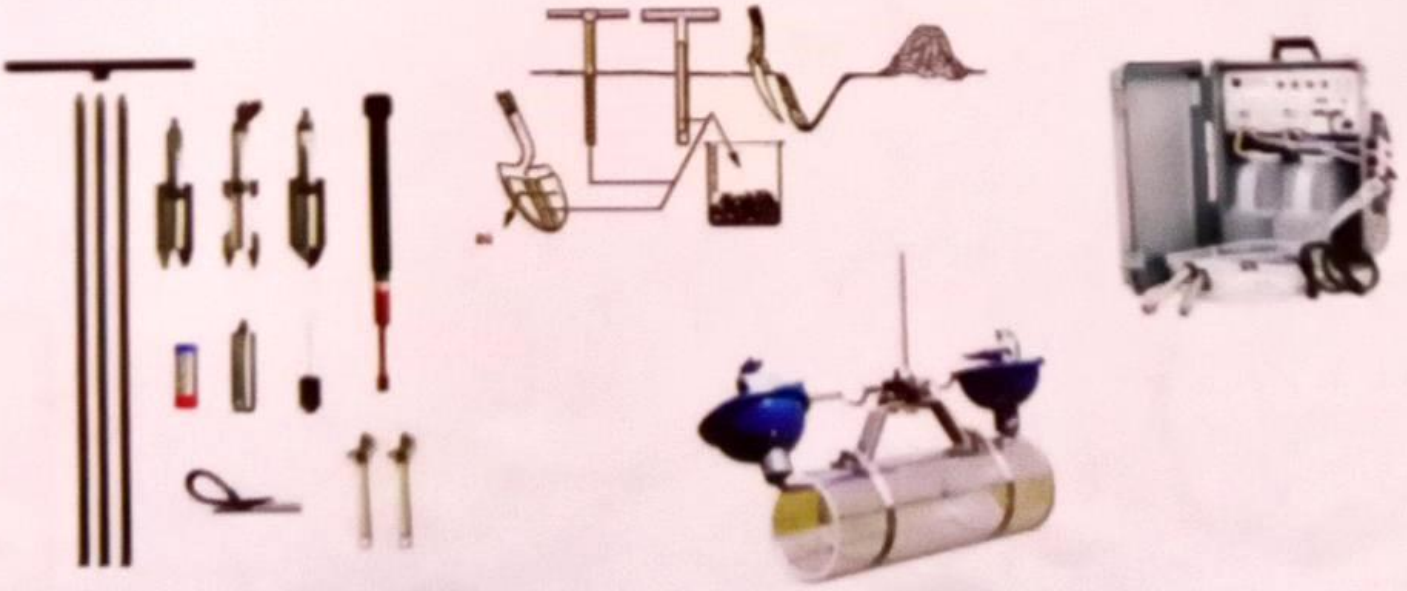
TRƯỜNG ĐẠI HỌC CÔNG NGHIỆP HÀ NỘI

NGUYỄN MẠNH HÀ (Chủ biên)
NGUYỄN THỊ THU PHƯƠNG

GIÁO TRÌNH

KĨ THUẬT LẤY MẪU VÀ XỬ LÍ MẪU



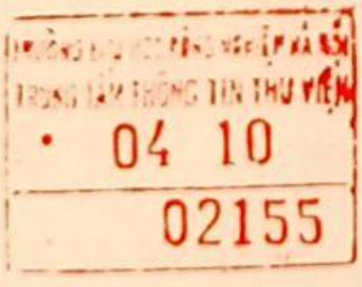
NHÀ XUẤT BẢN ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

