

Tiêu chuẩn Nhà nước NƯỚC DÙNG ĐỂ PHÂN TÍCH TRONG PHÒNG THÍ NGHIỆM	Nhóm T TCVN 4851-89 (ISO 3696-1987)
Water for analytical Laboratory use Specification and test methods	Khuyến khích áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định những yêu cầu và phương pháp thử tương ứng cho ba loại nước dùng dùng trong phòng thí nghiệm để phân tích các hóa chất vô cơ.

Tiêu chuẩn này không áp dụng cho nước để phân tích vết hữu cơ, phân tích các chất hoạt động bề mặt, hoặc phân tích sinh học thay y tế.

Trong một số trường hợp, khi có những phương pháp phân tích đặc biệt cần sử dụng nước vô trùng, không chứa sunfua hoặc có một sức căng bề mặt nhất định, phải tiến hành thử nghiệm, tinh chế hoặc xử lý sạch nước bổ sung.

Tiêu chuẩn này hoàn toàn phù hợp với ISO 3696 – 1987.

1. Mô tả

Nước là chất lỏng trong suốt, không màu khi quan sát bằng mắt thường.

2. Phân loại

Tiêu chuẩn này quy định ba loại những như sau:

2.1. Loại một.

Không có chất nhiễm bẩn hòa tan hoặc keo ion và hữu cơ, đáp ứng những yêu cầu phân tích nghiêm ngặt nhất, bao gồm cả những yêu cầu về sắc ký chất lỏng đặc tính cao; phải được sản xuất bằng cách xử lý tiếp từ nước loại 2 (ví dụ thẩm thấu ngược hoặc khử ion hóa sau đó lọc qua một màng lọc có kích thước lỗ 0,2 µm để loại bỏ các chất dạng hạt hoặc chung cất lại ở một máy làm bằng silic axit nóng chảy).

2.2. Loại 2.

Có rất ít chất nhiễm bẩn vô cơ, hữu cơ hoặc keo và thích hợp cho các mục tiêu phân tích nhạy, bao gồm cả quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS) và xác định các thành phần ở lượng vết; phải được sản xuất, ví dụ như bằng cách chưng cất nhiều lần, hoặc bằng cách khử ion hóa hoặc thẩm thấu ngược sau đó chưng cất.

2.3. Loại 3.

Phù hợp với hầu hết các phòng thí nghiệm làm việc theo phương pháp ướm và điều chế các dung dịch thuốc thử; phải được sản xuất, ví dụ như bằng cách chưng cất một lần, khử ion hóa hoặc thẩm thấu ngược. Nếu không có quy định nào khác, loại này được dùng cho phân tích thông thường.

Chú thích, nguồn nước cung cấp ban đầu là nước uống được và sạch. Nếu nước bị nhiễm bẩn nặng về bất kỳ phương diện nào, cũng cần phải được xử lý trước.

3. Yêu cầu

Nước phải thoả mãn đầy đủ những mức và yêu cầu trong bảng. Thử sự phù hợp được tiến hành bằng các phương pháp quy định ở phần 6.

Tên chỉ tiêu	Mức các chỉ tiêu			Phương pháp thử
	Loại 1	Loại 2	Loại 3	
1. Độ pH ở 25 ⁰ C phạm vi bao hàm	Không áp dụng (xem chú thích 1)	Không áp dụng (xem chú thích 1)	5,0 đến 7,5	Điều 6.1
2. Độ dẫn nhiệt ở 25 ⁰ C tính bằng mS/m, không lớn hơn	0,01 (xem chú thích 2)	0,1 (xem chú thích 2)	0,5	Điều 6.2
3. Chất lượng oxy hóa. Hàm lượng oxy (O) tính bằng mg/l không lớn hơn...	Không áp dụng (xem chú thích 3)	0,08	0,4	Điều 6.3
4. Độ hấp thụ ở 254nm và chiều dày 1cm, tính bằng đơn vị hấp thụ, không lớn hơn...	0,001	0,01	Không quy định	Điều 6.4
5. Hàm lượng cặn sau khi bay hơi ở 110 ⁰ C tính bằng mg/kg, không lớn hơn...	Không áp dụng (xem chú thích 3)	1	2	Điều 6.5
6. Hàm lượng silic dioxit (SiO ₂) tính bằng mg/l, không lớn hơn...	0,01	0,02	Không quy định	Điều 6.6

