

<p>Công ty KHKT Tâm Đức</p>	<p>HƯỚNG DẪN PHÂN TÍCH KIM LOẠI TRONG NƯỚC PHƯƠNG PHÁP TRẮC PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA</p>	<p>Mã số: HDTB.7 Lần sửa đổi: 0 Lần ban hành: 1 Ngày sửa đổi/ban hành: 18-11-2018 Trang: 2/5</p>
------------------------------------	---	--

Mục lục

1. Mục đích
Tài liệu này sử dụng cho hướng dẫn phân tích kim loại trong nước
2. Phạm vi áp dụng
Tài liệu này sử dụng cho hướng dẫn phân tích kim loại trong nước
3. Tài liệu tham chiếu
[TCVN 6193:1996 \(ISO 8288:1986 \(E\)\)](#)
4. Khái niệm và chữ viết tắt
5. Trách nhiệm
6. Nội dung

Nguyên tắc

Hút các phần mẫu thử đã lọc và đã axit hoá (hoặc mẫu pha loãng) vào ngọn lửa của phổ kế hấp thụ nguyên tử.

Xác định trực tiếp nồng độ của mỗi nguyên tố, hoặc là từ độ hấp thụ đặc trưng của mỗi nguyên tố dùng phổ kế được gắn với hệ thống điều chỉnh nền liên tục, hoặc nếu không có hệ thống như vậy, tiến hành xác định sau khi đã điều chỉnh độ hấp thụ không đặc trưng.

Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử phải loại tinh khiết phân tích sao cho việc sử dụng chúng không ảnh hưởng đến độ chính xác của phép thử. Sử dụng nước đã khử ion hoặc nước cất có chứa nồng độ của kim loại cần xác định nhỏ tới mức không thể phát hiện khi phân tích bằng phép thử trắng.

4.1. Axit nitric, $\rho = 1,4 \text{ g/ml}$.

4.2. Axit nitric, $C(\text{HNO}_3) \approx 1,5 \text{ mol/l}$

Thêm 100 ml axit nitric (4.1) vào 600 ml nước và pha loãng với nước tới 1000 ml.

4.3 Axit nitric, $C(\text{HNO}_3) \approx 0,03 \text{ mol/l}$

Thêm 1 ml axit nitric (4.1) vào 400 ml nước và pha loãng với nước tới 500 ml.

4.4. Các kim loại, các dung dịch chuẩn tương ứng với 1,000 g kim loại trên một lít.

Đối với mỗi nguyên tố cần xác định, cân 1,000 g kim loại tinh khiết và hoà tan trong axit nitric (4.1), đun nóng đến khi hoà tan hoàn toàn. Để nguội và chuyển từng dung dịch sang bình định một vạch dung dịch 1000 ml, pha loãng với nước tới vạch và lắc đều.

Để chuẩn bị các dung dịch chuẩn, cho phép sử dụng các muối kim loại với thành phần chính xác biết trước.

Bảo quản từng dung dịch chuẩn trong chai polyetylen hoặc bằng thủy tinh bo silicat.

1 ml của mỗi dung dịch chuẩn này chứa 1,00 miligam kim loại tương ứng.

Thiết bị

Các thiết bị của phòng thí nghiệm thông thường, và

<p>Công ty KHKT Tâm Đức</p>	<p>HƯỚNG DẪN PHÂN TÍCH KIM LOẠI TRONG NƯỚC PHƯƠNG PHÁP TRẮC PHỐ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA</p>	<p>Mã số: HDTB.7 Lần sửa đổi: 0 Lần ban hành: 1 Ngày sửa đổi/ban hành: 18-11-2018 Trang: 3/5</p>
------------------------------------	---	--

Phổ kế hấp thụ nguyên tử, được gắn với các đèn catot rỗng kim loại thích hợp hoặc là đèn nạp không điện cực, và có bộ phận phù hợp để cho phép điều chỉnh độ hấp thụ không đặc trưng và có đèn phun khí với ngọn lửa axetylen - không khí.

Điều chỉnh tất cả các thông số của thiết bị theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

Chú ý khi rửa dụng cụ thủy tinh

Tất cả các dụng cụ thủy tinh phải được súc rửa bằng axit nitric (4.2) sau đó tráng bằng nước.

Lấy mẫu

Sử dụng các chai polyetylen hoặc thủy tinh bosilicat đã rửa sạch bằng axit nitric (4.2) sau đó tráng bằng nước để lấy mẫu.

Nếu phải xác định kim loại tổng, mẫu phải được xử lý bằng axit nitric (4.1) ngay sau khi thu thập để có độ pH từ 1 đến 2 (thường là 2 ml axit trên một lít mẫu là đủ). Ghi lại lượng axit đã được thêm vào và sử dụng một thể tích tương tự như thể trong việc chuẩn bị thử trắng (7.2).

Nếu phải xác định chế riêng kim loại hoà tan thì phải lọc mẫu càng sớm càng tốt sau khi thu thập qua màng lọc có đường kính lỗ danh nghĩa là 0,45 à m và axit hoá ngay dịch lọc bằng axit nitric (4.1) để có độ pH từ 1 đến 2.

Trước khi sử dụng, các bộ lọc phải được rửa kỹ bằng axit nitric (4.2) và tráng bằng nước.

Cách tiến hành

Phần mẫu thử

Cho phần mẫu thử đã axit hoá (6.2) vào bình định mức dung dịch 100 ml, sao cho mẫu thử chứa từ 0,2 mg đến 1 mg kim loại (xem bảng 1 đối với giới hạn trên tương ứng với mỗi nguyên tố), thêm nước cho tới vạch.

