

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8246 : 2009

Xuất bản lần 1

**CHẤT LƯỢNG ĐẤT -
XÁC ĐỊNH KIM LOẠI BẰNG PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ
HẤP THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA**

Soil quality - Flame atomic absorption spectrophotometry

HÀ NỘI - 2009

Lời nói đầu

TCVN 8246 : 2009 thay thế cho TCVN 4405 : 1987, TCVN 4406 : 1987, TCVN 4618 : 1988, TCVN 4619 : 1988, TCVN 5254 : 1990.

TCVN 8246 : 2009 hoàn toàn tương đương với Method 7000B của Cơ quan bảo vệ môi trường Hoa Kỳ (EPA Method 7000B).

TCVN 8246 : 2009 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 190 *Chất lượng đất* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lời giới thiệu

Bộ SW-846 không nhằm để hướng dẫn đào tạo phân tích. Vì vậy, qui trình phương pháp được viết dựa trên giả định là phương pháp do những nhà phân tích đã được đào tạo tối thiểu về các nguyên lý cơ bản của phân tích hoá học và việc sử dụng thiết bị này thực hiện.

Ngoài ra, các phương pháp trong SW-846 ngoại trừ việc sử dụng phương pháp yêu cầu để phân tích các thông số đặc thù của phương pháp, là phương pháp hướng dẫn bao gồm thông tin chung về làm thế nào để thực hiện qui trình phân tích hoặc kỹ thuật mà một phòng thí nghiệm có thể sử dụng làm cơ sở để tạo nên qui trình vận hành chuẩn chi tiết (SOP), hoặc cho hướng dẫn sử dụng chung hoặc để áp dụng cho đối tượng cụ thể trừ khi các thông số xác định phải được thực hiện theo yêu cầu riêng. Số liệu đặc tính trong phương pháp này là chỉ dành cho mục đích hướng dẫn, và không nhằm để và nhất là không được dùng làm tiêu chí QC có thể chấp nhận được cho mục đích công nhận phòng thí nghiệm.

Chất lượng đất – Xác định kim loại bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

Soil quality – Flame atomic absorption spectrophotometry

1 Phạm vi và áp dụng

1.1 Kim loại trong dung dịch có thể được xác định bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (phun trực tiếp). Phương pháp này đơn giản, nhanh và có thể áp dụng với số lượng lớn mẫu môi trường bao gồm nước ngầm, mẫu nước, dịch chiết, chất thải công nghiệp, đất, bùn, trầm tích và các chất thải tương tự, và còn nữa. Ngoại trừ phân tích các thành phần hoà tan, tất cả mẫu yêu cầu phá mẫu trước khi phân tích (xem Chương ba). Phân tích các nguyên tố hoà tan không yêu cầu phá mẫu nếu mẫu đã được lọc và axit hoá.

CHÚ THÍCH Các dạng kim loại - hữu cơ có thể không xác định được nếu không phá mẫu.

Phương pháp này xác định được các nguyên tố sau:

Nguyên tố	Số CAS ^a
Nhôm Al	7429-90-5
Antimon Sb	7440-36-0
Bari Ba	7440-39-3
Bery Be	7440-41-7
Cadmi Cd	7440-43-9
Canxi Ca	7440-70-2
Crôm Cr	7440-47-3
Coban Co	7440-48-4
Đồng Cu	7440-50-8
Sắt Fe	7439-89-6
Chi Pb	7439-92-1
Liti Li	7439-93-2
Magie Mg	7439-95-4
Mangan Mn	7439-96-5
Molybden Mo	7439-98-7

TCVN 8246 : 2009

Niken	Ni	7440-02-0
Osmi	Os	7440-04-2
Kali	K	7440-09-7
Bạc	Ag	7440-22-4
Natri	Na	7440-23-5
Stronti	Sr	7440-24-6
Thalli	Tl	7440-28-0
Thiếc	Sn	7440-31-5
Vanadi	V	7440-62-2
Kẽm	Zn	7440-66-6

^a Số đăng ký hoá chất

1.2 Giới hạn định lượng dưới và khoảng nồng độ tối ưu sẽ thay đổi theo nền mẫu và loại model của máy hấp thụ nguyên tử ngọn lửa. Số liệu trong Bảng 1 cung cấp một số các chỉ thị của giới hạn định lượng dưới thu được bằng kỹ thuật phun trực tiếp. Đối với mẫu nước sạch, có thể mở rộng giới hạn định lượng đưa ra trong bảng bằng cách phun trực tiếp xuống thấp hơn với mở rộng khoảng thang đo và mở rộng về phía trên bằng cách sử dụng bước sóng ít nhạy hơn hoặc bằng cách quay đầu đốt. Giới hạn định lượng bằng cách phun trực tiếp cũng có thể được mở rộng thông qua nồng độ mẫu và/hoặc thông qua kỹ thuật chiết dung môi.

