

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

**TCVN 6216 : 1996
(ISO 6439 : 1990)**

**CHẤT LƯỢNG NƯỚC - XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ PHENOL -
PHƯƠNG PHÁP TRẮC PHỔ
DÙNG 4 - AMINOANTIPYRIN SAU KHI CHỨNG CẤT**

*Water quality - Determination of phenol index -
4-aminoantipyrin spectrometric methods after distillation*

HÀ NỘI - 1996

Lời nói đầu

TCVN 6216 : 1996 hoàn toàn tương đương với ISO 6439 : 1990.

TCVN 6216 : 1996 do Tiểu 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 chỉ số phenol - phương pháp trắc phổ dùng 4 - aminoantipyrin sau khi chưng cất

Water quality - Determination of phenol index - 4-aminoantipyrin spectrometric methods after distillation

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định những phương pháp dùng để xác định chỉ số phenol (3.2) trong nước uống, nước mặt và nước thải.

Sau khi chưng cất sơ bộ, mẫu được phân tích theo một trong hai phương pháp sau:

Phương pháp A (đo mẫu trực tiếp): phương pháp này cho phép xác định chỉ số phenol lớn hơn 0,1 mg/l trong pha nước (không chiết bằng clorofom), dùng phenol làm chất chuẩn.

Phương pháp B (chiết bằng clorofom): phương pháp này cho phép xác định chỉ số phenol khoảng từ 0,002 mg/l đến khoảng 0,10 mg/l nhờ cách chiết và làm giàu hợp chất màu vào clorofom, dùng phenol làm chất chuẩn.

Chú thích

- 1) Giới hạn phát hiện của cả hai phương pháp chưa đủ để đáp ứng giới hạn quy định trong Quy định (Directive) 80/778/EEC về nước uống.
- 2) Theo kết quả thử liên phóng thí nghiệm ở Đức, dùng phương pháp tương tự phương pháp B, giới hạn phát hiện dưới chỉ là 0,01 mg/l.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

Tiêu chuẩn này được áp dụng cùng các tiêu chuẩn sau:

ISO 5667-1: 1908: Chất lượng nước - Lấy mẫu - Phần 1: Hướng dẫn lập chương trình lấy mẫu.

TCVN 5992 : 1996 (ISO 5667 : 1982) Chất lượng nước - Lấy mẫu - Phần 2: Hướng dẫn kỹ thuật lấy mẫu.

TCVN 6216 : 1996

TCVN 5993 : 1996 (ISO 5667-3:1985) Chất lượng nước - Lấy mẫu - Phần 3: Hướng dẫn bảo quản và xử lý mẫu.

3 Định nghĩa

Tiêu chuẩn này sử dụng những định nghĩa sau:

3.1 Các hợp chất phenol: Các dẫn xuất hydroxyl của benzen và đồng đẳng.

3.2 Chỉ số phenol: cố chỉ nồng độ, tính bằng miligam phenol trong một lít, của các hợp chất phenol dựa trên mức độ tạo màu của chúng với 4-aminoantipyrin theo phương pháp đã quy định.

4 Phương pháp A - Phương pháp đo màu trực tiếp

4.1 Nguyên tắc

Tách các hợp chất phenol khỏi tạp chất và chất bảo quản mẫu bằng chưng cất. Vì tốc độ bay hơi của các hợp chất phenol chậm nên thể tích phân cất phải bằng thể tích mẫu đem chưng cất.

Cho các hợp chất phenol chưng cất được phản ứng với 4-aminoantipyrin ở pH $10,0 \pm 0,2$ khi có mặt kali hexaxyanoferrat (III) để tạo phẩm màu antipyrin.

Đo độ hấp thụ của phẩm màu ở 510 nm. Chỉ số phenol được tính bằng miligam phenol (C_6H_5OH) trong lít.

