

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 6622-1 : 2009**

**ISO 7875-1 : 1996**

Xuất bản lần 2

**CHẤT LƯỢNG NƯỚC –  
XÁC ĐỊNH CHẤT HOẠT ĐỘNG BỀ MẶT –  
PHẦN 1: XÁC ĐỊNH CÁC CHẤT HOẠT ĐỘNG BỀ MẶT  
ANION BẰNG CÁCH ĐO CHỈ SỐ METYLEN XANH (MBAS)**

*Water quality – Determination of surfactants –  
Part 1: Determination of anionic surfactants by measurement of the  
methylene blue index (MBAS)*

HÀ NỘI 2009

## Lời nói đầu

TCVN 6622 – 1 : 2009 thay thế TCVN 6622 – 1 : 2000.

TCVN 6622 – 1 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 7875 – 1 : 1996/Cor 1 : 2003

TCVN 6622 – 1 : 2009 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn Quốc gia TCVN / TC147 *Chất lượng nước* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

TCVN 6622 (ISO 7875) *Chất lượng nước – Xác định chất hoạt động bề mặt* gồm hai phần:

- TCVN 6622 1 : 2009 (ISO 7875-1: 1996/Cor 1: 2003) Phần 1: Xác định các chất hoạt động bề mặt anion bằng cách đo chỉ số metylen xanh (MBAS)
- TCVN 6622-2 : 2000 (ISO 7875-2 : 1984) Phần 2: Xác định chất hoạt động bề mặt không ion sử dụng thuốc thử dragendorff.

## Lời giới thiệu

Các chất hoạt động bề mặt anion tự nhiên và tổng hợp có thể được xác định bằng các chất hoạt tính metylen xanh (MBAS); Các chất này tham chiếu đến chỉ số MBAS, một thông số sơ lược.

## Chất lượng nước – Xác định chất hoạt động bề mặt –

### Phần 1: Xác định các chất hoạt động bề mặt anion bằng cách đo chỉ số metylen xanh (MBAS)

*Water quality – Determination of surfactants –*

*Part 1: Determination of anionic surfactants by measurement of the methylene blue index (MBAS)*

#### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đo phổ để xác định các chất hoạt động bề mặt anion bằng cách đo chỉ số metylen xanh (MBAS) trong môi trường nước.

Phương pháp này áp dụng cho nước uống, nước mặt cũng như nước thải, ví dụ để xác định sự phân hủy sơ cấp của các chất hoạt động bề mặt khi điều tra nghiên cứu trong hệ thống xử lý nước thải tự nhiên hoặc tổng hợp. Phương pháp này dùng cho quy mô phòng thí nghiệm và các trạm xử lý nước thải kỹ thuật.

Trong trường hợp nước thải từ các trạm xử lý nước thải đô thị, chỉ số MBAS không những bao gồm các chất hoạt động bề mặt anion tổng hợp mà còn cả các chất hoạt động bề mặt tự nhiên ở chừng mực đáng kể.

Phương pháp này áp dụng cho khoảng nồng độ từ 0,1 mg/l đến 5 mg/l và giới hạn phát hiện khoảng 0,05 mg/l cho các dung dịch chứa các chất hoạt động bề mặt tiêu chuẩn trong nước cất.

Trong các điều kiện thực nghiệm, sunfonat và sunfat là những hợp chất được đo chủ yếu, nhưng vẫn có thể xảy ra một số cản trở làm tăng và giảm kết quả đo (xem điều 9).

## 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 5992 : 1995 (ISO 5667-2 : 1991<sup>1)</sup>) Chất lượng nước – Lấy mẫu – Phần 2: Hướng dẫn kỹ thuật lấy mẫu.

