

TCVN 6625 : 2000

ISO 11923 : 1997

**CHẤT LƯỢNG NƯỚC – XÁC ĐỊNH CHẤT RẮN LƠ LỬNG
BẰNG CÁCH LỌC QUA CÁI LỌC SỢI THỦY TINH**

Water quality – Determination suspended solids by filtration through glass-fibre filters

HÀ NỘI - 2000

Lời nói đầu

TCVN 6625 : 2000 hoàn toàn tương đương với ISO 11923 : 1997.

TCVN 6625 : 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 chất rắn lơ lửng bằng cách lọc qua cái lọc sợi thủy tinh

Water quality – Determination of suspended solids by filtration through glass-fibre filters

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này trình bày phương pháp xác định chất rắn lơ lửng trong nước thô, nước thải và nước thải qua xử lý bằng cách lọc qua cái lọc sợi thủy tinh. Giới hạn dưới của phép xác định là khoảng 2 mg/l. Không thiết lập giá trị giới hạn trên.

Chú thích 1 – Các mẫu nước thường không ổn định, nghĩa là hàm lượng chất rắn lơ lửng phụ thuộc vào thời gian lưu giữ mẫu và cách vận chuyển, vào pH và các yếu tố khác. Kết quả nhận được từ các mẫu không ổn định cần được lưu ý khi trình bày.

Dầu nổi và các chất lỏng hữu cơ không trộn lẫn khác gây cản trở việc xác định (xem phụ lục B).

Các mẫu chứa các chất rắn hòa tan nhiều hơn khoảng 1000 mg/l cần được xử lý đặc biệt (xem 8.6).

Chú thích 2 – Kết quả xác định phụ thuộc vào loại cái lọc được dùng, xem 5.2. Bởi vậy cần chỉ rõ loại cái lọc.

Chú thích 3 – Cỡ các hạt trong các loại nước có thể rất khác nhau. Không có quan hệ giữa kết quả thu được với cỡ lỗ của cái lọc, và không có hệ số chuyển kết quả với các loại cái lọc khác nhau.

TCVN 6625: 2000

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 5992: 1995 (ISO 5667-2:1991) Chất lượng nước – Lấy mẫu – Hướng dẫn kĩ thuật lấy mẫu.

TCVN 5981: 1995 (ISO 6107-2) Chất lượng nước – Thuật ngữ – Phần 2.

3 Định nghĩa

Tiêu chuẩn này áp dụng những định nghĩa sau:

3.1 Chất rắn lơ lửng: Chất rắn được lấy ra bằng cách lọc hoặc ly tâm trong những điều kiện qui định (TCVN 5981: 1995 (ISO 6107-2:1989, 4.24.3)).

3.2 Chất rắn hòa tan: Sau khi lọc và cô mẫu đến khô, chất rắn còn lại dưới những điều kiện qui định (TCVN 5981: 1995 (ISO 6107-2:1989, 4.24.1)).

4 Nguyên tắc

Dùng máy lọc chân không hoặc áp suất để lọc mẫu qua cái lọc sợi thủy tinh. Sấy cái lọc ở 105 °C và lượng cặn được xác định bằng cách cân.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Thiết bị dùng để lọc chân không hoặc dưới áp suất, có các cái lọc phù hợp (5.2).

Chú thích – Thiết bị để lọc màng có thể dùng cho nhiều loại cái lọc. Tấm đỡ cái lọc cần có đủ độ thấm để nước tự do chảy qua.

5.2 Cái lọc sợi thủy tinh borosilicat, không chứa chất kết dính. Cái lọc cần có đường kính thích hợp để lắp vừa vào thiết bị (5.1).

Độ hao khối lượng trong một phép thử trắng phải nhỏ hơn 0,3 mg/l. Nên dùng loại cái lọc có khối lượng trong khoảng 50 g/m² và 100 g/m².

Thử độ hao khối lượng trong khi lọc bằng cách dùng phương pháp ở điều 8 nhưng thay mẫu bằng 150ml nước cất. Kiểm tra riêng từng hộp hoặc lô. Dùng 3 cái lọc lựa chọn ngẫu nhiên để tăng độ nhạy của phép thử.

