

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN VIỆT NAM**

**TCVN 6635 : 2000**

**ISO 9390 : 1990**

**CHẤT LƯỢNG NƯỚC – XÁC ĐỊNH BORAT –  
PHƯƠNG PHÁP ĐO PHỔ DÙNG AZOMETIN-H**

*Water quality – Ditermination of borate – Spectrometric method using azomethine-H*

**HÀ NỘI -2000**

## **Lời nói đầu**

TCVN 6635 : 2000 hoàn toàn tương đương với ISO 9390 : 1990.

TCVN 6635 : 2000 do Ban Kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC 147  
Chất lượng nước biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất  
lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành

# Chất lượng nước – Xác định borat – Phương pháp đo phổ dùng azometin-H

*Water quality – Determination of borate – Spectrometric method using azomethine-H*

## 1 Phạm vi áp dụng

### 1.1 Khoảng áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp đo phổ xác định borat trong nước. Phương pháp này được áp dụng để xác định borat ở nồng độ trong khoảng 0,01 mg và 1 mg bo trên lít. Khoảng xác định có thể mở rộng bằng pha loãng mẫu.

Phương pháp này áp dụng cho nước uống được, nước ngầm, nước mặt và nước mặn không bị ô nhiễm nặng.

### 1.2 Cản trở

Không có các cản trở khi phân tích nước uống. Mg, Zn, Ca, Na, K, photphat, sunfat và nitrat không gây cản trở. Mn, Zr, Cr, Ti, Cu, V, Al, Be và Fe có thể làm kết quả cao hơn.

Cản trở của các chất màu, axit humic và/hoặc các chất không tan có thể được loại trừ bằng phương pháp thích hợp (như phá huỷ chất có màu, lọc qua cột nhồi than hoạt hoá).

## 2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 5993:1995(ISO 5667-3:1985). Chất lượng nước – Lấy mẫu – Hướng dẫn bảo quản và xử lý mẫu.

## 3 Nguyên tắc

Azometin-H là sản phẩm của axit-H (axit 8-amino-naphth-1-ol-3,6-disulfonic) và salixylaldehyt. Nó phản ứng với dạng tan của borat ở pH 6 tạo nên phức màu vàng, có thể đo độ hấp thụ ở bước sóng 410 nm đến 420 nm (xem 7.1).

## 4 Thuốc thử

## TCVN 6635 : 2000

Chỉ dùng các thuốc thử tinh khiết và nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, chứa trong bình polyetylen.

### 4.1 Dung dịch azometin-H

Hoà tan 1,0 g muối natri của azometin-H [ axit 8-N-(2-hydroxybenzyliden)-amino-naphth-1-ol-3,6-disunfonic]<sup>1)</sup> ( $C_{17}H_{12}NNaO_8S_2$ ) và 3,0 g L+- axit ascorbic ( $C_6H_8O_6$ ) trong nước và pha loãng đến 100 ml trong bình định mức một vạch.

Dung dịch bền một tuần lễ nếu chứa trong bình polyetylen và để ở nhiệt độ 4°C đến 6°C.

### 4.2 Dung dịch đệm, pH = 5,9

Trộn 250 g amoni axetat  $CH_3COONH_4$ , 250 ml nước, 80 ml axit sunfuric  $H_2SO_4$  ( $\rho = 1,21$  g/ml), 5ml axit phosphoric  $H_3PO_4$  ( $\rho = 1,71$  g/ml), 1,0 g axit xitric ( $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ ) và 1,0 g axit dinatri ethylamin tetraaxetic EDTA ( $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot H_2O$ ), khuấy đều và đun nóng nhẹ.

### 4.3 Dung dịch thuốc thử

Trộn hai thể tích bằng nhau của dung dịch (4.1) và (4.2). Pha để dùng trong ngày. Chứa trong bình polyetylen.

### 4.4 Borat, dung dịch gốc chứa 1,0 g B trên lít

Hoà tan 5,719 g axit boric trong 1000 ml nước.

Giữ dung dịch trong bình polyetylen.

1 ml dung dịch gốc này chứa 1,0 mg bo tính theo B.

### 4.5 Bo, dung dịch tiêu chuẩn 1, chứa 10,0 mg B trên lít

Pha loãng 10 ml dung dịch gốc borat (4.4) đến 1000 ml bằng nước.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 10,0  $\mu$ g B.

### 4.6 Bo, dung dịch tiêu chuẩn 2, chứa 1,0 mg B trên lít

Pha loãng 10 ml dung dịch tiêu chuẩn borat (4.5) thành 1000 ml bằng nước.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 1,0  $\mu$ g B.