TRƯỜNG ĐẠI HỌC CÔNG NGHIỆP HÀ NỘI

NGUYỄN MẠNH HÀ (Chủ biên) – NGUYỄN THỊ THU PHƯƠNG

GIÁO TRÌNH

KĨ THUẬT LẤY MẪU VÀ XỬ LÍ MẪU



NHÀ XUẤT BẢN ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

MỤC LỤC

Trang

LỜI NÓI ĐẦU 4

Chương 1. KĨ THUẬT LẤY MẪU VÀ BẢO QUẢN MẪU 5

1.1. Khái niệm, phân loại mẫu 5

1.2. Mục đích và yêu cầu của việc lấy mẫu 5

1.3. Thiết bị, dụng cụ lấy và chứa mẫu 6

1.4. Địa điểm, vị trí lấy mẫu và các kiểu lấy mẫu 9

1.5. Phương pháp và kĩ thuật lấy mẫu 11

1.6. Lập hồ sơ mẫu và chuyên chở mẫu về kho, phòng thí nghiệm 18

1.7. Bảo quản mẫu 19

Câu hỏi chương 1 ..... *32*

Chương 2. KĨ THUẬT VÔ CƠ HOÁ TRONG XỬ LÍ MẪU 33

2.1. Khái niệm, mục đích, yêu cầu chung của xử lí mẫu 33

2.2. Trang thiết bị và dụng cụ để xử lí mẫu 34

2.3. Gia công mẫu 35

2.4. Kĩ thuật vô cơ hoá mẫu 36

Câu hỏi chương 2 ..... *48*

Chương 3. KĨ THUẬT CHIẾT, CHƯNG CẤT VÀ MỘT SỐ KĨ THUẬT KHÁC TRONG XỬ LÍ MẪU 49

3.1. Kĩ thuật chiết 49

3.2. Kĩ thuật chưng cất 65

3.3. Kĩ thuật thăng hoa 69

3.4. Kĩ thuật pha loãng mẫu 70

3.5. Kĩ thuật clo hoá mẫu 71

3.6. Kĩ thuật điện phân 71

3.7. Kĩ thuật chiếu tia tử ngoại 72

Câu hỏi chương 3 ..... *73*

TÀI LIỆU THAM KHẢO 74

LỜI NÓI ĐẦU

Kĩ thuật lấy mẫu và xử lí mẫu là học phần tự chọn dành cho sinh viên hệ cao đẳng và đại học chuyên ngành Hoá học phân tích.

Ngày nay, cùng với sự phát triển của khoa học, các phương pháp phân tích hiện đại đang ngày càng phát triển và được ứng dụng rộng rãi trong việc phân tích hàm lượng vết cũng như siêu viết trong các loại mẫu đa dạng. Có thể kể tới các phương pháp như: quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS), sắc kí khí (GC), sắc kí lỏng hiệu năng cao (HPLC),... Tuy nhiên, công việc phân tích mẫu chỉ là một công đoạn trong cả quá trình phân tích bao gồm lấy mẫu, bảo quản mẫu, xử lí mẫu và phân tích. Dù lựa chọn phương pháp phân tích có độ nhạy tốt, độ chọn lọc cao mà các công đoạn lấy mẫu, bảo quản mẫu và xử lí mẫu không thực hiện đúng theo các yêu cầu đã quy định thì kết quả phân tích cũng không có ý nghĩa, không đánh giá và phản ánh đúng đối tượng phân tích.

Trong khuôn khổ thời lượng chương trình giảng dạy, ***Giáo trình Kĩ thuật lấy mẫu và xử lí mẫu*** tập trung đề cập những kiến thức cơ bản về lấy mẫu, bảo quản mẫu và các kĩ thuật xử lí mẫu trong phân tích. Giáo trình gồm 3 chương:

Chương 1: Kĩ thuật lấy mẫu và bảo quản mẫu

Chương 2: Kĩ thuật vô cơ hoá trong xử lí mẫu

Chương 3: Kĩ thuật chiết, chưng cất và một số kĩ thuật khác trong xử lí mẫu.

Các tác giả xin chân thành cảm ơn các bạn đồng nghiệp đã góp ý kiến trong quá trình biên soạn. Đây là lần xuất bản đầu tiên, chắc chắn giáo trình không tránh khỏi những thiếu sót. Chúng tôi rất mong nhận được sự góp ý của bạn đọc để bổ sung và hoàn chỉnh cho lần xuất bản sau.

CÁC TÁC GIẢ

CHƯƠNG 1

KĨ THUẬT LẤY MẪU VÀ BẢO QUẢN MẪU

Mục tiêu

Cung cấp các kiến thức:

- *Khái niệm, phân loại mẫu, mục đích, ý nghĩa của công việc lấy mẫu trong phân tích.*
- *Các công việc, thủ tục chuẩn bị trước khi lấy mẫu và kĩ thuật lấy mẫu.*
- *Kĩ thuật bảo quản mẫu trong quá trình vận chuyển và lưu trữ.*

1.1. Khái niệm, phân loại mẫu

1.1.1. Khái niệm

Mẫu là một đơn vị (thể tích, khối lượng) chứa lượng chất nhất định, tối thiểu, cần thiết, được lấy từ đối tượng nghiên cứu và đại diện cho đối tượng nghiên cứu.

1.1.2. Phân loại mẫu

Có nhiều cách phân loại mẫu phân tích, có thể dựa vào trạng thái tồn tại của mẫu, bản chất của mẫu hoặc dựa vào nhóm ngành ứng dụng.

Dựa vào trạng thái tồn tại của mẫu, mẫu phân tích bao gồm: mẫu ở trạng thái khí (SO_2, N_2, H_2, CO_2,...); mẫu ở trạng thái lỏng (nước sinh hoạt, nước thải, bia, rượu, xăng, dầu diesel,...); mẫu ở trạng thái rắn (đất, đá, xi măng, quặng apatit, kim loại,...).