Lượng tối thiểu phát hiện được tương đương với 0,01 mg phenol khi thể tích phần cất là 100 ml và dùng cuvet 50 nm.

4.2 Thuốc thử

Trong phân tích, chỉ dùng các thuốc thử tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước tinh khiết tương đương.

4.2.1 4-aminoantipyrin, dung dịch 20 g/l

Hoàn tan 2,0 g 4-aminoantipyrin ($C_{11}H_{13}N_2O$) vào nước và định mức đến 100 ml.

Chuẩn bị pha thuốc thử này ngay trước khi dùng.

Nếu thấy xuất hiện kết tủa màu đỏ thì phải loại bỏ dung dịch.

4.2.2 Amoni clorua dung dịch 20 g/l

Hoà tan 20 g amoni clorua (NH_4Cl) trong nước và định mức đến 1000 ml.

4.2.3 Amoni hidroxit, = 0,90 g/ml

4.2.4 Kali natri tatrát, dung dịch đệm; pH = 10

Hoà tan 34 g amoni clorua (NH_4Cl) và 200 g kali natri tatrát ($\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6$) trong 700 ml nước. Thêm 150 ml amoni hidroxit (4.2.3) rồi thêm nước đến 1000 ml.

4.2.5 Đồng (II) sunfat, ngậm năm nước ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).

4.2.6 Đồng (III) sunfat, dung dịch 100 ml.

Hoà tan 190 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (4.2.5) trong nước và định mức đến 1000ml.

4.2.7 axit clohidric, = 1,19 g/ml.

4.2.8 Metyl da cam, chất chỉ thị

Hoà tan 0,5 g metyl da cam trong nước và định mức đến 1000 ml.

4.2.9 Phenol, dung dịch gốc 1,00 g/l

Chú ý - Không được để phenol chảy vào hoặc tiếp xúc với da

Hoà tan 1,00 g phenol vào nước (vừa đun sôi để nguội) trong bình định mức 1000 ml và định mức bằng chính nước đó.

Dung dịch này bền trong một tuần.

Đặc biệt chú ý: Không được để phenol chảy hoặc đổi màu. Có thể kiểm tra nồng độ dung dịch phenol bằng phương pháp chuẩn độ nêu trong phụ lục A.

4.2.10 Phenol, dung dịch chuẩn 0,01 g/l

Chuẩn bị pha loãng 10,0 ml dung dịch gốc phenol (4.2.9) thành 1000 ml bằng nước (vừa đun sôi để nguội) trong bình định mức dung tích 1000 ml.

1 ml dung dịch chuẩn này chứa 0,01 mg $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$.

Chuẩn bị pha dung dịch để dùng trong ngày.

4.2.11 Phát hiện, dung dịch chuẩn 0,001 g/l

TCVN 6216 : 1996

Pha loãng 50 ml dung dịch chuẩn phenol (4.2.10) thành 500 ml bằng nước (vừa đun sôi để nguội) trong bình định mức 500 ml.

1 ml dung dịch chuẩn này chứa 0,001 mg phenol C_6H_5OH .

Chuẩn bị pha dung dịch này chỉ để dùng trong vòng 2 giờ.

4.2.12 Axit photphoric, = 1,70 g/ml.

4.2.13 Axit photphoric, dung dịch 1:9

Trộn 1 thể tích Axit photphoric (4.2.12) với 9 thể tích nước.

4.2.14 Kali hexaxyanoferrat(III), dung dịch 80 g/l

Hoà tan 8,0 g kali hexaxynoferrat (III) ($K_3[Fe(CN)_6]$) trong nước và định mức đến 100 ml. Có thể lọc nếu cần.

Chuẩn bị pha dung dịch này để dùng trong 1 tuần.

4.2.15 Natri sunfat khan, Na_2SO_4 , dạng hạt.

4.2.16 Những thuốc thử dùng khi phần cất bị đục

4.2.16.1 Axit sunfuric, dung dịch 0,5 mol/l.

4.2.16.2 Natri clorua

4.2.16.3 Natri hidroxit, dung dịch 2,5 mol/l

Hoà tan 10 g natri hidroxit NaOH trong 100 ml nước.