1.3 Người sử dụng phương pháp này cần phải thông báo mục đích chất lượng dữ liệu trước khi phân tích và phải tài liệu hoá và lưu trữ tài liệu các số liệu tính năng chứng minh ban đầu được yêu cầu đã được mô tả trong các phần tiếp sau trước khi sử dụng phương pháp này để phân tích.

1.4 Nếu kỹ thuật hấp thụ nguyên tử phun trực tiếp không đủ độ nhạy, thì tham khảo qui trình đặc biệt như phương pháp hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit (Method 7010) hoặc phương pháp khí hydrua.

1.5 Các nguyên tố và nền mẫu khác có thể được phân tích bằng phương pháp này nếu tính năng phương pháp chứng minh được các nguyên tố cần phân tích bổ sung này, trong nền mẫu bổ sung, có các mức nồng độ tương tự như các nguyên tố và nền mẫu được liệt kê (xem điều 9).

1.6 Trước khi thực hiện phương pháp này, người phân tích nên tham khảo về từng loại qui trình (ví dụ phương pháp chuẩn bị mẫu) mà có thể được thực hiện trong toàn bộ quá trình phân tích để có thêm thông tin về qui trình kiểm soát chất lượng, xây dựng tiêu chí QA có thể chấp nhận được, tính toán và các hướng dẫn chung. Người phân tích cũng cần phải được tư vấn về việc không sử dụng nêu ở trang đầu của cuốn sổ tay và thông tin trong Chương hai về hướng dẫn tính linh hoạt trong việc lựa chọn phương pháp, thiết bị, vật liệu, thuốc thử và người cung cấp và về trách nhiệm của người phân tích khi chứng minh kỹ thuật sử dụng là phù hợp với các chất cần phân tích, nền mẫu cần phân tích và ở mức nồng độ cần phân tích.

Ngoài ra, người phân tích và người dùng số liệu được khuyến cáo, ngoại trừ có những qui định riêng, người sử dụng phương pháp SW-846 không bắt buộc đáp ứng các yêu cầu thử nghiệm quốc gia. Thông tin có trong phương pháp này do EPA cung cấp làm hướng dẫn được người phân tích sử dụng và các đối tượng qui định trong quy chuẩn để đưa ra kết quả đáp ứng được mục tiêu chất lượng số liệu dự kiến trước.

1.7 Phương pháp này chỉ được sử dụng hoặc được giám sát của những người được đào tạo và có kinh nghiệm kể cả các nhà phân tích hiểu biết về các yếu tố hoá học và lý học gây cản trở được mô tả trong phương pháp này. Từng người phân tích phải thể hiện khả năng đưa ra kết quả có thể chấp nhận được của phương pháp này.

2 Tóm tắt phương pháp

2.1 Mặc dù các phương pháp được nêu để phân tích chất rắn bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử, nhưng nói chung kỹ thuật này chỉ áp dụng cho các kim loại trong dung dịch hoặc hoà tan dưới một số cách thức của quá trình chuẩn bị mẫu (xem Chương ba). Việc xử lý sơ bộ nước thải, nước ngầm, dịch chiết và chất thải công nghiệp là luôn cần thiết do tính phức tạp và tính thay đổi của nền mẫu. Chất rắn, chất dạng sệt và vật liệu lơ lửng phải được chuyển thành dung dịch trước khi phân tích. Quá trình này phụ thuộc vào các kim loại được xác định và bản chất của mẫu được phân tích. Qui trình hoà tan và phá mẫu được trình bày trong Chương ba.

