

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 7939 : 2008**

**ISO 18412 : 2005**

Xuất bản lần 1

**CHẤT LƯỢNG NƯỚC –  
XÁC ĐỊNH CROM (VI) - PHƯƠNG PHÁP ĐO QUANG ĐỐI  
VỚI NƯỚC Ô NHIỄM NHẹ**

*Water quality — Determination of chromium (VI) –  
Photometric method for weakly contaminated water*

**HÀ NỘI – 2008**

**Lời nói đầu**

TCVN 7939 : 2008 hoàn toàn tương đương với ISO 18412 : 2005.

TCVN 7939 : 2008 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn Quốc gia TCVN/TC 147 *Chất lượng nước* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Chất lượng nước – Xác định crom (VI) – Phương pháp đo quang đối với nước ô nhiễm nhẹ

*Water quality — Determination of chromium (VI) –  
Photometric method for weakly contaminated water*

**CẢNH BÁO** – Người sử dụng tiêu chuẩn này cần phải thành thạo với các thực hành trong phòng thí nghiệm thông thường. Tiêu chuẩn này không đề cập tới mọi vấn đề an toàn liên quan đến người sử dụng. Trách nhiệm của người sử dụng là phải xác lập độ an toàn, đảm bảo sức khỏe phù hợp với các quy định của quốc gia. Hết sức chú ý khi xử lý kali dicromat do tính gây ung thư của chất này.

**QUAN TRỌNG** – Điều chủ yếu là phép thử theo tiêu chuẩn này cần được tiến hành bởi những nhân viên được đào tạo phù hợp.

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định crom (VI) trong nước uống có nồng độ khối lượng trong khoảng từ 2 µg/l đến 50 µg/l. Đối với việc xác định ở những nồng độ cao hơn, mẫu được pha loãng trước khi phân tích. Phương pháp này cũng áp dụng cho nước ngầm và nước mặt bị ô nhiễm nhẹ, miễn là thành phần mẫu không chứa các tác nhân khử gây cản trở. Phương pháp này chưa được kiểm chứng đối với nước cửa sông và nước biển, do vậy người sử dụng chịu trách nhiệm về tính đúng của phương pháp đối với các thành phần mẫu này. Xác định crom (VI) trong nước thải bằng phương pháp đo quang được tiến hành theo TCVN 6658 (ISO 11083) *Chất lượng nước – Xác định crom (VI) – Phương pháp đo phổ dùng 1,5-diphenylcacbazit*.

### 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là 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 sửa đổi).

TCVN 4851 (ISO 3696) Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử

TCVN 7939 : 2008

TCVN 6663-1 (ISO 5667-1) Chất lượng nước – Lấy mẫu – Phần 1: Hướng dẫn lập chương trình lấy mẫu

TCVN 5992 (ISO 5667-2) Chất lượng nước – Lấy mẫu – Phần 2: Hướng dẫn kỹ thuật lấy mẫu.

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

TCVN 6661-1 (ISO 8466-1) Chất lượng nước – Hiệu chuẩn và đánh giá các phương pháp phân tích và ước lượng các đặc trưng thống kê. Phần 1: Đánh giá thống kê các hàm chuẩn tuyến tính.

TCVN 6661-2 (ISO 8466-2) Chất lượng nước – Hiệu chuẩn và đánh giá các phương pháp phân tích và ước lượng các đặc trưng thống kê. Phần 2: Nguyên tắc hiệu chuẩn đối với các hàm chuẩn bậc hai không tuyến tính

### 3 Cản trở

Các chất khử trong mẫu có thể dẫn đến sai số âm đối với nồng độ crom (VI). Nồng độ sulfit đến khoảng 0,2 mg/l không gây cản trở.

Các chất oxy hoá để khử trùng trong sản xuất nước uống, như clorua, dioxit clorua, ozon và hydro peroxit, không gây cản trở cho phương pháp, miễn là nồng độ của chúng không vượt quá nồng độ được đưa ra trong Bảng 1.

**Bảng 1 – Nồng độ của các chất khử trùng không gây cản trở đáng kể dưới các điều kiện đo đã cho**

Chất khử trùng	Nồng độ mg/l
Clorua	0,6
Clorua dioxit	0,4
Hydro peroxit	0,2
Ozon	0,1

### 4 Nguyên tắc

Crom (VI) oxy hoá 1,5-diphenylcacbazit thành 1,5-diphenylcacbazon dưới dạng phức crom màu đỏ tím. Mối tương quan giữa độ hấp thụ của phức và nồng độ crom (VI) là tuyến tính. Độ hấp thụ cực đại được đo tại bước sóng 540 nm.