TCVN 6663 – 3 : 2008 (ISO 5667-3 : 2003) Chất lượng nước – Lấy mẫu – Phần 3: Hướng dẫn bảo quản và xử lý mẫu;

## 3 Nguyên tắc

Tạo muối giữa metylen xanh với các chất hoạt động bề mặt anion trong môi trường kiềm. Chiết các muối này bằng cloroform và xử lý axit dung dịch cloroform. Loại các chất cản trở bằng cách chiết phức chất hoạt động bề mặt với metylen xanh khỏi dung dịch kiềm và lắc với dung dịch metylen xanh được axit hoá. Đo độ hấp thụ của pha hữu cơ tách biệt ở bước sóng hấp thụ cực đại 650 nm. Đánh giá bằng phương pháp đường chuẩn.

Vì độ tinh khiết và độ bền, nên dùng dung dịch chuẩn là axit dodecyl benzen sulfonic metyl este (loại tetra propylen, khối lượng phân tử tương đối là 340) mặc dù có thể dùng dung dịch chuẩn khác (xem chú thích ở 4.11). Dung dịch chuẩn được chuẩn bị từ axit dodecyl benzen sulfonic este sau khi đã xà phòng hóa thành muối natri. Tính chỉ số MBAS theo dodecyl benzen sulfonic natri (xem 8.1)

## 4 Thuốc thử

Khi phân tích, ngoại trừ trường hợp có những chỉ dẫn riêng, chỉ dùng các thuốc thử tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước tinh khiết tương đương.

**4.1 Natri clorua (NaCl).**

**4.2 Etyl axetat (C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>), mới chưng cất.**

**CHÚ Ý etyl axetat là chất dễ cháy và độc**

**4.3 Cloroform (CHCl<sub>3</sub>).**

**CHÚ Ý – Cloroform là chất có khả năng gây ung thư.**

Nếu cần [ví dụ nếu trong phép thử trắng (7.2) cho kết quả quá cao] có thể làm tinh khiết cloroform bằng cách lọc qua Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (loại trung tính, W 200)

**CHÚ THÍCH** Do tính độc của cloroform, nên thay thế bằng dung môi khác. Các nghiên cứu vẫn đang được tiếp tục.

<sup>1</sup> ISO 5667-2 : 1991 đã bị huỷ và được thay bằng ISO 5667-1 : 2006.

**4.4 Etanol** ( $C_2H_5OH$ ), 95 % (V/V).

**4.5 Metanol** ( $CH_3OH$ ), mới chưng cất.

Để tránh kết quả cao khi thử mẫu trắng (7.2), nên bảo quản trong bình thủy tinh.

**4.6 Axit sulfuric** ( $H_2SO_4$ ), dung dịch 0,5 mol/l.

**4.7 Natri hydroxit trong etanol** ( $NaOH$ ), dung dịch 0,1 mol/l trong etanol.

Hòa tan 4 g natri hydroxit viên trong etanol (4.4) và pha loãng đến 1 000 ml bằng etanol đó.

**4.8 Metylen xanh**, dung dịch trung tính

CHÚ THÍCH Sử dụng metylen xanh thể rắn loại tinh khiết nhất có thể.

Hòa tan 0,350 g metylen xanh trong nước và pha loãng đến 1 000 ml.

Chuẩn bị dung dịch ít nhất 24 h trước khi dùng.

Dung dịch này chỉ bền trong hai tuần.

Độ hấp thụ của pha cloroform của phép thử trắng (xem 7.2) không được vượt quá 0,2 khi chiều dài cuvet là 10 mm ở 650 nm khi so với cloroform làm đối chứng. Trong trường hợp độ hấp thụ của phép thử trắng cao hơn giá trị trên, dùng mẻ metylen xanh khác và/hoặc làm sạch dung dịch metylen xanh bằng cách chiết như sau.

Để dung dịch metylen xanh vào phễu chiết rộng phù hợp. Cứ 100 ml dung dịch metylen xanh thì thêm 200 ml dung dịch đệm (4.10) và 200 ml cloroform (4.3). Lắc trong 30 s rồi để yên để tách pha. Chiết hết lớp cloroform rồi tráng lớp nước nhưng không được lắc bằng 60 ml cloroform cho mỗi 100 ml dung dịch metylen xanh. Lặp lại cách chiết và rửa như trên. Đổ bỏ dung dịch chiết cloroform; thu gom để dùng lại sau khi xử lý.