2.2 Trong quang phổ hấp thụ nguyên tử hút trực tiếp, mẫu được hút và nguyên tử hoá trong ngọn lửa. Chùm ánh sáng từ đèn catot rỗng hoặc đèn phát không cực được trực tiếp qua ngọn lửa vào bộ đơn sắc và đi vào detector để đo lượng ánh sáng bị hấp thụ. Độ hấp thụ phụ thuộc vào sự có mặt các nguyên tử tự do không ở trạng thái kích hoạt trong ngọn lửa. Vì bước sóng của chùm sáng là đặc tính đặc trưng của kim loại được xác định, nên năng lượng ánh sáng bị ngọn lửa hấp thụ là phép đo nồng độ mà kim loại đó có trong mẫu. Nguyên tắc này là cơ sở của phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử.

3 Định nghĩa

Tham khảo Chương một, Chương ba và hướng dẫn của nhà sản xuất về các định nghĩa có thể phù hợp với qui trình này.

4 Cản trở

4.1 Dung môi, thuốc thử, dụng cụ thủy tinh và các dụng cụ chuẩn bị bằng thủy tinh khác có thể làm tác nhân và/hoặc chất cản trở với phân tích mẫu. Tất cả các vật liệu này phải chứng minh được không có chất cản trở dưới điều kiện phân tích bằng cách phân tích mẫu trắng. Cần phải lựa chọn thuốc thử và độ tinh khiết của dung môi bằng cách chưng cất trong hệ thống thủy tinh có thể là cần thiết. Tham khảo từng phương pháp được sử dụng về các hướng dẫn cụ thể đối với qui trình kiểm soát chất lượng và tham khảo Chương ba về hướng dẫn chung làm sạch dụng cụ thủy tinh.

4.2 Phần lớn các loại cản trở đáng ngại trong quang phổ hấp thụ nguyên tử thường là "hoá chất" và do thiếu sự hấp thụ các nguyên tử mà chúng liên kết ở dạng phân tử dưới ngọn lửa. Hiện tượng bất thường này có thể xảy ra khi ngọn lửa không đủ nóng để phân tách phân tử, như trong trường hợp phosphat cản trở magiê, hoặc khi nguyên tử đã phân tách bị oxy hoá ngay lập tức để tạo thành hợp chất sẽ không phân ly thêm nữa tại nhiệt độ của ngọn lửa. Bổ sung lantan sẽ khắc phục được hiện tượng chất phosphat gây cản trở khi xác định magiê, canxi và bari. Tương tự, chất silic gây cản trở trong xác định mangan có thể bị loại bỏ bằng cách bổ sung canxi. Hỗn hợp khí nitơ oxit/axetylen có thể được dùng để tránh chất cản trở từ các hợp chất chịu nhiệt.

4.3 Có thể loại bỏ các chất cản trở hoá học bằng cách tách kim loại khỏi vật liệu cản trở. Mặc dù thuốc thử phức hợp được dùng chủ yếu để tăng độ nhạy của phân tích, nhưng chúng cũng có thể được dùng để loại bỏ hoặc giảm các chất cản trở.

4.4 Sự có mặt của chất rắn hoà tan nhiều trong mẫu có thể gây cản trở từ sự hấp thụ không nguyên tử như là tán xạ ánh sáng. Trong trường hợp không có hiệu chỉnh nền, điều này có thể dẫn đến giá trị dương sai và/hoặc giá trị đánh giá sai. Nếu không có sẵn hiệu chỉnh nền, cần phải kiểm tra bước sóng không hấp thụ. Có thể không chẩn đoán được sự phân bố tín hiệu từ các đường nền không đúng qua phân tích độ thu hồi mẫu thêm chuẩn, hoặc bổ chính bằng cách áp dụng phương pháp thêm chuẩn (MSA). Nếu không hiệu chuẩn nền và phép thử bước sóng không hấp thụ cho thấy có cản trở nền, thì mẫu đã được phá phải được chiết (pha lỏng-lỏng hoặc pha rắn) trước khi phân tích, hoặc phải chọn lọc phương pháp phân tích khác.

4.5 Các chất cản trở ion hoá xảy ra khi nhiệt độ ngọn lửa đủ cao để sinh ra electron khỏi nguyên tử trung hoà, tạo ra ion dương. Loại cản trở này có thể được kiểm soát bằng cách thêm vào dung dịch mẫu và dung dịch chuẩn, lượng lớn (1000 mg/L) nguyên tố dễ ion hoá như K, Na, Li hoặc Cs. Mỗi mẫu và dung dịch chuẩn cần chứa 2 mL KCl/100 mL dung dịch. Dùng 95 g clorua kali trong 1 lít nước để pha dung dịch KCl.