Chú thích:

- 1) Do những khó khăn trong việc giá trị pH của nước tinh khiết cao và giá trị đo được không chắc chắn, nên không quy định giới hạn pH của nước loại 1 và loại 2.
- 2) Giá trị độ dẫn điện của nước loại 1 và loại 2 ứng với nước vừa điều chế xong; trong bảo quản nước có thể bị nhiễm bẩn bởi cacbon trong khí quyển và chất kiềm của bao bì thủy tinh tan vào nước, dẫn tới những thay đổi độ dẫn điện.
- 3) Không quy định giới hạn chất oxy hóa được về cặn sau khi bay hơi của nước loại 1 vì khó có phép thử phù hợp ở mức tinh khiết này. Tuy nhiên, chất lượng của nước được bảo đảm do sự phù hợp với các yêu cầu khác và do phương pháp điều chế.

4. Lấy mẫu

Lấy từ lô nước lớn một mẫu nước đại diện không ít hơn 21 để kiểm tra theo quy định này.

Chú thích. Mẫu này được dùng để kiểm tra độ dẫn điện của nước loại 1 và loại 2 (xem 6.2.2).

Mẫu phải để trong một bình chứa thích hợp, sạch sẽ, kín chi dành riêng để đựng mẫu nước, có kích thước sao cho mẫu chưa đầy hoàn toàn. Phải giữ gìn cẩn thận để tránh mọi nguy cơ nhiễm bẩn mẫu.

Có thể dùng các bình chứa đã giử hóa (có nghĩa là bình chưa được luộc sôi ít nhất 2h trong dung dịch axit clohydric c(HCl) = 1mol/l; sau đó hai lần mỗi lần 1h trong nước cất; làm bằng thủy tinh bo-silicat cũng như các bình chất dẻo trơ thích hợp. (Ví dụ polietilen polypropylen) nhưng chủ yếu phải đảm bảo mẫu không bị ảnh hưởng do bảo quản, đặc biệt là đối với chất oxy hóa và hấp thụ.

4. Bảo quản

Trong bảo quản, nước có thể bị nhiễm bẩn do hoà tan những thành phần dễ tan của bình chứa bằng thủy tinh hay chất dẻo hoặc do hấp thụ cacbon dioxit và các tạp chất khác của khí quyển trong phòng thí nghiệm. Vì lý do trên, không nên bảo quản nước loại 1 và loại 2: nước sau khi

điều chế được dùng ngay như quy định 2: nước sau khi điều chế được dùng ngay như quy định. Tuy nhiên, nước loại 2 có thể được điều chế với lượng vừa phải và bảo quản trong các bình chứa thích hợp, trơ, sạch, kín, đầy và đã được tráng bằng nước cùng loại.

Việc bảo quản nước loại 3 không phức tạp, nhưng các bình chứa và điều kiện bảo quản phải giống như việc bảo quản nước loại 2.

Bình chứa để bảo quản chỉ nên dành riêng cho một loại nước.

6. Phương pháp thử

Các phép xác định quy định trong mục này phải được tiến hành trong một khí quyển không có bụi, sạch và phải có những biện pháp thận trọng thích hợp để ngăn ngừa mọi nhiễm bẩn mẫu và các phần mẫu thử.

6.1. Đo pH

6.1.1. Thiết bị

Thiết bị thông thường trong phòng thí nghiệm và pH mét, có trang bị một điện cực thủy tinh và một điện cực so sánh Ag.AgCl.