4.2.16.4 Clorofom

Cảnh báo - clorofom rất độc và có thể là chất gây ung thư. Tránh hít phải hơi clorofom, không để tiếp xúc với da và mắt.

4.3 Thiết bị, dụng cụ

4.3.1 Máy chưng cất, toàn bộ bằng thuỷ tinh, bình cất dung dịch 1 lít có sinh hành (Graham) hoặc tương đương.

4.3.2 Máy đo pH (PH-met), có các điện cực thích hợp.

4.3.3 Máy trắc phổ, có bộ chọn độ dài sóng gián đoạn hoặc liên tục, thích hợp đo ở 510 nm, với các cuvét 10 mm đến 100 mm. Kích thước cuvét đem dùng phụ thuộc vào độ hấp thụ của dung dịch màu và vào đặc tính của máy. Nói chung, nếu độ hấp thụ đo được lớn hơn 1,0 thì cần dùng cuvét nhỏ hơn.

4.4 Lấy và xử lý mẫu

Lấy mẫu các loại nước khác nhau được tiến hành theo ISO 5667-1, TCVN 5992:1995 (ISO 5667-2) và TCVN 5993:1995 (ISO 5667-3) và kèm theo những lưu ý nêu dưới đây. Mẫu được lấy vào bình thuỷ tinh.

Các hợp chất phenol trong nước dễ bị oxi hoá hoá học cũng như sinh hoá. Do đó, trừ khi mẫu được phân tích trong vòng 4 h kể từ khi lấy, cần phải bảo quản mẫu theo cách sau:

- a) Axit hoá mẫu bằng axit photphoric (4.2.13) đến pH khoảng 4. Dùng metyl da cam (4.2.8) hoặc máy đo pH (4.3.2) làm chỉ thị để kiểm tra pH.
- b) ức chế sự oxi hoá sinh hoá các hợp chất phenol trong mẫu bằng cách thêm 1,0 g đồng (II) sunfat (4.2.5) vào 1 lít mẫu.
- c) giữ mẫu ở nơi lạnh (5°C đến 10°C), và phải phân tích trong vòng 24 h kể từ khi lấy.

4.5 Chung cất

Việc dùng đồng (II) sunfat như mô tả ở 4.5.1 khi chung cất mẫu đã axit hoá nhằm tạo đồng (II) sunfua mà không tạo ra hidrosunfua. Axit hoá dung dịch là để tránh tạo tủa đồng (II) hidroxit, là chất có khả năng axit hoá các hợp chất phenol.

4.5.1 Lấy 500 ml mẫu vào cốc. Nếu mẫu không được bảo quản đồng (II) sunfat (4.4.2 b) thì thêm 5 ml dung dịch đồng (II) sunfat (4.2.6) và điều chỉnh pH dung dịch đến giữa 1 và 2 bằng axit photphoric (4.2.13). Chuyển hỗn hợp vào bộ cất (4.3.1). Dùng một ống đong dung tích 500 ml có chia độ làm bình hứng.

Chú thích - Có thể chung cất một lượng mẫu nhỏ hơn.

4.5.2 Nếu phần cất bị đục thì có thể cất lại lần thứ hai. Axit hoá phần cần bị đục bằng axit photphoric (4.2.13), thêm 5 ml dung dịch đồng (II) sunfat (4.2.6) và cất lại như đã nêu ở 4.5.1. Thông thường phần cất thu được khi cất lần thứ hai sẽ hết đục. Tuy nhiên, nếu phần cất lần thứ hai vẫn bị đục thì phải tiến hành chiết ở một phần mẫu khác như trình bày ở 4.5.3.