4.6 Các chất cản trở phổ có thể xảy ra khi bước sóng hấp thụ của nguyên tố có trong mẫu, nhưng không cần xác định, rơi vào dải hấp thụ của nguyên tố cần phân tích. Kết quả của phép xác định cao bất thường do sự phân bố các nguyên tố cản trở với tín hiệu hấp thụ nguyên tử. Cản trở cũng có thể xảy ra khi công hưởng năng lượng từ các nguyên tố khác trong đèn đa nguyên tố, hoặc từ tạp chất kim loại trong catot, nằm trong khoảng dải thông của khe hở kim loại khác đó có mặt trong mẫu. Loại cản trở này đôi khi được hạn chế bằng thu hẹp độ rộng khe hở.

4.7 Người phân tích cần phải nhận thức được sự khác nhau về độ nhớt và/hoặc chất rắn hoà tan nhiều hoặc chất rắn lơ lửng có thể làm thay đổi tốc độ hút mẫu.

4.8 Tất cả kim loại không bền như nhau trong phân tách, đặc biệt nếu nó chỉ chứa axit nitric và không phải là hỗn hợp axit kể cả axit clohydric. Việc bổ sung HCl giúp ổn định Sn, Sb, Mo, Ba và Ag trong phá mẫu. Sự phá mẫu cần được phân tích càng sớm càng tốt với sự ưu tiên cho các chất phân tích này. Tham khảo Chương ba về phương pháp phá mẫu

4.9 Các chất cản trở cụ thể liên quan đến từng chất phân tích.

4.9.1 Nhôm: Nhôm có tối đa 15 % bị ion hóa trong ngọn lửa nitơ oxit/axetylen. Sử dụng bộ triết ion hoá (1000 µg/mL K tính theo KCl) như mô tả trong phần 4.5 sẽ loại trừ được cản trở này.

4.9.2 Antimon: khi có chỉ (1000 mg/L), có thể xảy ra sự cản trở phổ tại đường cộng hưởng 217,6 nm. Trong trường hợp này, cần sử dụng đường cộng hưởng 231,1 nm. Nồng độ của đồng và niken quá cao (và các nguyên tố kiềm thổ khác), cũng như axit, có thể cản trở việc phân tích antimon. Nếu mẫu chứa loại nền mẫu này, nền mẫu chuẩn cần được làm phù hợp với nền mẫu hoặc mẫu cần được phân tích sử dụng ngọn lửa oxit nitơ/axetylen.

4.9.3 Bari: Bari được ion hoá đáng kể dưới ngọn lửa nitơ oxit/axetylen, dẫn đến sự giảm đáng kể độ nhạy. Tất cả mẫu và dung dịch chuẩn phải chứa 2 mL chất ion hoá KCl trong 100 mL dung dịch (tham khảo 4.5). Ngoài ra, phải sử dụng catot rộng cường độ cao và dải phổ hẹp vì cả bari và canxi phát xạ mạnh tại bước sóng phân tích của bari.

4.9.4 Bery: Nồng độ Al lớn hơn 500 ppm có thể làm mất sự hấp thụ bery. Thêm 0,1 % flo có thể cho hiệu quả trong loại bỏ cản trở này. Nồng độ magiê và silic cao gây nên các vấn đề tương tự và do đó cần phải sử dụng phương pháp thêm chuẩn.

4.9.5 Canxi: Tất cả các nguyên tố tạo nên oxy anion hoá bền vững sẽ tạo phức canxi và cản trở ngoại trừ khi lantan được đưa vào. It khi bổ sung lantan để chuẩn bị mẫu bởi vì mọi môi trường mẫu có chứa đủ canxi được yêu cầu pha loãng để nồng độ nằm trong khoảng tuyến tính của phương pháp.

4.9.6 Crom: Chất cản trở ion hoá có thể xảy ra nếu mẫu có hàm lượng kim loại kiềm cao hơn đáng kể tiêu chuẩn. Nếu có các chất cản trở này, cần phải bổ sung chất làm giảm sự ion hoá (KCl) vào mẫu và dung dịch chuẩn (tham khảo 4.5).

4.9.7 Magiê: Tất cả các nguyên tố tạo nên các oxy anion bền vững (P, B, Si, Cr, S, V, Ti, Al, ...) sẽ tạo phức magiê và cản trở trừ khi lantan được bổ sung. It khi bổ sung lantan để chuẩn bị mẫu gặp bởi vì gần như tất cả mẫu môi trường chứa đủ magiê nên cần phải pha loãng.

