kỹ thuật định mức, chuẩn bị một dãy các dung dịch tiêu chuẩn trong dải quan tâm. Chọn một cặp cuvet thạch anh hồng ngoại gần phù hợp nhất. Cuvet thạch anh có độ dày 1 cm thích hợp đối với dải làm việc từ 4 mg đến 40 mg. Quét các dung dịch tiêu chuẩn và mẫu từ 3200 cm^{-1} đến 2700 cm^{-1} với dung môi trong chùm tia chuẩn và ghi lại kết quả. Đo độ hấp thụ của mẫu và dung dịch tiêu chuẩn bằng cách xây dựng đường nền thẳng trong phạm vi nồng độ khảo sát và đo mức độ hấp thụ lớn nhất ở 2930 cm^{-1} và trừ đi độ hấp thụ của đường nền tại điểm đó. Nếu độ hấp thụ vượt quá 0,8 đối với mẫu, chọn cuvet thạch anh có độ dày nhỏ hơn hoặc pha loãng theo yêu cầu. Sử dụng các dung dịch tiêu chuẩn để xây dựng đường chuẩn.

8 Biểu thị kết quả

Nồng độ của dầu và mỡ, c , tính bằng mg/l theo công thức

$$c = \frac{A \times 1000}{V}$$

trong đó

A là khối lượng dầu hoặc mỡ trong phần chiết được xác định từ đường chuẩn, tính bằng mg;

V là thể tích mẫu, tính bằng ml.