Chú thích – Để loại những thành phần tan trong nước, cái lọc cần được rửa trước. Từng cái lọc hoặc một số ít cái lọc (< 10) được rửa trước bằng cách lọc 150 ml nước cất và sấy khô ở 105 °C trong vòng ít nhất 1 h.

Cái lọc có thể rửa bằng cách súc với nước cất vài giờ. Nước rửa sau đó được bỏ đi và cái lọc được sấy ở 105°C ít nhất 1 h hoặc sấy qua đêm.

Những cái lọc sợi thủy tinh của các hãng khác nhau có thể có một vài đặc tính khác nhau. Cần chỉ rõ loại lọc và hãng sản xuất trong báo cáo (điều 12).

5.3 Tủ sấy, có khả năng duy trì nhiệt độ $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.4 Cân phân tích, có thể cân với độ chính xác ít nhất là 0,1 mg.

5.5 Giá sấy, bằng vật liệu thích hợp, dùng để đỡ cái lọc trong tủ sấy (5.3).

6 Thuốc thử

6.1 Huyền phù so sánh, dùng vi tinh thể xenlulo, $\rho = 500\text{ mg/l}$.

Cân 0,500 g (đã sấy khô) vi tinh thể xenlulo ($\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5$)_n, loại dùng cho sắc kí lớp mỏng (TLC) hoặc tương đương, chuyển vào bình định mức 1000 ml và thêm nước cất đến vạch mức.

Huyền phù này bền ít nhất ba tháng.

Lắc kĩ huyền phù trước khi dùng.

Chú thích – Lượng khô của vi tinh thể xenlulo có thể được xác định bằng cách sấy khô một mẫu riêng trong tủ sấy $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.2 Huyền phù xenlulo so sánh để làm việc, $\rho = 50\text{ mg/l}$.

Lắc kĩ huyền phù so sánh (6.1) cho đến hoàn toàn đồng thể. Đong nhanh vào bình định mức 100 ml ($100\text{ ml} \pm 1\text{ ml}$). Chuyển thể tích đã đo vào bình định mức 1000 ml và làm đầy đến vạch mức bằng nước cất. Lắc kĩ trước khi dùng. Chuẩn bị huyền phù xenlulo so sánh này hàng ngày.

7 Lấy mẫu và xử lý

Lấy mẫu theo hướng dẫn trong TCVN 5992: 1995 (ISO 5667-2). Nên lấy mẫu vào bình trong suốt. Tránh lấy đầy bình để lắc cho tốt.

Cần phân tích chất rắn lơ lửng càng nhanh càng tốt sau khi lấy mẫu, nên làm trong vòng 4 h. Nếu không được, thì phải giữ mẫu ở dưới 8 °C trong tối, nhưng không được để mẫu đông lạnh. Phải cẩn thận khi trình bày các kết quả thu được từ những mẫu đã lưu giữ quá 24 h. Không thêm gì vào mẫu khi lưu giữ.

Nếu phân tích mẫu quá 4 h sau khi lấy, cần nêu rõ trong báo cáo kể cả điều kiện bảo quản.

8 Cách tiến hành

8.1 Để mẫu đạt nhiệt độ phòng

8.2 Đảm bảo rằng độ hao khối lượng là nhỏ hơn 0,3 mg trên mỗi cái lọc (xem 5.2).

8.3 Để cái lọc đạt cân bằng độ ẩm ở cạnh cân và cân với độ chính xác 0,1 mg trên cân phân tích (5.4). Tránh bụi bám vào cái lọc. Nên để cái lọc trong bình hút ẩm.

8.4 Đặt cái lọc vào phễu ở thiết bị lọc (5.1) mặt nhãn xuống dưới, và nối thiết bị với máy bơm chân không (hoặc áp suất).

Cảnh báo – Áp suất ở các bình thủy tinh lớn có thể gây ra nổ nếu bình có vết xước. Cần có những chú ý an toàn thích hợp.