Dựa vào bản chất của nền mẫu, mẫu phân tích gồm: mẫu vô cơ (đất, xi măng,...); mẫu hữu cơ (rau, củ, quả,...).

Dựa vào nhóm ngành sản xuất, mẫu phân tích gồm: mẫu nông nghiệp (đất, nước, phân bón,...); mẫu công nghiệp (nguyên liệu, sản phẩm trong sản xuất công nghiệp).

1.2. Mục đích và yêu cầu của việc lấy mẫu

1.2.1. Mục đích của việc lấy mẫu

Lấy mẫu là lựa chọn một thể tích (hay khối lượng) đủ, phù hợp của đối tượng phân tích. Mẫu phân tích có thể được phân tích ngay tại hiện trường hay

đóng gói vận chuyển về phòng thí nghiệm để xử lí và xác định (định tính hay định lượng) các chỉ tiêu mong muốn của đối tượng nghiên cứu nhưng phải bảo đảm giữ nguyên thành phần của đối tượng thực tế. Do đó, lấy mẫu là bước đầu của phân tích, với mục đích phân tích, kiểm tra, đánh giá các chỉ tiêu của đối tượng trong quá trình sản xuất, quan trắc hoặc nghiên cứu.

1.2.2. Yêu cầu của việc lấy mẫu

Lấy mẫu là khâu đầu tiên của quá trình phân tích. Việc lấy mẫu có ảnh hưởng quyết định đến toàn bộ quá trình phân tích. Để có kết quả phân tích đúng thì việc lấy mẫu phân tích phải đáp ứng các thủ tục và nguyên tắc khoa học đã được công nhận như TCVN, ISO với các yêu cầu cụ thể sau đây:

– Mẫu phải đại diện cho đối tượng cần nghiên cứu hoặc phân tích. Do đó, việc lấy mẫu phải mang tính ngẫu nhiên, không lấy mẫu theo ý chủ quan của người lấy mẫu.

– Mẫu phải đáp ứng đúng yêu cầu phân tích hay nghiên cứu như số lượng mẫu, cách thức lấy mẫu, tần suất lấy mẫu,...

– Quá trình lấy mẫu không làm mất mẫu hay nhiễm bẩn mẫu, do có thể ảnh hưởng đến kết quả phân tích, việc đánh giá đối tượng sẽ không chính xác.

– Mẫu phải có khối lượng, kích thước phù hợp với phương pháp phân tích.

– Mẫu phải có hồ sơ, các điều kiện lấy mẫu rõ ràng.

1.3. Thiết bị, dụng cụ lấy và chứa mẫu

1.3.1. Yêu cầu chung về dụng cụ lấy mẫu và chứa mẫu

Dụng cụ lấy và chứa mẫu phải bảo đảm các yêu cầu:

– Phải sạch, bền, chất liệu phải phù hợp với yêu cầu của đối tượng phân tích và mức độ phân tích yêu cầu.

– Không gây nhiễm bẩn hay mất mẫu, mất chất phân tích, không làm sai lệch thành phần các chỉ tiêu phân tích trong mẫu.

– Phù hợp với mỗi loại mẫu cần lấy về trạng thái, độ sâu, lượng mẫu.

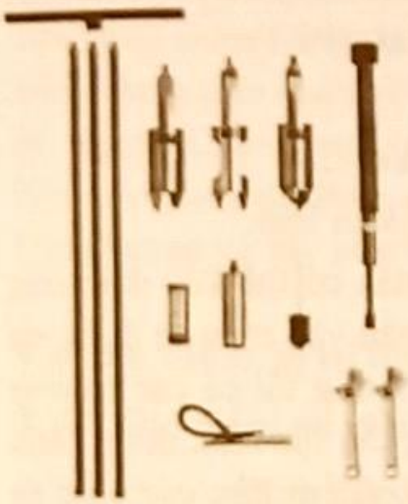
– Có thể đong, đo được lượng mẫu cần lấy theo yêu cầu đặt ra.

– Dụng cụ phải được xử lí và kiểm tra trước khi sử dụng.