**4.9 Metylen xanh**, dung dịch axit

Hòa tan 0,350 g metylen xanh trong 500 ml nước và thêm 6,50 ml axit sulfuric ( $\rho = 1,84$  g/ml). Pha loãng đến 1 000 ml bằng nước và lắc đều.

Chuẩn bị dung dịch ít nhất 24 h trước khi dùng.

Độ hấp thụ của pha cloroform của phép thử trắng (xem 7.2) không được vượt quá 0,2 khi chiều dài cuvet là 10 mm ở 650 nm khi so với cloroform làm đối chứng. Trong trường hợp độ hấp thụ của phép thử trắng cao hơn thì rửa dung dịch metylen xanh vài lần bằng dung dịch cloroform để làm tinh khiết (xem 4.8) hoặc dùng mẻ dung dịch metylen xanh khác.

**4.10 Dung dịch đệm**, pH 10

**4.10.1** Hòa tan 24 g natri hydrocacbonat ( $NaHCO_3$ ) và 27 g natri cacbonat khan ( $Na_2CO_3$ ) trong nước rồi pha loãng đến 1 000 ml.

## TCVN 6622-1 : 2009

**4.10.2** Cách khác, dùng dung dịch đệm đã được chuẩn bị 4.10.2.3, đặc biệt trong trường hợp nước quá cứng.

**4.10.2.1** Dung dịch dinatri tetraborat ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ ), dung dịch 0,05 mol/l.

Hòa tan 19 g dinatri tetraborat ngâm mười nước trong 1 000 ml nước.

Dung dịch này bền trong hai tuần nếu bảo quản trong bình thủy tinh có nút đậy kín.

**4.10.2.2** Dung dịch natri hydroxit (NaOH), dung dịch 0,1 mol/l.

Hòa tan 4 g natri hydroxit viên trong 1 000 ml nước.

Dung dịch này bền trong hai tuần nếu bảo quản trong bình thủy tinh hoặc bình polyetylen có nút đậy kín.

**4.10.2.3** Borat, dung dịch kiểm

Trộn thể tích bằng nhau của dung dịch dinatri tetraborat (4.10.2.1) và dung dịch natri hydroxit (4.10.2.2).

Dung dịch này chỉ bền trong một tuần nếu bảo quản trong bình thủy tinh có nút polyetylen.

**4.11** Dung dịch chuẩn gốc axit dodecylbenzen sulfonic methyl este (loại tetrapropylen) ( $\text{C}_{19}\text{H}_{32}\text{O}_3\text{S}$ ).

Cân, 400 mg đến 450 mg dung dịch axit dodecylbenzen methyl este với độ chính xác 0,1 mg, tốt nhất nên dùng cân pipet và cho vào bình thốt cổ đáy tròn, thêm 50 ml dung dịch natri hydroxit trong etanol (4.7) và vài hạt đá bọt. Nối sinh hàn và đun sôi trong 1 h. Sau khi để nguội, tráng sinh hàn, khớp nối thủy tinh bằng khoảng 30 ml etanol (4.4) và đổ chung phần tráng vào bình cầu. Trung hòa dung dịch bằng axit sulfuric (4.6) dùng phenolphtalein (4.12) làm chỉ thị cho đến khi mất màu. Chuyển dung dịch vào bình định mức một vạch 1 000 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

Dung dịch này chỉ bền trong sáu tháng.

**CHÚ THÍCH** Mặc dù axit dodecylbenzen sulfonic methyl este được ưa dùng vì nó không hút ẩm, đường chuẩn (xem 7.3) có thể xây dựng dựa trên muối natri dodecan-1-sulfonic ( $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_3\text{S}$ ), axit dedocan-1-sulfonic ( $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$ ) hoặc axit dioctyl sulfosuccinic ( $\text{C}_{20}\text{H}_{37}\text{NaO}_7\text{S}$ ) có sẵn ngoài thị trường.

