

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

**TCVN 6185 : 1996
ISO 7887: 1985 (E)**

**CHẤT LƯỢNG NƯỚC-
KIỂM TRA VÀ XÁC ĐỊNH MÀU SẮC**

Water quality - Examination and determination of colour

HÀ NỘI - 1996

Lời nói đầu

TCVN 6185: 1996 hoàn toàn tương đương với ISO 7887: 1985 (E)

TCVN 6185: 1996 do Tiểu ban kỹ thuật nước tinh lọc TCVN/TC/F9/SC1 thuộc Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F9 Đồ uống 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- Kiểm tra và xác định màu sắc

Water quality - Examination and determination of colour

1. Phạm vi và lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định 3 phương pháp xác định màu sắc

Chương một : Quy định phương pháp kiểm tra màu sắc bằng cách quan sát nước trong chai. Phương pháp này chỉ cho thông tin ban đầu, thí dụ dùng cho công việc khảo sát. Chỉ có thể ghi được màu sắc bên ngoài;

Chương hai : Quy định phương pháp xác định màu sắc của mẫu nước bằng mắt thường và có thể áp dụng đối với nước thô, nước sinh hoạt và nước công nghiệp có độ màu thấp. Phương pháp này do chủ quan của người phân tích;

Chương ba : Quy định phương pháp xác định màu sắc của mẫu nước bằng thiết bị quang học và có thể áp dụng đối với nước thô, nước sinh hoạt và nước công nghiệp có độ màu thấp.

Các phương pháp này có thể dùng độc lập hoặc có thể dùng kết hợp.

Các mẫu nước có độ màu đậm trong một số trường hợp cần phải pha loãng trước khi kiểm tra và xác định.

Đối với các chất gây nhiễu , xem điều 14.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

Từ vựng ánh sáng quốc tế, ấn phẩm số 17 của CIE.

3. Định nghĩa

Đối với mục đích của tiêu chuẩn này áp dụng các định nghĩa đưa ra trong ấn phẩm số 17 của CIE, và các khái niệm sau:

TCVN 6185: 1996

3.1 Màu sắc của nước: Là đặc tính quang học của sự thay đổi thành phần quang phổ của ánh sáng trông thấy được truyền qua.

3.2 Màu sắc bên ngoài của nước: Màu sắc do các chất hoà tan và chất huyền phù không hoà tan; được xác định trong mẫu nước ban đầu chưa lọc hoặc ly tâm.

3.3 Màu sắc thật của nước: Màu sắc chỉ do các chất hoà tan, được xác định sau khi lọc mẫu nước qua màng lọc có kích thước lỗ 0,45 μ m.

3.4 Đơn vị chuẩn (của màu) mg/l : Màu sắc được tạo ra do dung dịch chứa 1mg platin trên 1 lít {{ dưới dạng hidro hexacloplatinat (IV)}, với sự có mặt của 2mg coban (II) clorua ngậm 6 phân tử nước trên 1 lít.

Chú thích - Thang thu được từ đơn vị chuẩn này đôi khi còn gọi là "thang Hazen", hoặc "thang Pt/Co"

CHƯƠNG MỘT: KIỂM TRA BAN ĐẦU

4. Thiết bị

Chai thủy tinh trong suốt và sạch, có dung tích 1 lít.

5. Lấy mẫu và mẫu thử

Tất cả các dụng cụ thủy tinh dùng để đựng mẫu phải rất sạch, bằng cách rửa với axit clohydric, hoặc với dung dịch làm sạch có hoạt tính bề mặt. Cuối cùng tráng bằng nước cất và để cho ráo nước.

Thu thập mẫu thử vào các chai thủy tinh có dung tích ít nhất là 1 lít¹⁾ và tiến hành kiểm tra màu càng sớm càng tốt ngay sau khi thu thập mẫu. Nếu buộc phải bảo quản thì phải để trong chỗ tối. Trong một số trường hợp cần thiết không được để mẫu thử tiếp xúc với không khí. Cũng nên tránh thay đổi nhiệt độ.