4.9.8 Molybden: Chất cản trở từ Ca, Sr, SO_4 , và Fe là rất mạnh dưới ngọn lửa không khí/axetylen. Các chất cản trở này được giảm đáng kể trong ngọn lửa oxit nitơ và bằng cách bổ sung thêm nhôm 1000 mg/L vào mẫu và dung dịch tiêu chuẩn (tham khảo 7.7).

4.9.9 Niken: Nồng độ cao của sắt, coban hoặc crom có thể gây cản trở, cần phải làm phù hợp nền mẫu hoặc sử dụng ngọn lửa oxit nitơ/axetylen. Nếu vạch không cho tín hiệu Ni ở 232,14 nm do đường hiệu chuẩn không tuyến tính ở mức vừa phải tới nồng độ niken cao, thì cần phải pha loãng mẫu hoặc sử dụng vạch 325,4 nm.

4.9.10 Osmi: Do tính bay hơi osmi, dung dịch chuẩn phải được pha hàng ngày, và tính áp dụng của kỹ thuật chuẩn bị mẫu phải được kiểm định về nền mẫu cần phân tích.

TCVN 8246 : 2009

4.9.11 Kali: Trong ngọn lửa không khí/axetylen hoặc ở nhiệt độ cao (>2800 °C), kali có thể ion hoá từng phần, ảnh hưởng không trực tiếp đến độ nhạy. Sự xuất hiện các muối alkali khác trong mẫu có thể làm giảm quá trình ion hoá và do vậy làm độ chính xác của kết quả phân tích. Natri ít ảnh hưởng đến quá trình khử ion nếu tỉ lệ Na/K nhỏ hơn 10. Có thể bổ sung một lượng lớn natri (1000 µg/mL) vào cả dung dịch mẫu và dung dịch tiêu chuẩn để tăng độ chính xác. Nếu cần phải kiểm soát quá trình ion hoá chất chệ thì nên xem xét bổ sung cesi.

4.9.12 Bạc: Vì dung dịch bạc nitrat rất nhạy với ánh sáng và có xu hướng tạo lớp bạc trên thành bình chứa nên dung dịch này cần phải lưu giữ trong chai tối màu. Ngoài ra, nồng độ dung dịch chuẩn gốc cần được giữ ở dưới 2 ppm và phải tăng hàm lượng clorua để tránh kết tủa. Nếu xuất hiện kết tủa, sử dụng dung dịch gốc HCl 5 % HNO₃ 2 % để hoà tan. Cần chuẩn bị dung dịch gốc hàng ngày để tránh kết tủa bạc.

4.9.13 Strotri: Thêm lantan clorua để kiểm soát các chất cản trở hoá học do silicon, nhôm và phosphat gây ra. Kali clorua được thêm vào dung dịch để khử quá trình ion hoá strotri. Tất cả mẫu và dung dịch tiêu chuẩn cần phải chứa 1 mL dung dịch lantan clorua/kali clorua trên 10 mL dung dịch (tham khảo 7.8)

4.9.14 Vanadi Nồng độ cao nhôm hoặc titan, hoặc có Bi, Cr, Fe, axit axetic, axit phosphoric, chất hoạt động bề mặt, thuốc tẩy hoặc kim loại kiềm có thể gây cản trở. Có thể kiểm soát chất cản trở bằng cách thêm 1000 mg/L nhôm vào mẫu và dung dịch tiêu chuẩn (tham khảo 7.7).

4.9.15 Kẽm. Silicon, đồng hoặc phosphat ở nồng độ cao có thể gây cản trở. Thêm strotri (1500 mg/L) để loại bỏ chất cản trở đồng và phosphat.