### 5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng thuốc thử tinh khiết phân tích

5.1 Nước phù hợp với nước loại 1 được quy định trong TCVN 4851 (ISO 3696), hoặc nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

5.2 Axit sulfuric,  $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 1,81 \text{ g/ml}$ .

5.3 Axit orthophosphoric,  $\rho(\text{H}_3\text{PO}_4) \approx 1,71 \text{ g/ml}$ .

5.4 Hỗn hợp axit,  $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_3\text{PO}_4$ .

Cho vào bình định mức dung tích 500 ml khoảng 200 ml nước (5.1). Thêm 27 ml axit sulfuric (5.2) và 33 ml axit orthophosphoric (5.3), trộn đều và pha loãng đến vạch mức bằng nước (5.1)

5.5 Propanon (axeton),  $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$

5.6 Diphenylcacbazit (thuốc thử DPC), dung dịch 1 % trong axeton (5.5).

Hòa tan 1 g 1,5-diphenylcacbazid ( $\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{N}_2\text{O}$ ) trong 100 ml axeton (5.5).

Bảo quản trong chai mẫu nâu để trong tủ lạnh, từ +2 °C đến +8 °C, thuốc thử bền trong khoảng một tuần

5.7 Dung dịch gốc kali cromat,  $\rho[\text{Cr(VI)}] = 1 \text{ g/l}$ .

Hòa tan 3,735 g  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  trong bình định mức 1000 ml bằng nước (5.1) và pha loãng đến vạch mức bằng nước (5.1).

Dung dịch này bền ít nhất một năm nếu được bảo quản ở nhiệt độ phòng.

5.8 Dung dịch tiêu chuẩn I kali cromat,  $\rho[\text{Cr(VI)}] = 100 \text{ mg/l}$ .

Dùng pipet lấy 50 ml dung dịch gốc kali cromat (5.7) vào bình định mức 500 ml, và pha loãng đến vạch mức bằng nước (5.1).

Chuẩn bị dung dịch tiêu chuẩn trong ngày dùng.

5.9 Dung dịch tiêu chuẩn II kali cromat,  $\rho[\text{Cr(VI)}] = 4 \text{ mg/l}$ .

Dùng pipet lấy 20 ml dung dịch tiêu chuẩn (I) kali cromat (5.8) vào bình định mức dung tích 500 ml, và pha loãng đến vạch mức bằng nước (5.1).

Chuẩn bị dung dịch trong ngày dùng.

## 6 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị phòng thí nghiệm thông thường và các thiết bị sau

6.1 Bình định mức, thể tích danh định 50 ml, 500 ml hoặc 1000 ml.

6.2 Pipet định mức, thể tích danh định 25 ml, 40 ml hoặc 50 ml

6.3 Pipet tự động, giá trị danh định 500  $\mu\text{l}$ .

6.4 Máy đo quang, được trang bị tế bào quang học có chiều dài đường quang 50 mm, hoặc máy đo quang có kính lọc.

## 7 Lấy mẫu và xử lý sơ bộ mẫu

Lấy mẫu theo quy định trong TCVN 6663-1 (ISO 5667-1), TCVN 5992 (ISO 5667-2) và TCVN 6663-3 (ISO 5667-3).

Bảo quản mẫu trong tủ lạnh và phân tích mẫu trong vòng 4 ngày kể từ khi lấy mẫu.

Mẫu không nên chứa nhiều hơn 50 µg/l crom (VI). Pha loãng mẫu thích hợp nếu nồng độ > 50 µg/l.

## 8 Cách tiến hành

### 8.1 Đo

Dùng pipét lấy 40 ml mẫu vào bình định mức dung tích 50 ml.

Thêm 4 ml hỗn hợp axit (5.4), lắc đều, và thêm 500 µl thuốc thử DPC (5.6), lắc đều lại.

Pha loãng đến vạch mức bằng nước (5.1) (độ hấp thụ  $A_1$ , xem điều 9).

Xử lý mẫu trắng cho mỗi mẻ mẫu theo đúng cách như đối với mẫu nhưng thay 40 ml mẫu bằng 40 ml nước (5.1) (độ hấp thụ  $A_2$ , xem điều 9).

Nếu độ hấp thụ  $A_2$  vượt quá 0,005, thực hiện các bước cần thiết để giảm độ hấp thụ của mẫu trắng (ví dụ bằng cách chuẩn bị thuốc thử mới).

Để bổ chính độ hấp thụ của mẫu, chuẩn bị một mẫu bổ sung bằng cách dùng pipét hút 40 ml mẫu vào bình định mức dung tích 50 ml, thêm 4 ml hỗn hợp axit, nhưng bỏ qua thuốc thử DPC, lắc đều và pha loãng đến vạch mức bằng nước (5.1) (độ hấp thụ  $A_3$ , xem điều 9).

Để yên mẫu trong khoảng 5 min đến 20 min, và dùng máy đo quang (6.4), đo độ hấp thụ tại bước sóng 540 nm và dùng nước (5.1) làm mẫu đối chứng.