6.1.2. Cách tiến hành

Chuẩn hóa pH mét (6.1.1) theo hướng dẫn của người sản xuất, dùng các dung dịch đệm có giá trị pH từ 4,0 đến 8,0. Chuyển mẫu thí nghiệm vào cốc và điều chỉnh nhiệt độ của nước đến $25 \pm 1^\circ\text{C}$. Nhúng các điện cực và xác định pH.

6.2. Độ dẫn điện

6.2.1. Thiết bị

Thiết bị thông thường trong phòng thí nghiệm.

6.2.1.1. Bình nón, có một ống bảo hiểm chứa các hạt vôi-xút hệ chỉ thị.

6.2.1.2. Máy đo độ dẫn điện với bình đo dịch chuyển được, là loại bình đo độ dẫn điện trực tiếp có bộ chỉnh nhiệt độ tự động, để đo nước loại 1 và loại 2.

Chú thích - Nếu máy đo không có bộ chỉnh nhiệt độ phải lắp một bộ trao đổi nhiệt, có thể điều chỉnh nhiệt độ của nước thử nghiệm ở $25 \pm 1^\circ\text{C}$.

6.2.1.3. Máy đo độ dẫn điện để đo nước loại 3.

6.2.2. Cách tiến hành.

6.2.2.1. Nước loại 1 và loại 2

Dùng máy đo độ dẫn điện (6.2.1.2) được bộ chỉnh nhiệt độ ở $25 \pm 1^\circ\text{C}$ để đo độ dẫn điện.

6.2.2.2. Nước loại 3

Chuyển 400 ml mẫu vào bình (6.2.1.1) lắp ống bảo hiểm và điều chỉnh nhiệt độ của nước đến $25 \pm 1^\circ\text{C}$. Dùng máy đo độ dẫn điện (6.2.1.3) để đo độ dẫn điện theo hướng dẫn sử dụng của người sản xuất.

6.3. Thử giới hạn chất oxy hóa

Chú thích. Những giới hạn tương đương với chất oxy hóa biểu thị bằng miligam oxy (O) trên lít, là 0,08 và 0,4 đối với nước loại 1 và loại 3.

6.3.1. Thuốc thử

Dùng nước loại 2 để điều chế các dung dịch thuốc thử sau:

6.3.1.1. Axit sunfuric, dung dịch khoảng 1 mol/l

6.3.1.2. Kali pemanganat, dung dịch tiêu chuẩn,
 $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0,01 \text{ mol/l}$

6.3.2. Cách tiến hành.

6.3.2.1. Mẫu thử

1000 ml nước loại 2 hoặc 200 ml nước loại 3

6.3.2.2. Thử

Cho 10 ml dung dịch axit sunfuric (6.3.1.1) và 1,0ml dung dịch kali pemanganat tiêu chuẩn (6.3.1.2) và mẫu thử (6.3.2.1), đun sôi trong 5 phút. Kiểm tra xem màu của hỗn hợp không bị biến đổi hoàn toàn.

6.4. Đo độ hấp thụ

6.4.1. Thiết bị

Thiết bị, dụng cụ trong phòng thí nghiệm thông thường

6.4.1.1. Quang phổ kế, có bộ chọn lọc biến đổi liên tục hoặc.

6.4.1.2. Quang phổ kế, có bộ chọn lọc biến đổi không liên tục, có trang bị các kính lọc đảm bảo độ truyền tối đa ở miền lân cận 254 nm.

6.4.1.3. Cuvet làm bằng cùng vật liệu silic dioxit chiều dày 1cm và 2cm.

Chú thích - Nếu quang phổ kế không đủ nhạy, có thể tăng cường độ nhạy bằng các cuvet dày hơn.

6.4.2. Cách tiến hành

Đổ đầy mẫu vào cuvet 2cm (6.4.1.3) đo độ hấp thụ bằng quang phổ kế (6.4.1.1) ở độ dài sóng khoảng 254 nm bằng quang phổ kế (6.4.1.2) có các kính lọc thích hợp, sau đó điều chỉnh độ hấp thụ về không (0) đối với cùng mẫu nước có trong cuvet 1cm.