6. Cách tiến hành

Cho mẫu nước chưa lọc vào chai (điều 4) và kiểm tra cường độ màu và màu sắc của mẫu trong ánh sáng khuyếch tán trên phông trắng. Nếu mẫu có chứa chất huyền phù, nếu có thể thì nên làm lắng trước khi kiểm tra.

7. Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả gồm những thông tin sau:

- a) Tham khảo tiêu chuẩn này;
- b) Ghi phương pháp đã sử dụng;
- c) Cường độ màu (không màu, màu nhạt, hoặc màu sẫm);
- d) Ghi màu sắc, thí dụ màu nâu hơi vàng;
- e) Ghi độ trong của mẫu (trong, đục hoặc mờ đục).

CHƯƠNG HAI: PHƯƠNG PHÁP TRỰC QUAN

8. Nguyên tắc

Xác định cường độ màu nâu ánh vàng của mẫu bằng cách so sánh bằng mắt dựa vào một dãy các dung dịch so sánh hoặc với một dãy các kính chuẩn cố định.

Biểu thị màu sắc theo đơn vị mg/lít Pt (3.4) tương ứng với cường độ màu theo các dung dịch so sánh (9.3).

9. Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử thuộc loại tinh khiết phân tích trong suốt quá trình thử, trừ khi dùng loại khác thì phải nêu ra trong kết quả.

9.1 Nước tinh khiết dùng để phân tích quang

Ngâm một màng lọc có kích thước lỗ $0.1\mu\text{ m}$ (thuộc loại màng lọc dùng để nghiên cứu vi khuẩn) khoảng 1 giờ trong 100 ml nước cất hoặc nước đã khử ion. Lọc qua màng lọc này 250 ml nước cất hoặc nước đã khử ion và gạn bỏ nước này đi. Sau đó lọc hai lần một thể tích nước cất hoặc nước khử ion vừa đủ để pha các dung dịch chuẩn và để pha loãng khi cần.

9.2 Dung dịch so sánh màu gốc, tương ứng với 500 mg Pt trên lít.

Hoà tan $1.245\text{g} \pm 0.001\text{g}$ kali hexacloplatinat (IV) (K_2PtCl_6) và $1.000\text{g} \pm 0.001\text{g}$ coban (II) clorua ngậm 6 phân tử nước ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) trong 500ml nước (9.1). Thêm $100\text{ml} \pm 1\text{ml}$ axit clohidric tinh khiết để phân tích quang học ($\rho = 1.18\text{g/ml}$) trong bình định mức dung tích một lít và thêm nước đến vạch.

Bảo quản dung dịch này trong chai thủy tinh đầy nắp kín trong chỗ tối ở nhiệt độ thấp hơn 30°C .

Dung dịch này bền ít nhất là 6 tháng.

9.3 Các dung dịch so sánh màu.

Dùng pipet lấy 2.5; 5.0; 7.5; 10.0; 12.5; 15.0; 17.5; 20.0; 25.0; 30.0; và 35.0 ml dung dịch gốc (9.2) cho vào một dãy các bình định mức dung tích 250ml và thêm nước (9.1) cho tới vạch.

Các dung dịch chứa 5; 10; 15; 20; 25; 30; 35; 40; 50; 60 và 70mg Pt trên lít.

Bảo quản các dung dịch trong các chai đầy nút kín để trong chỗ tối ở nhiệt độ thấp hơn 30°C .

Các dung dịch bền trong một tháng.

10. Thiết bị

10.1 Các máy so màu (có bán trên thị trường).

Xem hướng dẫn thao tác của nhà sản xuất. Các cuvet dùng cho mẫu trắng, hoặc mẫu đối chiếu, được đổ đầy nước tinh khiết để phân tích quang học (9.1).

10.2 Các kính chuẩn cố định, có khoảng màu giống các màu chuẩn, theo đơn vị mg/l Pt (3.4), như các dung dịch so sánh (9.3).

Các chuẩn màu này được phép dùng với điều kiện là đã được kiểm tra trong các khoảng thời gian 3 tháng dựa vào các dung dịch so sánh (9.3) và các hiệu chuẩn lại nếu cần. Việc hiệu chuẩn các kính chuẩn chỉ có giá trị khi chúng được dùng với cỡ ống và loại thiết bị do nhà sản xuất quy định.