4.5.3 Chiết càng nhanh càng tốt phần 500 ml mẫu như sau:

TCVN 6216 : 1996

Thêm 4 giọt metyl da cam (4.2.8) và đủ axit sunfuric (4.2.16.1) để dung dịch có môi trường axit. Chuyển vào phễu chiết thêm 150 g natri clorua NaCl (4.2.16.2). Lắc với năm phần clorofom, phần đầu 40 ml, bốn phần sau mỗi phần 25 ml. Tách lấy lớp clorofom sau mỗi lần chiết và gộp chung vào một phễu chiết thứ hai. Lắc với ba phần dung dịch natri hidroxit NaOH (4.2.16.3), phần đầu 4,0 ml, mỗi phần sau 3,0 ml. Tách và gộp dung dịch kiềm rồi đun trên bếp cách thủy để đuổi hết clorofom. Làm nguội và pha loãng thành 500 ml bằng nước. Sau đó tiến hành chưng cất như đã nêu ở 4.5.1.

Chú thích - Trong một số trường hợp, khi nước thải có hàm lượng các hợp chất phenol cao, dung dịch bị nóng lên khi chiết.

4.6 Cách tiến hành

4.6.1 Phần thử mẫu

Lấy 100 ml phần cặn, hoặc một thể tích chứa không quá 0,5 mg phenol rồi pha loãng thành 100 ml, cho vào cốc dung tích 250 ml. Nếu biết trước lượng phenol trong mẫu lớn hơn 0,5 mg. dùng ước số nhỏ hơn. Nếu thử sơ bộ trước để quyết định thể tích phần mẫu cần lấy. Trong thực tế, phần mẫu thử nhỏ nhất chứa không quá 0,5 ml phenol thường là 10 ml. Phần cặn và mọi dung dịch sử dụng đều cần ở nhiệt độ phòng.

4.6.2 Thử trắng

Tiến hành thử trắng đồng thời khi xác định, thay phần mẫu thử bằng 100 ml nước.

4.6.3 Xây dựng đường chuẩn

4.6.3.1 Chuẩn bị dãy dung dịch hiệu chuẩn

Chuẩn bị pha một dãy dung dịch hiệu chuẩn trong các bình định mức dung tích 500 ml, chứa 0 ml; 25ml; 50 ml; 100 ml; 150 ml; 200 ml; và 250 ml dung dịch chuẩn phenol (4.2.10). Thêm nước đến vạch mức. Mọi dung dịch sử dụng đều phải ở nhiệt độ phòng. Xử lý dung dịch chuẩn theo 4.5.1.

4.6.3.2 Tạo hợp chất màu

Tạo hợp chất màu cho dãy dung dịch hiệu chuẩn theo như 4.6.4.

4.6.3.3. Đo

Sau 15 min, chuyển dung dịch đo vào cuvet và đo độ hấp thụ của từng dung dịch hiệu chuẩn ở 510 nm, dùng nước làm dung dịch so sánh.

4.6.3.4 Vẽ đường chuẩn

Vẽ đường biểu diễn độ hấp thụ theo lượng phát hiện, tính bằng miligam.

4.6.4 Xác định

Thêm 5 ml dung dịch đệm (4.2.4) hoặc 5 ml dung dịch amoni clorua (4.2.2) vào phần mẫu thử (4.6.1), điều chỉnh pH đến $10 \pm 0,2$ bằng amoni hidroxit (4.2.3). Thêm 2,0 ml dung dịch 4-aminoantipyrin (4.2.1) và lắc trộn ngay và sau đó thêm 2,0 ml dung dịch kali hexaxyanoferrat (III) (4.2.14) và cũng lắc trộn ngay.

Sau 15 min, đo độ hấp thụ dung dịch (xem (4.3.3) ở độ dài sóng hấp thụ cực đại (khoảng 510 nm), dùng nước làm dung dịch so sánh. Dựa vào đường chuẩn (4.6.3.4) xác định lượng phenol (bằng miligam) tương đương với các hợp chất phenol có trong phần mẫu thử, chú ý hiệu chỉnh mẫu trắng (4.6.2).