6.5. Xác định cặn sau khi bốc hơi khi đun nóng ở 110°C

6.5.1. Thiết bị

Thiết bị của phòng thí nghiệm thông thường

6.5.1.1. Bình bay hơi quay, dung tích khoảng 250 ml.

6.5.1.2. Bể hơi nước.

6.5.1.3. Đĩa bằng bạch kim, silic dioxit hoặc thủy tinh bosilicat, có dung tích 100ml.

6.5.1.4. Tủ sấy có thể đạt $110 \pm 2^\circ\text{C}$.

6.5.2. Mẫu thử

Chuyển 1000 ml mẫu thí nghiệm vào một ống có nút

6.5.2.1. Xác định

Cho 100 ml mẫu thử vào bình bay hơi quay sạch và khô (6.5.1.1) và chùng cất ở bể hơi nước (6.5.1.2) dưới áp suất giảm. Khi nước bốc hơi, thêm liên tục mẫu thử cho đến khi toàn bộ mẫu thử bay hơn đến khoảng 50 ml.

Đĩa (6.5.1.3) sấy trước 2h trong tủ sấy ở $110 \pm 2^\circ\text{C}$, để nguội trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,0001g. Chuyển định lượng cặn vào đĩa với 2 lần nước mẫu, mỗi lần khoảng 5ml. Bốc hơi cặn cho đến khô trong bể hơi nước. Chuyển đĩa và cặn từ bể hơi nước vào tủ sấy đã đạt $110 \pm 2^\circ\text{C}$ và sấy khoảng 2h. Lấy đĩa ra khỏi lò, để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân chính xác đến 0,0001 g. Sấy lại, làm nguội và cân đến khi hiệu số giữa hai lần cân kế tiếp nhau không vượt quá 0,0002 g.

6.5.3. Biểu thị kết quả

Cặn sau khi bay hơi và đun nóng ở 110°C , biểu thị bằng miligam trên kilogam, vẽ số bằng với khối lượng, biểu thị bằng miligam cặn của làm không đến khối lượng không đổi.

6.6. Thử giới hạn về silic dioxit phản ứng.

Chú thích. Giới hạn tương đương với hàm lượng silic dioxit biểu thị bằng miligam SiO_2 trên lít, là 0,01 và 0,02 cho nước loại 1 và loại 2 tương ứng.

6.6.1. Thuốc thử

6.6.1.1. Silicdioxit, dung dịch chuẩn 1 (dung dịch đặc).

Cân 1 g silic dioxit tinh khiết nghiền mịn (99,9% SiO_2) đã sấy khô ở 110°C chính xác đến 0,0001 g cho vào đĩa bạch kim (6.5.2.3). Thêm 4,5 g natri cacbonat (Na_2CO_3 khan) và trộn cẩn thận mẫu bằng một đĩa thủy tinh khô, đầu tròn. Rải hỗn hợp vào giữa đĩa và san bằng sao cho mẫu chiếm một chỗ khoảng 300 mm đường kính. Phủ hỗn hợp bằng 0,5 g natri cacbonat, sau đó nhẹ nhàng quét những phần còn dính trên đĩa thủy tinh cho vào đĩa.

Đậy đĩa bằng một nắp bạch kim và đặt vào lò nung (6.6.2.3) ở $300 \pm 400^\circ\text{C}$. Nung nóng hỗn hợp, từ từ đưa nhiệt độ lên trong khoảng 10 phút hoặc cho đến khi nóng chảy hoàn toàn. Lấy đĩa ra khỏi lò và nhẹ nhàng lắc tròn để thu gọn khối lượng nóng chảy. Để nguội, rửa chất nóng chảy dính ở mặt dưới của nắp bằng nước nóng, thu vào chén; sau đó hoà tan khối nóng chảy bằng nước nóng, để nguội, chuyển dịch dung dịch vào một bình định mức dung tích 1000 ml, pha loãng đến vạch và lắc kỹ.