**4.12** Phenolphtalein, dung dịch chỉ thị

Hòa tan 1 g phenolphtalein trong 50 ml etanol (4.4), khuấy liên tục và thêm 50 ml nước. Phải lọc nếu xuất hiện kết tủa.

## 5 Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị trong phòng thí nghiệm thông thường và:

**5.1** Máy đo pH; có điện cực thủy tinh phù hợp.

**5.2 Máy đo phổ có bộ chọn lọc để đo gián đoạn**, đo được ở bước sóng 650 nm, với cuvet có chiều dài quang 10 mm và 50 mm.

**5.3 Bộ chiết tách dùng khí (stripping khí)** (xem Hình 1), dung tích 1 l, có thể mua ngoài thị trường.

Đường kính của đĩa thủy tinh xếp cần phải bằng đường kính trong của phễu.

#### CHÚ THÍCH

- 1 Để thuận tiện cho việc làm sạch, thiết bị cần phải được trang bị bộ nổi hình cầu dưới phễu. Phần cố định cũng có thể tháo rời.
- 2 Khi làm sạch sơ bộ, toàn bộ dụng cụ thủy tinh cần được rửa kỹ bằng nước và sau đó rửa bằng hỗn hợp dung dịch axit clonidric trong etanol khoảng 10 % (m/m) và cuối cùng rửa lại bằng nước.

## 6 Mẫu và lấy mẫu

Hướng dẫn lấy mẫu theo TCVN 5992 (ISO 5667-2) và TCVN 6663-3 (ISO 5667-3).

Không hút mẫu qua lớp bột. Dùng bình thủy tinh sạch, đã được rửa bằng metanol (4.5), để lấy mẫu và bảo quản mẫu. Nên làm lạnh đến 4 °C nếu lưu giữ mẫu trong thời gian ngắn. Chú ý cần thêm chất bảo quản nếu phải lưu giữ mẫu quá 24 h. Thêm 1 % (V/V) dung dịch formandehyt 40 % (V/V) là phù hợp để bảo quản mẫu đến bốn ngày. Trong khi bảo quản bằng cloroform là thích hợp để bảo quản mẫu đến tám ngày.

**CHÚ THÍCH** Mẫu thử thường phải không chứa chất rắn lơ lửng, nếu có thì có thể tách bằng cách ly tâm, tuy nhiên, cần hiểu rằng do quá trình tách như vậy nên các chất hoạt động bề mặt có thể bị hấp phụ lên chất rắn lơ lửng và chúng sẽ không được xác định.