8.5 Lắc bình mạnh và chuyển ngay một thể tích mẫu thích hợp vào ống đong.

Nếu mẫu được chứa đầy bình thì dùng kĩ thuật "trộn giữa hai bình". Chú ý rằng bình thứ hai cần khô và sạch trước khi dùng.

Lấy lượng mẫu sao cho cạn khô trên cái lọc phù hợp với giải khối lượng tối ưu cho việc xác định, khoảng 5 mg đến 50 mg. Cần tránh để thể tích mẫu vượt quá 1 lít. Để kết quả có giá trị, lượng cạn khô cần đạt tối thiểu là 2 mg. Đọc thể tích mẫu với độ chính xác 2% hoặc hơn. Thể tích mẫu nhỏ hơn 25 ml cần phải được xác định bằng cân.

8.6 Lọc mẫu, tráng ống đong bằng 20 ml nước cất và dùng lượng nước này để rửa cái lọc. Tráng phần trong của phễu bằng 20 ml nước cất khác.

Nếu mẫu chứa trên 1000 mg/l chất rắn hòa tan thì tráng cái lọc ba lần, mỗi lần 50 ml nước cất. Chú ý rửa cả vành cái lọc.

Chú thích – Quá trình lọc thông thường hoàn thành trong vòng 1 min. Tuy nhiên, một số loại mẫu chứa các chất gây bít cái lọc. Điều đó làm tăng thời gian lọc và kết quả phụ thuộc vào thể tích mẫu. Nếu cái lọc bị tắc thì cần làm lại quá trình xác định với thể tích mẫu nhỏ hơn và cần chú ý khi trình bày kết quả.

Tháo bỏ nguồn chân không (hoặc áp suất) khi thấy cái lọc đã khô. Cần thận gỡ cái lọc khỏi phễu bằng một kẹp tày đầu. Cái lọc có thể được gấp lại nếu cần. Đặt cái lọc lên giá sấy (5.5) và sấy trong tủ sấy (5.3) ở $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ từ 1 h đến 2 h. Lấy cái lọc ra khỏi tủ sấy, để cho nó cân bằng với không khí xung quanh cân và lại cân nó như trước.

9 Kiểm tra

Lặp lại phép thử (điều 8) và dùng 200 ml huyền phù so sánh làm việc (6.2). Độ tìm thấy phải nằm trong khoảng 90 % và 110 %.

10 Tính toán

Hàm lượng chất rắn lơ lửng ρ , tính bằng miligam trên lit, được tính bằng phương trình

$$\rho = \frac{1000(b - a)}{V}$$

trong đó

b là khối lượng cái lọc sau khi lọc, tính bằng miligam;

a là khối lượng cái lọc trước khi lọc, tính bằng miligam;

V là thể tích mẫu, tính bằng mililit. Nếu mẫu được cân thì 1 g được xem tương đương với 1 ml.

Báo cáo kết quả theo miligam trên lit với hai số có nghĩa. Kết quả dưới 2 mg/l được báo là "dưới 2 mg/l".

11 Độ chính xác

Độ chính xác của hàm lượng chất lơ lửng xác định theo tiêu chuẩn này phụ thuộc chủ yếu vào bản chất của mẫu hơn là phương pháp sử dụng. Ngoài ra, ảnh hưởng của cách chế tạo cái lọc không thể bỏ qua.

Không có số liệu chung có giá trị cho độ tái lập bởi vì không thể thực hiện nghiên cứu liên phòng thí nghiệm trên một mẫu nước và bảo đảm là mẫu nước đó là hoàn toàn đồng nhất khi tới các phòng thí

TCVN 6625: 2000

nghiệm khác nhau. Cần thận trọng với những mẫu nước chứa sinh vật hoặc bùn (như polyme hữu cơ) gây bít cái lọc trong khi vận chuyển và khi thử.

Chi tiết về kết quả của phép thử liên 2 phòng thí nghiệm về độ chính xác được tóm tắt ở phụ lục A. Những số liệu này không thể dùng cho các khoảng nồng độ và thành phần mẫu khác.