1.3.2. Thiết bị, dụng cụ lấy mẫu

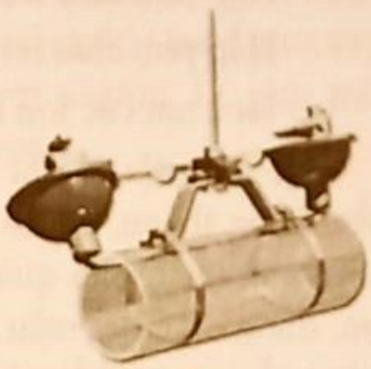
Dụng cụ lấy mẫu được phân theo các loại tuỳ thuộc vào trạng thái, đặc điểm và tính chất của mẫu như mẫu rắn, mẫu lỏng, mẫu khí hoặc loại mẫu có tính độc hại, dễ phân huỷ. Vì thế, dụng cụ lấy mẫu rất đa dạng và phong phú,

từ đơn giản đến tự động, điều khiển từ xa,... tuỳ theo yêu cầu của công việc lấy mẫu. Hiện nay, các loại dụng cụ lấy mẫu đã được nhiều hãng sản xuất và cung cấp theo các mức độ khác nhau cho mỗi loại. Các dụng cụ lấy mẫu đều chỉ rõ các điều kiện lấy mẫu, cách sử dụng cho các loại chất phân tích.



Khoan lấy mẫu đất

Bơm lấy mẫu nước



Dụng cụ lấy mẫu nước

Thiết bị lấy mẫu khí

Dụng cụ lấy mẫu hạt, bột

Khoan lấy mẫu kim loại

Hình 1.1. Một số thiết bị, dụng cụ lấy mẫu.

1.3.3. Dụng cụ chứa mẫu

Một trong những chỉ tiêu quan trọng để đảm bảo tính đại diện của mẫu đã lấy là sử dụng dụng cụ chứa mẫu phù hợp. Việc lựa chọn các loại bình chứa mẫu phù hợp (loại vật liệu, kiểu thiết kế và nắp) là một trong những yếu tố quan trọng giúp giảm thiểu sự mất mát các chất, đặc biệt do ảnh hưởng của các quá trình vật lí hoặc hoá lí như bay hơi, hấp phụ, hấp thụ và khuếch tán.

Màu của bình cũng giúp bảo quản các chất phân huỷ bởi ánh sáng như các hiđrocacbon thơm đa vòng ngưng tụ (Polycyclic Aromatic Hydrocarbons - PAHs).

Lựa chọn sai dụng cụ chứa mẫu làm ảnh hưởng đến chất lượng mẫu do xảy ra các quá trình:

- Nhiễm bẩn dung môi từ các bình nhựa polietilen (PE), poli(vinyl clorua) (PVC), poli(tetrafloetilen) (PTFE), poli(etilen–terephtalat) (PET),...
- Hấp phụ kim loại lên thành bình thuỷ tinh.
- Hấp phụ chất hữu cơ lên thành bình nhựa PE, PVC,...
- Hoà tan các ion kim loại từ thành bình làm bằng kim loại.

Đối với một số chỉ tiêu phân tích, thời gian bảo quản có thể kéo dài hàng tuần, hàng tháng, do đó việc hạn chế quá trình nhiễm bẩn vào mẫu từ dụng cụ trong quá trình bảo quản là một yêu cầu quan trọng. Trong tất cả các trường hợp, dụng cụ chứa mẫu phải được làm sạch theo những thủ tục nhất định; bình chứa mẫu sạch nhất có thể sẽ hạn chế được quá trình nhiễm bẩn các chất từ bình chứa vào mẫu. Yêu cầu của lựa chọn dụng cụ chứa mẫu phù hợp bao gồm các nội dung sau:

- Lựa chọn dụng cụ tuỳ thuộc lượng (thể tích/khối lượng) mẫu cần lấy và trạng thái tồn tại của mẫu;
- Lựa chọn loại bình nhựa, thuỷ tinh, teflon,... phù hợp với bản chất mẫu và thông số phân tích;
- Lựa chọn loại dụng cụ phù hợp về điều kiện như nắp đậy, vách ngăn hay đai bảo quản;
- Lựa chọn loại bình trong hay bình tối màu.

Mẫu lỏng có thể sử dụng can, thùng, chai, lọ bằng thuỷ tinh hay nhựa PE, polipropilen (PP) có nút kín. Với mẫu dễ bị phân huỷ thì dụng cụ chứa mẫu thường tối màu để có khả năng chống ánh sáng như giấy gói, chai, lọ thuỷ tinh hay PE, PP. Dụng cụ chứa mẫu phải được rửa sạch trước khi đựng mẫu để tránh nhiễm bẩn.

Ví dụ: Với phân tích lượng vết của kim loại trong nước mặt và nước thải, thường rửa bình đựng mẫu để giảm khả năng gây nhiễm bẩn mẫu. Cách rửa và chất liệu bình phụ thuộc vào thành phần chất phân tích. Thông thường, bình chứa cần nạp đầy axit HCl hoặc HNO_3 1M và ngâm ít nhất một ngày, sau đó tráng bằng nước cất.

Đối với dụng cụ thuỷ tinh mới, cần rửa bằng chất tẩy rửa để loại hết bụi và các vật liệu đóng gói bám lại, sau đó tráng kĩ bằng nước cất hoặc nước đeion.