## 7 Cách tiến hành

### 7.1 Cô đặc và tách chất hoạt động bề mặt

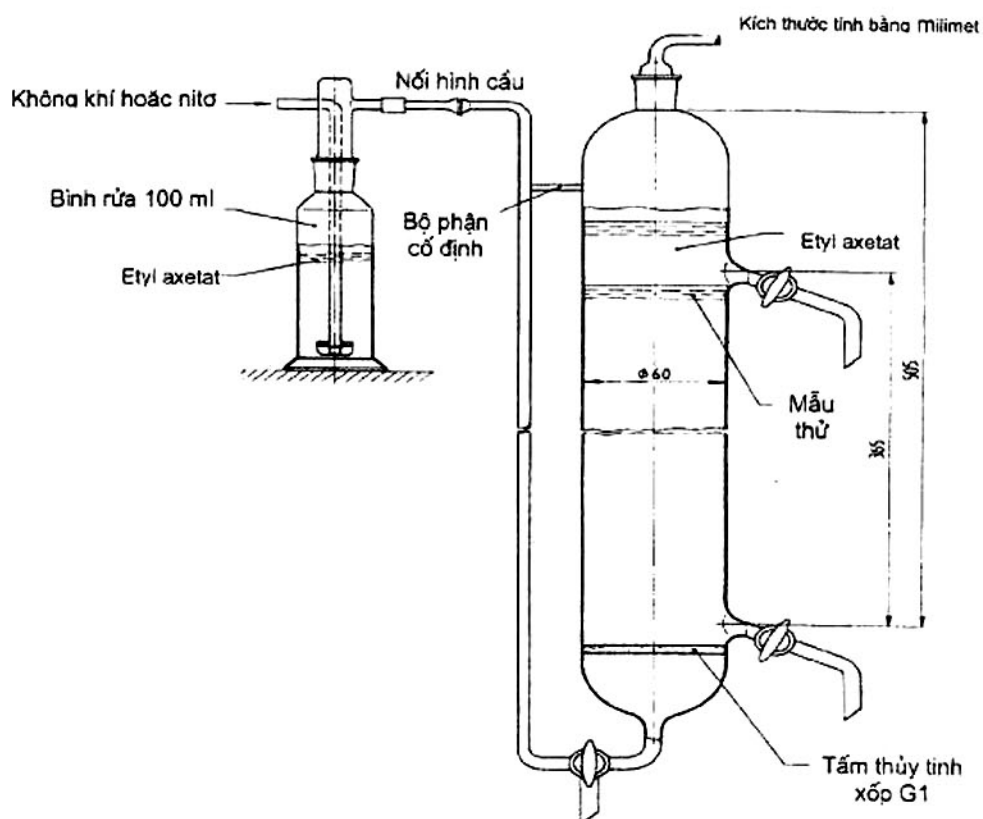
Đối với mọi loại mẫu nước với nền đã biết và/hoặc không có chất cản trở, tiến hành theo 7.4. Để xác định tổng hàm lượng của MBAS khi có chất rắn, cũng tiến hành theo 7.4 mặc dù giá trị thu hồi định lượng không đảm bảo do hiện tượng hấp phụ. Để phân tích định lượng phần MBAS tan, dùng qui trình cô đặc và tách như sau.

Các chất không hoạt động bề mặt có hoạt tính với metylen xanh của cô thể gây sai số khi xác định chỉ số metylen xanh. Nước mặt và các loại nước khác chưa biết thành phần hoặc đã biết các hợp chất cản trở, dùng cách tách các chất hoạt động bề mặt bằng tách chiết (loại bỏ dung môi). Nên chiết tách để cô đặc lượng nhỏ các chất hoạt động bề mặt trong mẫu. Tách chất lơ lửng bằng ly tâm, nhưng cần chú ý rằng các chất hoạt động bề mặt bị hấp phụ trên chất lơ lửng sẽ không được xác định.

Cho lượng mẫu định lượng vào bộ tách chiết dùng khí (5.3) đến 1 000 ml

Đặt bộ chiết tách dùng khí vào tủ hút thông khí tốt để tránh cho hơi etyl axetat bay ra ngoài.





**Hình 1 – Bộ chiết tách dùng khí** (Xem chú thích ở 5.3)

Việc phân tách sẽ tốt hơn nếu thêm natri clorua. Nếu thể tích mẫu vượt quá 500 ml thì thêm 100 g natri clorua rắn và hòa tan bằng cách cho dòng khí nitơ hoặc không khí đi qua. Nếu dùng thể tích mẫu nhỏ hơn thì hòa tan 100 g natri clorua trong 400 ml nước rồi thêm dung dịch này vào mẫu thử.

Nếu cần, thì thêm nước vào mẫu để mặt thoáng của mẫu đạt tới mức khóa trên (xem Hình 1). Thêm 100 ml etyl axetat (4.2). Nạp etyl axetat vào hai phần ba bình rửa đã được lắp với đường khí (nitơ hoặc không khí). Cho dòng khí đi qua bộ chiết tách dùng khí với tốc độ 20 l/h đến 50 l/h. Nên dùng dụng cụ đo dòng có diện tích thay đổi. Điều chỉnh dòng khí sao cho các pha được giữ nguyên và không có xáo động mạnh xảy ra trên ranh giới giữa các pha. Cần tránh sự trộn lẫn giữa các pha dẫn đến sự hòa tan etyl axetat vào pha nước. Dừng dòng khí sau 5 min.