Các kính chuẩn được hiệu chuẩn lại theo các dung dịch so sánh, nếu dùng các ống không chuẩn dài hơn để so sánh.

10.3 Các ống so màu chuẩn, thí dụ như các ống Nessler, loại cao 50 ml, bằng thủy tinh quang học trong suốt, có đáy trong, hoặc ống quan sát đặc biệt.

Có thể dùng các ống không chuẩn rộng hơn.

10.4 Thiết bị lọc được gắn với màng lọc có kích thước lỗ 0.45 μ m.

11. Lấy mẫu và mẫu thử

Xem điều 5.

12. Cách tiến hành

Nếu mẫu thí nghiệm đục, thì lọc qua màng lọc có kích thước lỗ 0.45 μ m (10.4) trước khi tiến hành xác định màu sắc. (Xem chú thích).

Nếu trong mẫu thử có đất sét, hoặc chất huyền phù phân tán mịn, không thể thu được dịch lọc màu sáng, trong những trường hợp này chỉ có thể thu được màu sắc bên ngoài.

Nếu độ màu ≥ 70 mg/l Pt, thì pha loãng mẫu với một lượng xác định nước tinh khiết dùng để phân tích quang học (9.1) đến khi màu của mẫu thử nằm trong khoảng màu của các dung dịch so sánh hoặc các khoảng màu của kính chuẩn.

TCVN 6185: 1996

Độ pH của mẫu phải giữ nguyên khi pha loãng bởi vì quang phổ của các chất có trong nước phụ thuộc vào độ pH.

Rót các dung dịch so sánh (9.3) vào các ống so màu chuẩn cho tới vạch. Cũng rót đầy mẫu thử vào các ống so màu chuẩn khác cho tới vạch.

Đặt các ống quan sát trên mặt phẳng trắng theo một góc sao cho ánh sáng từ hướng bắc, hoặc ánh sáng từ buồng ánh sáng trắng phản xạ hướng qua các cột chất lỏng từ dưới lên.

Nhìn thẳng đứng từ trên xuống dưới qua các cột chất lỏng. Ghi cường độ màu của mẫu thử với cường độ màu của dung dịch so sánh có độ màu gần giống nhất.

Cách khác, đổ đầy mẫu thử vào ống của máy so màu (10.1) cho tới vạch và so sánh với các kính chuẩn (10.2).

Chú thích - Nếu màng lọc hấp thụ các chất có màu thì dùng các loại khác như, màng lọc thuỷ tinh xốp và phải ghi vào báo cáo kết quả.

13. Biểu thị kết quả

Ghi kết quả theo đơn vị chuẩn của màu (3.4) theo dung dịch so sánh có độ màu gần nhất, hoặc theo kính chuẩn so sánh có độ màu gần giống nhất, chính xác đến 5 mg/l Pt trong khoảng từ 0 đến 40 mg/l Pt nhưng không tính đến 40 mg/l Pt và chính xác đến 10 mg/l Pt trong khoảng từ 40 đến 70 mg/l Pt.

Nếu như mẫu đã được pha loãng, ghi màu sắc A_0 , tính bằng mg/l Pt theo công thức:

$$A_0 = \frac{V_1}{V_0} A_1$$

Trong đó:

V_1 là thể tích của mẫu thử sau khi pha loãng;

V_0 là thể tích của mẫu thử trước khi pha loãng;

A_1 là độ màu ước lượng của mẫu pha loãng.

Chú thích:

1. Nếu màu của mẫu thử không so sánh được với màu của các chuẩn, có thể ghi lại chỉ số gần đúng kèm theo chú thích thích hợp.
2. Nếu không thể so sánh được, thì mô tả màu của mẫu thử.

3. Quang phổ của một số chất hoà tan tự nhiên trong nước phụ thuộc vào độ pH. Vì vậy độ pH của mẫu thử có liên quan tới màu sắc.

14. Các chất gây nhiễu

Nếu như màu của mẫu thử khác với màu của các dung dịch so sánh hoặc của các chuẩn thuỷ tinh tương đương thì đó là do nhiễu gây ra. Trong các trường hợp này việc so sánh khó có thể thu được kết quả.