4.7 Biểu thị kết quả

Chỉ số kết quả, tính bằng miligam trên lít, được tính theo công thức:

$$\frac{m}{V_0} \times 1000$$

trong đó

m là khối lượng phenol, tương đương với các hợp chất phenol trong phần mẫu thử, tính bằng miligam.

V_0 là thể tích của phần mẫu thử, tính bằng mililit.

4.8 Các yếu tố cản trở

Các yếu tố cản trở thường gặp trong nước là các vi khuẩn có khả năng oxi hoá hoặc khử các hợp chất phenol và môi trường kiềm mạnh. Sự phá huỷ sinh học có thể được loại trừ bằng cách thêm đồng (II) sunfat [4.4b] vào mẫu. Axit hoá dung dịch bằng axit photphoric [4.4.a] bảo đảm sự tồn tại của ion đồng (II) và loại trừ được mọi biến đổi gây ra do môi trường kiềm mạnh. Mọi biện pháp xử lý trước phân tích nhằm loại bỏ các chất cản trở đều có thể gây mất một số hợp chất phenol.

Bởi vậy, một số nước thải bị ô nhiễm nặng có thể đòi hỏi những kỹ thuật đặc biệt để loại trừ các chất cản trở và giữ nguyên được các hợp chất phenol.

TCVN 6216 : 1996

Một vài phương pháp loại trừ một số chất cản trở được đề nghị sau đây.

4.8.1 Các tác nhân oxi hoá

Nếu mẫu có mùi clo, hoặc giải phóng iot I_2 , khi thêm kali iodua KI và axit thì những tác nhân oxi hoá như vậy có thể loại ngay sau khi lấy mẫu.

Sau khi lấy mẫu, thêm ngay axit atcobic để phá huỷ mọi chất oxi hoá. Axit atcobic dư không gây cản trở vì nó sẽ bị loại trong giai đoạn chưng cất.

4.8.2 Dầu và hắc ín

Nếu có dầu và hắc ín trong mẫu thì một số hợp chất phenol có thể bị hoà tan trong chúng. Chiết kiểm và không dùng đồng (II) sunfat cho phép loại dầu và hắc ín. Điều chỉnh pH đến giữa 12 và 12,5 bằng natri hidroxit NaOH (4.2.16.3) để các hợp chất phenol không bị chiết. Chiết bằng cacbon tetraclorea CCl_4 , càng sớm càng tốt. Đuổi sạch cacbon tetraclorea CCl_4 còn lẫn trong pha nước, có thể bằng cách đun nhẹ, sau đó điều chỉnh pH đến 4,0 (Xem 4.4).

4.8.3 Các hợp chất sunfua

Các hợp chất có khả năng giải phóng hidro sunfua H_2S khi axit hoá đều gây cản trở khi xác định chỉ số phenol. Xử lý mẫu đã axit hoá bằng đồng (II) sunfat thường loại được cản trở này. Thêm đủ dung dịch đồng (II) sunfat (4.2.6) đến khi mẫu có màu xanh sáng hoặc đến khi ngừng kết tủa đồng (II) sunfua, sau đó axit hoá mẫu bằng axit photphoric (4.2.12) theo metyl da cam (4.2.8).

4.8.4 Các tác nhân khử

Khi có các tác nhân khử thì thêm dư kali hexexyoferat (III).

4.8.5 Các amin

Trong các điều kiện phản ứng đã nêu, một vài amin cũng bị xác định giống như các phenol và gây ra kết quả quá cao, ảnh hưởng cản trở này có thể được loại bớt bằng cách chưng cất ở pH < 0,5.