Nếu pha hữu cơ mất quá 20 % (V/V) do tan vào trong pha nước thì phải bỏ mẫu thử.

Chiết lấy hoàn toàn pha hữu cơ vào phễu riêng. Lấy lại hết lượng nước trong phễu tách vào bộ chiết tách dùng khí (chỉ khoảng vài mililit).

Lọc dung dịch etyl axetat qua giấy lọc đã được sấy khô vào bình 250 ml. Thêm 100 ml etyl axetat vào bộ chiết tách dùng khí và cho vào dòng nước hoặc không khí chạy khoảng 5 min. Tách lớp hữu cơ như mô tả ở trên dùng cùng một phễu, lọc và gộp vào phần đầu tiên. Tráng giấy lọc và phễu bằng 25 ml etyl axetat. Đặt dung dịch etyl axetat lên bếp cách thủy trong tủ hút. Để etyl axetat bay hơi nhanh, nên cho một dòng không khí thổi nhẹ trực tiếp trên bề mặt dung dịch.

Hòa tan phần còn lại trong khoảng 5 ml methanol (4.5) và 50 ml nước. Chuyển định lượng dung dịch sang bình định mức một vạch 100 ml và pha loãng bằng nước tới vạch mức.

## 7.2 Phép thử trắng

Đối với mỗi loạt mẫu thử cần tiến hành phép thử trắng song song bằng cách sử dụng mẫu "không" trong dãy dung dịch hiệu chuẩn (xem 7.3).

Độ hấp thụ  $A_1$  của mẫu thử trừ đi độ hấp thụ  $A_0$  của mẫu trắng. Trong các điều kiện thử đã cho,  $A_1$  của mẫu trắng không được vượt quá 0,02 trên mỗi 10 mm chiều dày cuvet, nếu vượt quá thì cần kiểm tra cẩn thận thiết bị và thuốc thử về sự nhiễm bẩn.

## 7.3 Hiệu chuẩn

Chuẩn bị một dung dịch chuẩn làm việc từ dung dịch chuẩn gốc (4.11) bằng cách dùng pipet hút 25 ml dung dịch (4.11) vào bình định mức một vạch 500 ml rồi pha loãng với nước đến vạch mức và lắc đều.

Nồng độ khối lượng MBAS,  $\rho$ , tính bằng miligam trên lít của dung dịch chuẩn làm việc được tính theo công thức:

$$\rho = \frac{mf_1}{V}$$

Trong đó

$m$  là khối lượng, của MBAS (dạng este) đã dùng để chuẩn bị dung dịch chuẩn gốc theo 4.11, tính bằng miligam;

$f_1$  hệ số chuyển đổi từ este sang MBAS, muối natri dodecylbenzen sulfonat, ở đây  $f_1 = 1,0235$  (xem Bảng 1);

$V$  hệ số hiệu chỉnh thể tích, tính bằng mililit, ở đây  $V = 20\,000$  ml.

Lấy 0,0 ml (mẫu "không"); 1,0 ml; 2,0 ml; 4,0 ml; 6,0 ml và 8,0 ml của dung dịch chuẩn làm việc vào dãy phễu có dung tích 250 ml, pha loãng bằng nước đến 100 ml và tiếp tục như mô tả 7.4.

Đo độ hấp thụ của mỗi dung dịch hiệu chuẩn trong dãy, kể cả mẫu "không", ở 650 nm trong cuvet có chiều dài quang từ 10 mm đến 50 mm. Dung đường chuẩn từ độ hấp thụ với khối lượng, tính bằng

microgam của các chất hoạt động bề mặt thu được trong dung dịch hiệu chuẩn và độ hấp thụ A<sub>1</sub> của mỗi dung dịch chuẩn (8.1) trừ đi độ hấp thụ của mẫu trắng (điểm cắt trực tung).

Hiệu chuẩn một hoặc hai lần trong một tháng hoặc khi dùng mẻ hoá chất mới.