### 4.7 Canxi hydroxyt [ $Ca(OH)_2$ ]

---

1) Tên theo IUPAC.

## 5 Thiết bị, dụng cụ

Dụng cụ phòng thí nghiệm làm bằng polypropylen, polyetylen hoặc polytetrafloetylen, và:

**Máy đo phổ**, dùng được ở bước sóng 410 nm đến 420 nm, có các cuvet 10 mm và 50 mm.

## 6 Lấy mẫu và bảo quản mẫu

Mẫu dùng để xác định borat không được lấy bằng bình thủy tinh bosilicat. Lưu giữ mẫu theo TCVN 5993:1995 (ISO 5667-3).

## 7 Cách tiến hành

### 7.1 Xác định

Lấy 25,0 ml mẫu hoặc 1 thể tích nhỏ hơn rồi pha loãng đến 25 ml bằng nước cất, cho vào bình polyetylen 100 ml. Thêm 10 ml azometin-H (4.1). Trộn đều và để yên trong tối 2 h ở  $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Đo ở độ hấp thụ cực đại trong khoảng bước sóng 410 nm đến 420 nm, dùng nước cất làm dung dịch so sánh, dùng cuvet 10 mm. Máy đo phổ cần lắp đặt theo chỉ dẫn của hãng sản xuất, sau đó dùng nước cất để đặt điểm "không". Nếu nồng độ bo nhỏ hơn 0,2 mg bo trên lit thì dùng cuvet 50 mm. Kiểm tra bước sóng hấp thụ cực đại khi dùng lô thuốc thử mới.

Chú thích 1 – Thời gian phản ứng có thể rút ngắn nếu để mẫu đã xử lý ở nhiệt độ  $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Trong trường hợp này thì mẫu, mẫu trắng và mẫu chuẩn cần xử lý tương tự vì cường độ màu phụ thuộc nhiệt độ.

### 7.2 Thử trắng

Tiến hành thử trắng với 25ml nước như điều 7.1. Đảm bảo rằng thử trắng có độ hấp thụ từ 0,1 đến 0,17 đơn vị với cuvet 10 mm. Nếu độ hấp thụ cao hơn thì kiểm tra lại thuốc thử và nước cất về hàm lượng borat.

Chú thích 2 – Phương pháp sau có thể dùng để kiểm tra chất lượng thuốc thử và nước cất.

Đổ vào ba cốc riêng biệt (tốt nhất là cốc bằng polytetrafloetylen) 25 ml, 100 ml và 250 ml nước cất. Làm kiểm hoá nhẹ các cốc bằng cách thêm những lượng như nhau (ví dụ 200 mg) canxi hydroxit (4.7). Cô hai cốc 100 ml và 250 ml đến thể tích nhỏ hơn 25 ml rồi thêm nước cất siêu sạch đến 25 ml. Tiến hành như điều 7.1 với các cốc này.

Tiến hành xác định trắng với mỗi cốc này. Nếu borat có trong nước cất, thì lượng borat tìm thấy sẽ tăng tỷ lệ với thể tích nước đã lấy. Kết quả tản mạn chứng tỏ nhiễm bẩn borat từ nguồn ngoài. Kết quả hằng định và tương đối cao chứng tỏ thuốc thử bẩn.

### 7.3 Phòng tránh nhiễm bẩn

## **TCVN 6635 : 2000**

Borat rất phổ biến trong môi trường nên có thể gây nhiễm bẩn khi xác định lượng vết.

Cần nghiên cứu nguồn nhiễm bẩn và cách phòng tránh.

Dụng cụ phòng thí nghiệm thường được làm bằng thủy tinh bosilicat. Thủy tinh có thể không có bo, nhưng cho công việc thường ngày có thể dùng thủy tinh bosilicat được tráng kỹ bằng axit clohydric để chứa các dung dịch axit nhưng không nên chứa các dung dịch trung tính hoặc kiềm, hoặc giữ lâu ở bất kỳ pH nào. (Dụng cụ thủy tinh bằng bosilicat đã dùng để chứa dung dịch kiềm cần tráng kỹ bằng axit). Nên dùng bình polyetylen và pipet plastic.

Chất tẩy rửa và xà phòng dùng cho dụng cụ thủy tinh và giặt áo choàng phòng thí nghiệm phải không có borat, việc dùng khăn và vải để lau cần hết sức tránh.

Đồ dùng vệ sinh, bột tan và mỹ phẩm được các kỹ thuật viên dùng thường chứa borat, cần tránh, nhất là khi phân tích lượng nhỏ.