Chất huyền phù làm ảnh hưởng đến phép đo màu thật của mẫu phải loại bỏ bằng cách lọc qua màng lọc có kích thước lỗ 0.45 μ m.

Tuy nhiên, có thể nảy sinh ra các vấn đề, nếu không khí lọt vào mẫu trong quá trình lọc sẽ hình thành các dạng oxy hoá màu sắc khác nhau. Thí dụ, hỗn hợp sắt và man gan có thể bị giữ lại trên bộ lọc hoặc có thể bị biến đổi sang các dạng oxy hoá có màu khác.

15. Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả gồm các thông tin sau

- a. Ghi tham khảo tiêu chuẩn này;
- b. Ghi phương pháp đã dùng;
- c. Nhận biết mẫu;
- d. Biểu thị kết quả theo quy định ở điều 13;
- e. Chỉ ra các thao tác khác không quy định trong tiêu chuẩn làm ảnh hưởng đến kết quả (thí dụ như lọc hoặc pha loãng).

CHƯƠNG BA: PHƯƠNG PHÁP TRẮC PHỔ

16. Nguyên tắc

Mô tả đặc điểm về cường độ màu của mẫu nước bằng cách đo độ giảm cường độ (độ hấp thụ) của ánh sáng. Các màu khác nhau tạo ra độ hấp thụ cực đại ở các bước sóng khác nhau của bức xạ tới và bước sóng có độ hấp thụ cực đại phải được xác định trước khi đo độ giảm cường độ (độ hấp thụ) ở bước sóng đó.

Quang phổ hấp thụ của nước tự nhiên có màu nâu vàng nhạt thông thường cho thấy độ hấp thụ chỉ ở đoạn cuối bước sóng ngắn của quang phổ nhìn thấy được. Nếu không chọn được bước sóng ở độ hấp thụ cực đại thì chọn các bước sóng gần với 400nm trong vùng có

sự hấp thụ thích hợp. Trong vùng này bước sóng của tia thủy ngân ở 436 nm là thích hợp nhất để đo màu của nước tự nhiên về độ tái lập.

Nước công nghiệp có thể có màu cho độ hấp thụ mạnh ở các vùng khác của quang phổ nhìn thấy được. Do vậy sẽ thu được những kết quả tốt nhất nếu phép đo được thực hiện ở bước sóng có độ hấp thụ cực đại của bức xạ tới của mẫu thử.

Các phép đo màu ở các bước sóng khác không thể so sánh với phép đo ở 436 nm.

17. Thiết bị

Sử dụng ở điều 17.1 và 17.2

17.1 Quang phổ kế, có các bộ chọn lọc biến đổi liên tục (dạng lăng kính hoặc lưới sắt) có khả năng làm việc trong dải bao trùm vùng quang phổ có thể nhìn thấy được, tức là từ 350 nm đến 780 nm, và thích hợp nhất là thiết bị ghi có chùm tia kép.

17.2 Quang phổ kế, có các bộ chọn lọc biến đổi không liên tục (dạng lọc), ở các bước sóng càng gần 436 nm càng tốt và các bước sóng khác, nếu sự hấp thụ ở các vùng khác nhau của quang phổ nhìn thấy cần đo, và dải càng hẹp càng tốt.

18. Lấy mẫu và mẫu thử

Xem điều 5.

19. Cách tiến hành

Nếu mẫu thí nghiệm đục, lọc qua màng lọc có kích thước lỗ 0.45 μ m (Xem chú thích ở điều 12).

Nếu trong mẫu có đất sét, hoặc các chất phân tán mịn, thì có thể không thu được dịch lọc trong, trong trường hợp này chỉ có thể đo được màu sắc bên ngoài.

Nếu cần thiết, phải pha loãng mẫu với lượng xác định nước tinh khiết dùng để phân tích quang học (9.1)

19.1 Xác định bước sóng của độ hấp thụ cực đại đối với nước công nghiệp

Bước sóng của độ hấp thụ cực đại được xác định bằng quang phổ của mẫu thử thu được từ một trong các phương pháp sau:

- a. Dùng quang phổ kế (17.1) theo hướng dẫn sử dụng của nhà sản xuất đo các chỉ số hấp thụ qua suốt dải từ 350 nm đến 780 nm và vẽ đồ thị hấp thụ dựa vào bước sóng, tính theo nanomet;
- b. Dùng quang phổ kế tự ghi (17.1) để ghi quang phổ trực tiếp;
- c. Dùng quang phổ kế (17.2) để tiến hành đo với các bộ chọn ánh sáng khác nhau.