**CHÚ THÍCH** Nếu dùng thể tích mẫu khác thì thể tích thuốc thử cần được điều chỉnh thích hợp.

### 8.2 Hiệu chuẩn theo qui trình hiệu chuẩn tiêu chuẩn

Ví dụ, đối với khoảng làm việc từ 5 µg/l đến 50 µg/l, tiến hành như sau

Dùng pipét có dung tích từ 50 µl đến 500 µl (các bước nồng độ tương đương) cho dung dịch tiêu chuẩn kali cromat II (5.9) vào 5 bình định mức 50 ml.

Thêm nước (5.1) đến khoảng 40 ml.

Cho vào mỗi bình định mức 4 ml hỗn hợp axit (5.4), và lắc đều. Sau đó, thêm vào mỗi bình 500 µl thuốc thử DPC (5.6) và lắc đều. Pha loãng đến vạch mức bằng nước (5.1).

Sau 5 min đến 20 min, đo độ hấp thụ bằng máy đo quang (6.4) tại bước sóng 540 nm và dùng nước (5.1) làm mẫu đối chứng.

Từ phép đo, đánh giá đường nối qui tuyến tính theo qui định trong TCVN 6661-1 (ISO 8466-1).

Thường xuyên kiểm tra lại đường chuẩn, đặc biệt khi sử dụng mẻ thuốc thử mới.

Nếu đường nối qui tuyến tính không đạt được, có thể đánh giá theo qui định trong TCVN 5661-2 (ISO 8466-2) (hàm chuẩn bậc hai không tuyến tính).

## 9 Đánh giá

Tính nồng độ khối lượng crom (VI) trong mẫu nước, tính bằng microgam trên lít ( $\mu\text{g/l}$ ) theo công thức (1):

$$\rho = \frac{A_1 - A_2 - A_3}{b} \quad (1)$$

trong đó

- $\rho$  là nồng độ khối lượng của crom (VI), tính bằng microgam trên lít ( $\mu\text{g/l}$ );
- $A_1$  là độ hấp thụ của mẫu tại 540 nm;
- $A_2$  là độ hấp thụ của mẫu trắng tại 540 nm;
- $A_3$  là độ hấp thụ của mẫu không có thuốc thử DPC tại 540 nm;
- $b$  là độ nhạy, nghĩa là độ dốc của đường chuẩn, tính bằng lít trên microgam ( $\text{l}/\mu\text{g}$ ).

Việc đánh giá tham chiếu đến thể tích mẫu là 40 ml. Sự sai lệch thể tích mẫu hoặc sự pha loãng mẫu cần hiệu chỉnh thích hợp.

## 10 Biểu thị kết quả

Giá trị được làm tròn đến số có nghĩa thích hợp (ví dụ 1  $\mu\text{g/l}$ ).

VÍ DỤ

Crom (VI) = 5  $\mu\text{g/l}$ ;

Crom (VI) = 12  $\mu\text{g/l}$ .

## 11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm cần bao gồm ít nhất những thông tin sau:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Nhận dạng đầy đủ mẫu;
- c) Kết quả theo điều 10;
- d) Xử lý sơ bộ mẫu, nếu áp dụng;
- e) Bất cứ sự sai lệch nào khỏi qui trình và thông tin về tất cả các trường hợp có thể ảnh hưởng đến kết quả.

## Phụ lục A

(tham khảo)

## Dữ liệu độ chụm

Một phép thử liên phòng thí nghiệm được tiến hành vào tháng năm năm 2002 với 23 phòng thí nghiệm tham gia. Kết quả được đưa ra ở Bảng A.1.

Bảng A.1 - Dữ liệu độ chụm

Mẫu	$l$	$n$	$n_{AP}$ %	$x_{thực}$ $\mu\text{g/l}$	$\bar{x}$ $\mu\text{g/l}$	$\eta$ %	$s_R$ $\mu\text{g/l}$	$CV_R$ %	$s_i$ $\mu\text{g/l}$	$CV_i$ %
A	19	34	2,9	8,0	8,5	106,5	0,77	9,0	0,47	5,5
B	20	35	5,4	44,0	44,1	100,3	1,43	3,2	0,56	1,3
C	19	34	0	24,0	23,6	98,5	1,51	6,4	1,23	5,2

$l$  là số phòng thí nghiệm

$n$  là số giá trị

$n_{AP}$  là phần trăm bị loại

$x_{thực}$  là giá trị thực (theo thoả thuận)

$\bar{x}$  là trung bình tổng

$\eta$  là tỉ lệ phát hiện

$s_i$  là độ lệch chuẩn lặp lại

$CV_i$  là hệ số lặp lại

$s_R$  là độ lệch chuẩn tái lập

$CV_R$  là hệ số tái lập

**Mẫu**

A nước uống, đã thêm chuẩn crom (VI)

B nước uống, đã thêm chuẩn crom (VI)

C nước thô, đã thêm chuẩn crom (VI)