5 Các biện pháp an toàn

5.1 Phương pháp này không đề cập đến các vấn đề an toàn trong quá trình sử dụng. Phòng thí nghiệm chịu trách nhiệm về duy trì môi trường làm việc an toàn và hồ sơ hiện hành về qui định của OSHA về lưu giữ an toàn hoá chất được nêu trong phương pháp này. Cần phải có các tài liệu tham khảo về dữ liệu an toàn vật liệu (MSDS) cho tất cả các cá nhân có liên quan đến các phân tích này

5.2 Axit nitric và clohydric đậm đặc có tính độc trung bình và gây dị ứng cho da và các niêm mạc. Nếu có thể, sử dụng các thuốc thử này trong tủ hút và khi mặt hoặc da bị tiếp xúc với axit, rửa nhiều lần bằng nước sạch. Luôn luôn đeo kính an toàn hoặc dụng cụ bảo vệ mắt khi làm việc với các thuốc thử này

5.3 Axit flohydric là axit rất độc và thấm sâu vào da và các mô nếu không được xử lý ngay. Các tổn thương xảy ra theo hai giai đoạn: đầu tiên, quá trình hydrat hoá làm hoại tử các mô, sau đó là quá trình thấm của các ion florua vào sâu trong mô và phản ứng với canxi. Cần phải dùng ngay axit boric và hỗn hợp các thuốc thử khác cũng như các tác nhân xử lý thích hợp khác để xử lý ngay. Tham khảo các

nguồn tài liệu phù hợp về an toàn và chuẩn bị các vật liệu xử lý phù hợp trước khi dùng axit này. Xem Method 3052 về các hướng dẫn cụ thể cách xử lý axit flohydric từ quan điểm thiết bị và an toàn.

5.4 Nhiều muối kim loại là rất độc nếu hít hoặc nuốt phải. Hãy hết sức cẩn thận để đảm bảo mẫu và các dung dịch chuẩn được xử lý thích hợp và tất cả các khí thải ra đều được hút thoát thích hợp. Rửa tay kỹ sau khi xử lý.

5.5 Cần sử dụng phương tiện bảo vệ mắt và/hoặc tấm chắn ngọn lửa khi đang tiến hành phân tích bằng ngọn lửa axetylen-nitơ oxit do sự phát ra các tia UV.

5.6 Quá trình axit hoá mẫu có chứa các vật liệu hoạt tính có thể giải phóng các khí độc, như cyanua hoặc sunphua. Do vậy, quá trình axit hoá và phá mẫu cần phải thực hiện trong tủ hút phù hợp.

6 Thiết bị và dụng cụ

Tên thương mại hoặc sản phẩm thương mại được đề cập trong phương pháp này chỉ có mục đích minh họa, và không do EPA xác nhận hoặc khuyến nghị sử dụng. Sản phẩm và dụng cụ đề cập trong phương pháp SW-846 là các sản phẩm đã được dùng trong khi xây dựng phương pháp hoặc đã được cơ quan đánh giá. Dụng cụ thủy tinh, thuốc thử, thiết bị và các phụ kiện khác ngoài những dụng cụ được liệt kê trong phương pháp này có thể được sử dụng nếu phù hợp với các mục tiêu phân tích đã được xác định và lập thành tài liệu.

Phần này không liệt kê các dụng cụ thủy tinh thông thường trong phòng thí nghiệm (ví dụ cốc, bình).

6.1 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử: kênh đơn hoặc kênh kép, thiết bị chùm tia đơn hoặc đôi có detector đơn sắc, đa sắc, có khe điều chỉnh được, khoảng bước sóng từ 190 nm đến 800 nm, và có các thiết bị vi tinh, đồ thị biểu đồ tương tác gắn kèm.

6.2 Đầu đốt: Nên sử dụng đầu đốt của các nhà sản xuất thiết bị chuyên dụng. Đối với một số nguyên tố nhất định, cần phải dùng đầu đốt oxit nitơ. Không bao giờ dùng đầu đốt axetylen- không khí với ngọn lửa axetylen-nitơ oxit.

6.3 Đèn catốt rỗng: Đèn đơn nguyên tố là thích hợp nhưng cũng có thể sử dụng đèn đa nguyên tố. Đèn phát không cực có thể được dùng nếu có. Các loại đèn khác đáp ứng tiêu chí về đặc tính tính năng của phương pháp này cũng có thể sử dụng.

6.4 Thiết bị hiển thị, bộ ghi: Nên sử dụng thiết bị ghi để ghi lại toàn bộ quá trình làm việc và có thể dễ dàng phát hiện bất cứ vấn đề gì xảy ra trong quá trình phân tích như sự dịch chuyển, sự nguyên tử hoá không hoàn toàn, mất trong khi đốt, thay đổi độ nhạy, tín hiệu đỉnh...