5 Phương pháp B - Phương pháp chiết bằng clorofom

5.1 Nguyên tắc

Tách các chất phenol khỏi tạp chất và chất bảo quản mẫu bằng chưng cất. Vì tốc độ bay hơi của các hợp chất phenol chậm nên có thể tích phần cất phải bằng thể tích mẫu đem chưng cất.

Cho các hợp chất phenol chung cất được phản ứng với 4-aminoantipyrin ở pH $10,0 \pm 0,2$ khi có mặt kali hexexanoferat (III) để tạo phẩm màu antityrin.

Chiết phẩm màu này bằng clorofom, rồi đo độ hấp thụ ở 450 nm. Chỉ số phenol được biểu thị bằng miligam phenol trong lít.

Lượng tối thiểu phát hiện được tương đương với 0,005 mg phenol khi chiết phần mẫu thử bằng 25 ml clorofom và được đo trong cuvet 50 mm, hoặc khi được chiết bằng 50 ml clorofom và đo trong cuvet 100 mm. Chỉ số phenol tối thiểu xác định được là 0,002 mg/l trong 500 ml phần cất.

5.2 Thuốc thử

Xem 4.2.

5.3 Thiết bị, dụng cụ

Xem 4.3 và bổ sung thêm những thứ sau:

5.3.1. Máy trắc phổ, như mục 4.3.3, nhưng có khả năng đo ở 460 nm.

5.3.2 Phễu lọc Buchner, có màng thuỷ tinh thô hoặc bộ lọc tách pha.

5.4 Lấy và xử lý mẫu

Xem 4.4

5.5 Cách tiến hành

5.5.1 Phần mẫu thử

Lấy 500 ml phần cất, hoặc một thể tích nhỏ hơn và chứa không quá 0,05 phenol rồi pha loãng thành 500 ml, vào cốc 1 lít. Nên thử sơ bộ trước để quyết định thể tích phần mẫu cần lấy. Trong thực tế, phần mẫu thử nhỏ nhất chứa không quá 0,05 mg phenol thường là 50 ml. Phần cất và mọi dung dịch sử dụng đều phải ở nhiệt độ phòng.

5.5.2 Thử trắng

Tiến hành thử trắng đồng thời khi xác định, thay phần mẫu thử bằng 500 ml nước.

5.5.3 Xây dựng đường chuẩn

5.5.3.1 Chuẩn bị dãy dung dịch hiệu chuẩn

TCVN 6216 : 1996

Chuẩn bị pha dây dung dịch hiệu chuẩn trong 9 bình định mức 100 ml, chứa 0 ml; 1 ml; 2 ml; 5 ml; 10 ml; 20 ml; 30 ml; 40 ml; và 50 ml dung dịch hiệu chuẩn phenol (4.2.11). Định mức bằng nước. Mọi dung dịch sử dụng đều phải ở nhiệt độ phòng. Dây hiệu chuẩn sẽ được xử lý theo điều 4.5.1.

5.5.3.2 Tạo hợp chất hấp thụ

Tạo hợp chất hấp thụ cho dây dung dịch hiệu chuẩn theo các mô tả ở điều 5.5.4.

5.5.3.3 Đo

Đo độ hấp thụ của từng dung dịch hiệu chuẩn ở 460 nm, dùng clorofom làm dung dịch so sánh.

5.5.3.4 Vẽ đường chuẩn

Vẽ đường biểu diễn độ hấp thụ theo khối lượng phenol tương ứng, tính bằng miligam.

5.5.4 Xác định

Thêm 20 ml dung dịch đệm (4.2.4 vào phần mẫu thử (5.5.1) và điều chỉnh pH đến $10 \pm 0,2$ bằng amoni hydroxit NH_4OH (4.2.3) nếu cần. Chuyển hỗn hợp sang phễu chiết cỡ 1 lít. Thêm 3,0 ml dung dịch 4-aminoantipyrin (4.2.1) và lắc ngay, sau đó thêm 3,0 ml dung dịch kali hexaxyanoferrat (III) (4.2.14) và lắc ngay. Để yên 15 min.