12 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả gồm những thông tin sau

- a) thời gian và địa điểm thử;
- b) nhận dạng mẫu thử;
- c) hãng sản xuất và tên của cái lọc được dùng;
- d) kết quả;
- e) mọi sai lệch khỏi tiêu chuẩn này (xem điều 8) hoặc mọi tình huống ảnh hưởng tới kết quả, thí dụ cái lọc bị bít (xem chú thích 8.6) hoặc thời gian lưu giữ mẫu trước khi phân tích.

Phụ lục A

(tham khảo)

Kết quả thử liên phòng thí nghiệm

Một nghiên cứu liên phòng thí nghiệm (Cơ quan Bảo vệ môi trường Thụy Điển 1992) 175 phòng thí nghiệm đã phân tích hai mẫu bằng phương pháp giống như tiêu chuẩn này, dùng cái lọc Whatman GF/A. Các mẫu tổng hợp được điều chế bằng kaolin và vi tinh thể xenlulo đã được dùng. Kết quả tóm tắt ở bảng A.1 minh họa độ lặp lại:

Bảng A.1 – Kết quả thử liên phòng thí nghiệm ở Thụy Điển

Đặc tính thống kê	Mẫu 1	Mẫu 2
Số kết quả được chấp nhận	171	172
Trung bình	961 mg/l	790 mg/l
Độ lệch chuẩn	41 mg/l	36 mg/l
Hệ số độ lệch	4,29 %	4,72 %
Kết quả bị loại	4	3

Một nghiên cứu ở Đức năm 1994 kết quả được trình bày trong bảng A.2.

Bảng A.2 – Kết quả thử liên phòng thí nghiệm ở Đức

Mẫu	Số phòng thí nghiệm	Kết quả được chấp nhận	Kết quả bị loại	Trung bình mg/l	Hệ số độ lệch %
Vi tinh thể xenlulo 10 mg/l	8	32	0	9,95	9,0
Vi tinh thể xenlulo 100 mg/l	8	32	0	96,6	7,8
Vi tinh thể xenlulo 500 mg/l	7	26	6	499,5	3,5
Kaolin 10 mg/l	8	30	2	9,59	7,8
Kaolin 100 mg/l	8	32	0	92,4	7,5
Kaolin 500 mg/l	8	31	1	463,4	6,0
Xơ xenlulo (bột nhão) 10 mg/l	7	28	0	10,3	8,3
Xơ xenlulo (bột nhão) 100 mg/l	6	24	4	102,3	9,2
Xơ xenlulo (bột nhão) 500 mg/l	7	28	0	474,1	13,6
Vi tinh thể xenlulo :kaolin, 1:1, 10 mg/l	8	31	1	9,6	4,4
Vi tinh thể xenlulo:kaolin, 1:1, 50 mg/l	8	30	2	49,9	1,7
Vi tinh thể xenlulo:kaolin, 1:1, 200 mg/l	8	32	0	195,4	3,3

Kết quả trình bày độ tái lập trong những điều kiện lý tưởng, nghĩa là các hạt rắn là tro và có kích thước xác định. Tuy nhiên, những điều kiện lý tưởng này khó có thể đạt được với các mẫu thật.

Phụ lục B

(tham khảo)

Các mẫu chứa dầu hoặc chất lỏng hữu cơ khác

Dầu hoặc các chất lỏng hữu cơ không trộn lẫn với nước có thể bị giữ trên cái lọc và chỉ bay hơi một phần khi sấy ở 105 °C. Tuy nhiên, dầu không trộn lẫn với nước thì cặn có thể được xác định riêng, bằng cặn đã được lọc ra và đã được rửa với nước cần phải được loại hết dầu. Cũng có thể đầu tiên rửa bằng etanol và sau đó bằng hexan trước khi sấy ở 105 °C. Khi làm như vậy thì cần ghi kèm với kết quả thử bởi vì ngoài dầu không trộn lẫn với nước còn một vài chất có thể bị rửa trôi.