Thử mẫu trắng

Tiến hành thử mẫu trắng song song với việc xác định theo cùng một trình tự, sử dụng cùng một lượng tất cả các thuốc thử như trong khi lấy mẫu và xác định, nhưng thay phần mẫu thử bằng nước.

Chuẩn bị dãy dung dịch hiệu chuẩn

Trước mỗi đợt xác định, chuẩn bị từ mỗi dung dịch chuẩn (4.4) ít nhất là bốn dung dịch hiệu chuẩn bao gồm khoảng các nồng độ cần xác định cho mỗi nguyên tố.

Chuẩn bị các dung dịch hiệu chuẩn này bằng cách pha loãng dung dịch chuẩn (4.4) với axit nitric (4.3).

Hiệu chuẩn và xác định

Tiến hành như sau đối với mỗi kim loại cần xác định. Trước khi thực hiện phép đo, bật phổ kế theo hướng dẫn của nhà sản xuất bằng việc hút dung dịch hiệu chuẩn (7.3) của kim loại cần xác định và sử dụng thông tin nêu trong bảng 4. Tối ưu hoá việc hút và điều

Công ty KHKT Tâm Đức	HƯỚNG DẪN PHÂN TÍCH KIM LOẠI TRONG NƯỚC PHƯƠNG PHÁP TRẮC PHỔ HẤP THU NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA	Mã số: HDTB.7 Lần sửa đổi: 0 Lần ban hành: 1 Ngày sửa đổi/ban hành: 18-11-2018 Trang: 4/5
-----------------------------	--	---

kiện ngọn lửa (tốc độ hút, bản chất ngọn lửa, vị trí của thấu kính quang học trong ngọn lửa). Điều chỉnh độ nhạy của thiết bị với độ hấp thu zero bằng nước.

Bảng 4

Nguyên tố cần xác định	Bước sóng nm	Ngọn lửa
Coban	240,7	Axetylen - không khí
Niken	232,0	Axetylen - không khí được oxy hoá
Đồng	324,7	Axetylen - không khí được oxy hoá
Kẽm	213,8	Axetylen - không khí
Cadimi	228,8	Axetylen - không khí
Chì	X 283,3	Axetylen - không khí
	X 217,0	

Đối với mỗi kim loại cần xác định, hút dây dung dịch hiệu chuẩn (7.3) và dung dịch thử trắng (7.2), làm thành phần zero. Vẽ đồ thị có hàm lượng kim loại của dung dịch hiệu chuẩn, tính bằng miligam trên lít, trên trục hoành và các giá trị độ hấp thu trên trục tung. Nên kiểm tra đồ thị hiệu chuẩn, thí dụ như đo độ hấp thu của mỗi dung dịch hiệu chuẩn tất cả 5 mẫu thử. Hút phần mẫu thử (7.1) vào ngọn lửa của đầu đốt.

Đo độ hấp thu của kim loại cần xác định và sau mỗi lần đo hút axit nitric (4.3) để tráng hệ thống ống dẫn.

Lưu ý về điều chỉnh độ hấp thu không đặc trưng

Nếu phổ kế được sử dụng không phù hợp với hệ thống điều chỉnh nền cung cấp tự động tín hiệu tương ứng với độ hấp thu đặc trưng A của kim loại cần xác định, cần phải đo độ hấp thu không đặc trưng A₀. Để làm được việc này, tiến hành như sau:

Chọn vạch phổ trong trạng thái gần của phổ kim loại cần xác định để khẳng định rằng sự khác nhau giữa các bước sóng của 2 vạch phổ không vượt quá 1 nm.

Sử dụng vạch phổ của khí chứa trong đèn catốt rỗng (argon hoặc neon), hoặc vạch phổ được phát ra từ đèn catốt rỗng zirconi hoặc là deuteri (xem bảng 5).

Đo độ hấp thu A₀ tương ứng với vạch phổ này bằng cách hút lại phần mẫu thử.

Tính toán hấp thu đặc trưng như sau:

$$A = A_1 - A_0$$

trong đó

A₁ là độ hấp thu tổng ở bước sóng phân tích

Điều kiện ngọn lửa và năng lượng quy định trên đèn phải giữ nguyên trong suốt quá trình đo độ hấp thu A₁ và A₀.

Bảng 5

Nguyên tố	Bước sóng đo A ₁ nm	Bước sóng đo A ₀ nm
-----------	--------------------------------	--------------------------------

Công ty KHKT Tâm Đức	HƯỚNG DẪN PHÂN TÍCH KIM LOẠI TRONG NƯỚC PHƯƠNG PHÁP TRẮC PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA	Mã số: HDTB.7 Lần sửa đổi: 0 Lần ban hành: 1 Ngày sửa đổi/ban hành: 18-11-2018 Trang: 5/5
-----------------------------	--	---

Coban	240,72	241 (D)
Niken	232,00	232 (D)
Đồng	324,75	325 (Zr)
Kẽm	213,86	214 (D)
Cadimi	228,80	229 (D)
Chì	283,30	283,7 (Zr)

Thử kiểm tra

Tiến hành thử kiểm tra để phát hiện bất kỳ ảnh hưởng nào của matrix. Để làm được việc này, sử dụng phương pháp thêm chuẩn.

Nếu thấy xuất hiện ảnh hưởng của matrix, phương pháp này không thể áp dụng được: nên xác định theo phương pháp B hoặc phương pháp C hoặc dùng kết quả thu được bằng phương pháp thêm chuẩn.

- 7. Lưu hồ sơ
- 8. Biểu mẫu