Thêm chính xác 25 ml clorofom (4.2.16.4) vào phễu chiết khoảng 1 min rồi để phân lớp.

Lọc phần chiết clorofom qua phễu Buchner (5.3.2) có chứa sẵn 5 g natri sunfat Na_2SO_4 (4.2.15), hoặc qua bộ lọc tách pha, hoặc một hệ thống khác có khả năng loại hết các vết nước. Mỗi phần chiết lọc qua một phễu riêng. Hứng phần lọc trực tiếp vào bình định mức dung tích 25 ml định mức đến vạch bằng clorofom. Dùng bình 50 ml nếu sẽ dùng cuvet 10 mm. Định mức bằng clorofom. Thao tác đo không được kéo dài quá 1 h.

Dùng clorofom để điều chỉnh độ hấp thụ O cho máy ở 640 nm. Đo độ hấp thụ của dung dịch trắng và các phần chiết mẫu ở cùng bước sóng đó. Dựa vào đường chuẩn (5.5.3.4) xác định lượng phenol, tính bằng miligam, tương đương với các hợp chất phenol trong phần mẫu thử, chú ý hiệu chỉnh mẫu trắng (5.5.2).

5.6 Biểu thị kết quả

Chỉ số phenol, tính bằng miligam trên lít, theo công thức:

$$m \times \frac{1000}{V_0}$$

trong đó

m là khối lượng phenol tương đương với các hợp chất phenol trong phần mẫu thử, tính bằng miligam;

V_0 là thể tích của phần mẫu thử, tính bằng mililit.

5.7 Các yếu tố cản trở

Xem mục 4.8

6. Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả có những thông tin sau:

- a) trích dẫn tiêu chuẩn này;
- b) mô tả đầy đủ về mẫu nước;
- c) chỉ số phenol biểu diễn bằng mg/l;
- d) phương pháp đã dùng;
- e) sự chuẩn bị phần mẫu thử;
- f) những bất thường ghi nhận được trong quá trình xác định;
- g) những điểm khác với quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc xem như tự chọn.

Phụ lục A

(Quy định)

KIỂM TRA NỒNG ĐỘ CỦA DUNG DỊCH GỐC PHENOL (4.2.9)

Lấy 100 ml nước vào bình nón có nút thủy tinh, dung tích 500 ml, thêm 50,0 ml dung dịch gốc phenol (4.2.9) và 10,0 ml dung dịch bromua-bromat 1/69 mol/l (pha từ các muối natri). Thêm ngay 5 ml axit clohidric HCl (4.2.7). Đậy bình và lắc đều hỗn hợp. Nếu màu nâu của brom tự do không bền thì lại thêm từng phần 10,0 ml dung dịch bromua-bromat cho đến khi màu bền. Thường phải thêm 4 lần 10 ml dung dịch bromua-bromat nếu dung dịch gốc phenol chứa 1000 mg phenol trong lít. Để yên bình đậy kính khoảng 10 min, sau đó thêm khoảng 1 g kali iodua KI.

Tiến hành làm mẫu trắng giống như trên, dùng nước và 10,0 ml dung dịch bromua-bromat 1/60 mol/l.

Chuẩn độ mẫu trắng và mẫu trắng dung dịch natri thiosunfat $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,0125 mol/l, dùng hồ tinh bột làm chỉ thị.

Nồng độ của dung dịch tính bằng phenol, miligam trên lít, theo công thức:

$$7,842 (V_1 - V_2 - V_3)$$

Trong đó

V_1 là thể tích dung dịch natri thiosunfat $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit;

V_2 là thể tích dung dịch bromua-bromat thêm vào mẫu thử, tính bằng mililit;

V_3 là thể tích dung dịch natri thiosunfat $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ tiêu tốn trong độ chuẩn mẫu, tính bằng mililit.