Nếu hiệu chuẩn với một chất hoạt động bề mặt khác (xem 4.11), thì dùng hệ số chuyển đổi  $f_1$  trong Bảng 1.

Bảng 1

Chất	Khối lượng phân tử tương đối	Hệ số chuyển đổi $f_1$ DBSSS /chất
Muối natri axit dodecylbenzen sulfonic (DBSSS)	348,48	1,000 0
Muối natri axit dodecan-1-sulfonic	272,38	1,279 4
Muối natri axit dodecan-1-sulfonic	288,38	1,208 4
Muối natri axit dioctyl sulfosucinic	444,55	0,783 9
Dodexyl benzen sulfonic axit metyl este (DBSME)	340,48	1,023 5

#### 7.4 Xác định

Chuyển một thể tích đo được của mẫu thử vào phễu tách, nếu cần thì xử lý theo 7.1. Phần mẫu thử này chứa từ 20 µg đến 200 µg MBAS. Khi khoảng MBAS thấp hơn có thể dùng tới 100 ml mẫu thử. Nếu thể tích mẫu thử nhỏ hơn 100 ml thì pha loãng bằng nước đến 100 ml. Thêm 5,0 ml dung dịch metylen xanh trung tính (4.8), 10 ml dung dịch đệm (4.10) (không cần thiết sử dụng dung dịch metylen xanh đã được chiết trước), và 15 ml cloroform (4.3). Lắc nhẹ nhàng ở tư thế nằm ngang 2 lần trong một giây và lắc trong 1 min. Để phân lớp hoàn toàn và xoay phễu để lấy hết các giọt đọng trên thành phễu.

Để yên trong 2 min, sau đó chiết lấy lớp cloroform hoàn toàn sang phễu tách thứ hai chứa sẵn 110 ml nước và 5,0 ml dung dịch axit metylen xanh (4.9). Lắc đều nhưng không quá mạnh trong 1 min như mô tả ở trên. Lọc lớp cloroform qua cái lọc bằng bông thủy tinh hoặc bông vải đã thấm ướt bằng cloroform (4.3) vào bình định mức 50 ml. (Đối với bông vải, một vài chất hoạt động bề mặt có thể bị hấp thụ; đối với bông thủy tinh nước không bị hấp thụ hoàn toàn).

Lặp lại việc chiết các dung dịch axit và kiểm dùng 10 ml cloroform (4.3). Tách riêng lớp cloroform và lọc qua cùng cái lọc rồi cho vào bình định mức. Lặp lại sự chiết dùng thêm 10 ml cloroform và lọc vào bình định mức 50 ml. Pha loãng đến vạch mức bằng cloroform và lắc đều.

Đối với mỗi mẻ mẫu thử, tiến hành chiết hoàn toàn đối với mẫu trắng với 100 ml nước và từng dung dịch hiệu chuẩn (xem 7.3).

Trước khi xác định, lắc từng bình định mức và tráng cuvet (5.2) ba lần bằng dung dịch sẽ đo trong bình và sau đó nạp đầy cuvet bằng dung dịch đó.

Đo độ hấp thụ của mẫu thử, các dung dịch chuẩn và mẫu trắng bằng máy đo phổ ở bước sóng 650 nm và trong cuvet thích hợp có chiều dài từ 10 mm đến 50 mm so với chloroform làm đối chứng. Đo so sánh với các dung dịch chuẩn được thực hiện trên cuvet cùng cỡ. Rửa cuvet bằng chloroform sau mỗi lần đọc.

Thường xuyên kiểm tra sai số cuvet bằng cách đo sự sai khác của độ hấp thụ khi dùng chloroform trong cả hai cuvet và hiệu chỉnh cho bất cứ sai số nào. Nếu sai số này lớn cần rửa cuvet bằng cách ngâm cuvet trong axit nitric, tráng bằng nước và làm khô bằng chloroform và axeton. Đánh dấu một cuvet làm đối chứng.