Nước và thuốc thử có thể chứa borat, cần tiến hành đo mẫu trắng ít nhất là cặp đôi và cần hiệu chỉnh kết quả.

### **7.4 Lập đường chuẩn**

#### **7.4.1 Lập đường chuẩn từ 0,00 mg/l đến 0,20 mg/l bo.**

Lấy vào 6 bình định mức plastic 25 ml các lượng 0 ml, 1 ml, 2 ml, 3ml, 4 ml và 5 ml dung dịch tiêu chuẩn bo 2 (4.6) pha đến vạch bằng nước cất và trộn đều. Như vậy nồng độ của các bình là 0 mg; 0,04 mg; 0,08 mg, 0,12 mg; 0,16 mg và 0,20 mg bo trên lit. Phân tích mỗi dung dịch tiêu chuẩn như điều 7.1, đo độ hấp thụ trong cuvét 50 mm so với nước cất. Vẽ đường chuẩn theo độ hấp thụ - nồng độ miligam B trên lit.

#### **7.4.2 Lập đường chuẩn từ 0,00 mg/l đến 1,00 mg/l Bo**

Làm giống như trên, cho vào các bình định mức 0 ml, 5 ml, 10 ml, 15 ml, 20 ml và 25 ml dung dịch bo tiêu chuẩn 2 (4.6), tương ứng sẽ được nồng độ 0 mg, 0,2 mg, 0,4 mg, 0,6 mg, 0,8 mg và 1,0 mg bo trên lit. Phân tích mỗi dung dịch tiêu chuẩn như điều 7.1 nhưng lần này đo độ hấp thụ trong cuvét 10 mm, so sánh với nước cất. Vẽ đường chuẩn.

#### **7.4.3 Tính hệ số $f$**

Điều cơ bản là 2 đường chuẩn đều thẳng. Nếu không, phải kiểm tra dung dịch hiệu chuẩn và làm lại. Tính đại lượng nghịch đảo của độ dốc mỗi đường chuẩn, đó là  $f$ .

## 8 Biểu thị kết quả

### 8.1 Tính toán

Tính hàm lượng borat, miligam bo trên lit, theo công thức sau:

$$\frac{(A_1 - A_0).f.V_{1\max}}{V_1}$$

trong đó

$A_1$  là độ hấp thụ của mẫu;

$A_0$  là độ hấp thụ của mẫu trắng;

$V_1$  là thể tích mẫu tính bằng mililit ;

$V_{1\max}$  là thể tích lớn nhất của mẫu, tính bằng mililit;

$f$  là hệ số chuẩn hoá, được xác định từ đường chuẩn tương ứng (giá trị nghịch đảo của độ dốc, tính bằng miligam bo trên lít )

### 8.2 Độ chính xác

Một phép thử liên phòng thí nghiệm được thực hiện ở Cộng hoà liên bang Đức cho kết quả bo ghi trong bảng 1.

## 9 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả cần có những thông tin sau:

- a) trích dẫn tiêu chuẩn này;
- b) thông tin về nhận dạng mẫu;
- c) kết quả và cách biểu diễn kết quả;
- d) chi tiết về loại trừ ảnh hưởng cản trở;
- e) chi tiết về các thao tác không nằm trong tiêu chuẩn này, cùng với những tình huống có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Bảng 1 – Dữ liệu về độ chính xác

Mẫu	l	n	Loại b <sup>2</sup> %	x mg/l	$\bar{x}$ mg/l	WFR %	$\sigma_r$ mg/l	VC <sub>r</sub> %	$\sigma_R$ mg/l	VC <sub>R</sub> %
Dung dịch tiêu chuẩn	20	76	14,6	0,25	0,234	93,5	0,027	11,4	0,014	5,9
Nước mặt	19	71	20	–	0,151		0,019	12,3	0,008	5,6
Nước khoáng	20	75	15,7	–	0,050	–	0,036	7,2	0,015	3,0
Nước thải từ một trạm xử lý sinh học	19	74	16,9	–	1,060	–	0,069	6,5	0,035	3,3

trong đó

l là số phòng thí nghiệm;

n là số các giá trị;

x là giá trị thực;

$\bar{x}$  là giá trị trung bình;

WFR là độ tìm thấy;

$\sigma_r$  là độ lệch chuẩn lặp lại;

VC<sub>r</sub> là hệ số độ lặp lại ;

$\sigma_R$  là độ lệch chuẩn tái lập;

VC<sub>R</sub> là hệ số độ lệch tái lập.