Chuyển dung dịch vào bình chất dẻo để bảo quản 1ml dung dịch chuẩn này chứa 1mg SiO_2 .

6.6.1.2. Silic dioxit dung dịch chuẩn II (dung dịch loãng).

Chuyển 5,0 ml dung dịch chuẩn silic dioxit (6.6.1.1) vào một bình định mức dung tích 1000 ml, pha loãng đến vạch và lắc kỹ.

1ml dung dịch chuẩn này chứa 0,005 mg SiO_2 – Khi nào dùng mới pha dung dịch này.

6.6.1.3. Amoni molip đặt trong một hỗn hợp 80ml nước và 20ml dung dịch axit sunfuric (6.6.1.5), không đun nóng. Bảo quản trong bình chất dẻo.

6.6.1.4. 4-metyl amino phenol sunfat (Metol) dung dịch chỉ thị.

Hoà tan 0,2 g metol và 20 g kali disunfit (kali metabisunfit) trong 100 ml nước, không đun nóng, bảo quản trong chai chất dẻo.

Loại bỏ dung dịch sau 4 tuần hoặc khi bắt đầu có dấu hiệu phân hủy.

6.6.1.5. Axit sunfuric, c(H_2SO_4) khoảng 2,5 mol/l – sunfuric, d = 1,84 g/ml vào nước vừa đủ để có 1000 ml dung dịch. Bảo quản trong bình chất dẻo.

6.6.1.6. Axit oxalic, dung dịch 50 g/l.

6.6.2. Thiết bị

Thiết bị của phòng thí nghiệm thông thường và

6.6.2.1. Đĩa bằng bạch kim, có dung tích khoảng 250 ml

6.6.2.2. Các ống Netsle giống nhau, dung tích 50 ml

6.6.2.3. Lò nung có thể đạt $300 \pm 400^\circ\text{C}$.

6.6.2.4. Bếp cách thủy, có thể đạt khoảng 60°C .

6.6.3. Cách tiến hành

6.6.3.1. Mẫu thử

Lấy 520 ml nước loại 1 hoặc 270 ml nước loại 2.

6.6.3.2. Thử

Cho bốc hơi mẫu thử (6.6.3.1) trong đĩa (6.6.2.1) liên tiếp từng ít một để có được một thể tích nước cuối cùng là 20 ml. Thêm vào 1 ml dung dịch amoni molipdat (6.6.1.3). Sau đúng 5 phút, cho thêm 1ml dung dịch axit oxalic (6.6.1.6) và trộn kỹ. sau 1 phút, thêm vào 1ml dung dịch metol (6.6.1.4) và đun nóng trong 1 phút trên bếp cách thủy (6.6.2.4), giữ ở khoảng 60°C . Chuyển dung dịch vào một trong các ống Netsle (6.6.2.2).

Chuẩn bị một dung dịch mẫu chuẩn theo cùng cách tiến hành nhưng dùng một hỗn hợp 19,0 ml mẫu và 1,0 ml dung dịch chuẩn silic dioxit (6.6.1.2) thay cho 20ml có được do làm bốc hơi mẫu thử (6.6.3.1). Chuyển dung dịch vào một ống Nesle khác (6.6.2.2).

Nhìn thẳng từ trên xuống, kiểm tra để cường độ màu xanh tạo nên trong dung dịch thử không vượt quá cường độ màu tạo nên trong dung dịch chuẩn.

7. Biên bản thử nghiệm

Mỗi biên bản phải bao gồm các đặc trưng sau đây:

- a) Ký hiệu mẫu.
- b) Chỉ dẫn phương pháp đã sử dụng;
- c) Kết quả và phương pháp biểu thị đã sử dụng
- d) Bất kỳ nét đặc biệt bất thường nào nhận xét được trong quá trình xác định
- e) Bất kỳ thao tác nào không có trong tiêu chuẩn này hoặc được coi như là tùy ý áp dụng.