Nếu độ hấp thụ của dung dịch mẫu thử nhỏ hơn 0,1 khi đo dùng cuvet có chiều dài 10 mm, cần lặp lại việc đọc các dung dịch hiệu chuẩn, mẫu trắng và mẫu dùng cuvet 40 mm và 50 mm.

Nếu có sai lệch đáng kể giữa các giá trị đường chuẩn và mẻ mẫu thử cần lặp lại qui trình với toàn bộ mẫu thử và dãy dung dịch hiệu chuẩn.

## 8 Biểu thị kết quả

### 8.1 Tính toán

Tính chỉ số MBAS theo nồng độ khối lượng,  $\rho$ , muối natri dodecylbenzen sulfonic axit, tính bằng microgam trên mililit theo công thức:

$$\rho = \frac{f_2(A_1 - A_0)}{V_0}$$

Trong đó

$A_1$  là độ hấp thụ của mẫu thử;

$A_0$  là độ hấp thụ của mẫu trắng;

$f_2$  là hệ số hiệu chuẩn, tính bằng khối lượng microgam của MBAS (tính theo muối natri dodecylbenzen sulfonic axit), dưới những điều kiện đã cho có độ hấp thụ là 1 000 (đánh giá theo đường chuẩn);

$V_0$  là thể tích của phần mẫu thử lấy để phân tích theo 7.4, tính bằng mililit. Nếu mẫu đã pha loãng thì thể tích đó cũng được tính (xem 7.1). Nếu mẫu không bị pha loãng thì  $V_0$  thu được theo 7.1 là 100 ml.

Cũng có thể xác định nồng độ khối lượng MBAS theo đường chuẩn (xem 7.3). Nồng độ khối lượng được tính từ lượng MBAS trong mẫu thử và thể tích của nó theo đường chuẩn.

## 8.2 Độ chụm

Độ chụm  $P$  của phương pháp được tính theo:

$$P = 0,107 \rho_v + 0,008$$

Trong đó  $\rho_v$  là nồng độ của MBAS, tính bằng micro gam trên mililit;

Ở 0,1  $\mu\text{g/ml}$  độ lệch chuẩn tương đối  $s$  được tính là  $s = \pm 19 \%$ .

## 9 Cản trở

Khi có các chất hoạt động bề mặt cation như muối amoni bậc bốn và protein chúng có thể tạo hợp chất với các chất hoạt động bề mặt anion và làm giảm giá trị MBAS thu được. Ví dụ, nếu mẫu thử chứa cả chất hoạt động bề mặt anion và cation, chúng có thể tạo phức bền và không phản ứng với metylen xanh.

Giá trị MBAS có thể bị cao do các chất không phải là chất hoạt động bề mặt anion có khả năng tạo hợp chất với metylen xanh tan trong chloroform. Ảnh hưởng cản trở này được giảm thiểu bằng cách chiết tách các chất hoạt động bề mặt của mẫu vào etyl axetat, như vậy là tách chúng khỏi chất không hoạt động bề mặt (xem 7.1).

Về lý thuyết, các hợp chất chứa nhóm đơn anion và phần kỵ nước có thể tạo hợp chất không liên kết và bị chiết với cation metylen xanh. Các sulfat hữu cơ, sulfonat, cacboxylat, phenol và các ion vô cơ như cyanat, nitrat, thiocyanat và sulfua đều có thể hoạt hóa metylen xanh. Các hợp phần của nước thải thường gồm: ure, amoni và nitrat cũng như chất bảo quản như: formaldehyt, thủy ngân (II) clorua không gây cản trở. Tuy nhiên, không phải mọi ảnh hưởng cản trở đều có thể loại trừ, do vậy chỉ số metylen xanh (MBAS) cần được hiệu chỉnh.

## 10 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả cần bao gồm các thông tin sau:

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Nhận dạng mẫu;
- Các kết quả và phương pháp thể hiện kết quả đã dùng;
- Những bất thường khi xác định;
- Những chi tiết của các thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này hoặc coi là tùy chọn.