19.2 Xác định màu sắc

Đối với nước tự nhiên, đo độ hấp thụ của mẫu trong cuvét có kích cỡ thích hợp ở bước sóng 436 nm.

Đối với nước công nghiệp, đo độ hấp thụ của mẫu trong cuvét có kích cỡ thích hợp ở bước sóng có độ hấp thụ cực đại như đã xác định ở (19.1).

Cuvét dùng để đo mẫu trắng hoặc dùng để đối chứng phải được đổ đầy bằng nước tinh khiết dùng để phân tích quang học.

Ghi chiều dày của cuvét đã sử dụng.

20. Biểu thị kết quả

20.1 Tính toán

Hệ số hấp thụ quang phổ, $a(\lambda)$, tính theo giá trị nghịch đảo của mét (m^{-1}) ở bước sóng λ theo công thức:

$$a(\lambda) = \frac{A}{l} \times 1000$$

Trong đó:

TCVN 6185: 1996

A là độ hấp thu của mẫu ở λ nm;

L là độ dày của cuvét sử dụng, tính theo milimet.

Đối với nước tự nhiên, $\lambda = 436$ nm.

Quang phổ của các chất hoà tan tự nhiên trong nước nào đó phụ thuộc vào độ pH. Do vậy người ta cho rằng độ pH của mẫu thử liên quan đến màu sắc.

Trong trường hợp sự phát xạ không phải là đơn sắc, phải ghi rõ bước sóng và giải quang phổ (thí dụ 436 nm, $\Delta\lambda = 21$ nm).

Chú thích:

1. Nếu như dụng cụ chuẩn cần phải hiệu chuẩn thì phải do kỹ sư chuyên ngành thực hiện.
2. Phần lớn các phổ kế (17.1) được hiệu chuẩn trực tiếp theo các đơn vị hấp thu. Tuy nhiên, đối với các dụng cụ hiệu chuẩn chỉ theo sự truyền (ϕ_{tr}/ϕ_0), sự hấp thu được tính theo công thức:

$$A = \lg \frac{\phi_0}{\phi_{tr}}$$

trong đó:

ϕ_0 là luồng tia tới.

ϕ_{tr} là luồng tia được truyền qua

3. Có thể hiệu chỉnh phổ kế với dung dịch so sánh màu (9.2 và 9.3); sử dụng đồ thị chuẩn hoặc hệ số hiệu chỉnh, các kết quả có thể được chuyển sang đơn vị mg/l Pt.

20.2 Ghi giá trị theo đơn vị của hệ số hấp thu quang phổ chính xác tới 0.001/m. Trong trường hợp cần biểu thị kết quả theo mg/l Pt, xem chú thích ở điều 13.

20.3 Số liệu thống kê

Xem bảng 1.

Bảng 1 - Độ lệch chuẩn¹⁾ (trong dãy) ở bước sóng 400 nm

Khoảng m^{-1}	Độ lệch chuẩn m^{-1}	Bậc tự do
0 đến 0.75	0,018	53
> 0.75 đến 1.50	0.027	9

1) Các số liệu này dựa vào sự khác nhau giữa hai lần đo giống hệt nhau và do Trung tâm nghiên cứu nước. Medmenham ở Anh thực hiện.

21. Các chất gây nhiễu

Xem điều 14, bắt đầu từ đoạn thứ hai.

22. Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả bao gồm thông tin sau:

- a. Ghi tham khảo tiêu chuẩn này;
- b. Ghi phương pháp đã sử dụng;
- c. Nhận biết mẫu;
- d. Kết quả biểu thị theo quy định ở điều 20;
- e. Chỉ ra các thao tác không ghi trong trình tự hoặc các chi tiết bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả, thí dụ như lọc hay pha loãng.