6.5 Pipet: Loại A hoặc micro lit, có đầu chóp dùng một lần. Dung tích pipet có thể dao động trong khoảng từ 5 μ L đến 100 μ L. Nếu nghi ngờ nhiễm bẩn, hoặc nếu phòng thí nghiệm vừa nhận đầu chóp pipet mới cần kiểm tra đầu chóp pipet. Độ chính xác của pipet phải được kiểm định hàng ngày. Pipet loại A có thể được dùng cho các phép đo thể tích bằng hoặc lớn hơn 1 mL.

6.6 Van giảm áp: Nguồn cung cấp nhiên liệu và chất oxy hoá phải được duy trì ở áp suất cao hơn áp suất vận hành của thiết bị được kiểm soát bằng van thích hợp.

6.7 Dụng cụ thủy tinh: Tất cả dụng cụ thủy tinh, bình chứa polypropylen hoặc fluorocarbon (PFA hoặc TFM), kể cả chai, bình chứa mẫu và pipet cần được rửa theo các bước sau: axit clohydric 1:1, nước vôi, axit nitric 1: 1, nước vôi, chất tẩy rửa, nước vôi và nước. (Không được dùng axit cromic làm sạch dụng cụ thủy tinh nếu có crom trong chương trình phân tích). Nên lập thành tài liệu qua chương trình kiểm soát chất lượng phân tích dùng mẫu thêm chuẩn và phương pháp mẫu trắng ma các bước nhất định trong qui trình làm sạch là không cần thiết đối với mẫu hàng ngày, thì các bước này có thể được loại bỏ khỏi qui trình. Qui trình làm sạch thay thế cũng phải được lập thành tài liệu.

6.8 Bình định mức có độ chính xác và độ chum phù hợp.

7 Thuốc thử và dung dịch chuẩn

7.1 Cấp độ thuốc thử hoặc hoá chất có kim loại ở lượng vết cần được kiểm soát. Trừ trường hợp có những qui định khác, sự kiểm soát là cần vì tất cả các thuốc thử phải phù hợp với yêu cầu kỹ thuật của các tiêu chuẩn hiện hành. Có thể sử dụng thuốc thử khác nếu biết chắc chắn thuốc thử có đủ độ tinh khiết cho phép, không ảnh hưởng đến độ chính xác của kết quả phân tích. Tất cả thuốc thử cần phải được phân tích để đảm bảo thuốc thử không chứa các chất cản phân tích với hàm lượng bằng hoặc lớn hơn giới hạn định lượng nhỏ nhất.

7.2 Nước. Các loại nước dùng trong phương pháp này là nước dùng để phân tích, trừ khi có qui định khác. Nước phải không được chứa chất cản trở.

7.3 Axit nitric, HNO₃. Sử dụng axit cấp độ tinh khiết dùng cho khối phổ được chứng nhận cho sử dụng AA. Chuẩn bị dung dịch pha loãng 1:1 với nước bằng cách pha axit đậm đặc với nước có cùng thể tích. Nếu phương pháp mẫu trắng không chứa các chất cản phân tích có hàm lượng bằng hoặc lớn hơn giới hạn định lượng nhỏ nhất, thì axit có thể sử dụng.

7.4 Axit clohydric (1:1), HCl: Sử dụng axit cấp độ tinh khiết dùng cho khối phổ được chứng nhận cho sử dụng AA. Chuẩn bị dung dịch pha loãng 1:1 với nước bằng cách pha axit đậm đặc với nước có cùng thể tích. Nếu phương pháp mẫu trắng không chứa các chất cản phân tích có hàm lượng bằng hoặc lớn hơn giới hạn định lượng nhỏ nhất, thì có thể sử dụng.

7.5 Nhiên liệu và chất oxy hoá: Nói chung, có thể sử dụng axetylen có độ tinh khiết cao. Không khi được cung cấp từ đường khí nén, bộ nén khí phòng thí nghiệm hoặc bình trụ khí nén và cần phải khô và sạch. Trong một số trường hợp cụ thể, cần dùng cả nitơ oxit. Nên sử dụng bộ lọc ly tâm trên ống dẫn khí để loại bụi.

7.6 Dung dịch gốc chuẩn kim loại: Dung dịch gốc chuẩn được pha từ thuốc thử kim loại, các oxit hoặc muối không hút ẩm có độ tinh khiết cao pha với nước cất và axit clohydric hoặc axit nitric đã cất lại. Tránh không dùng axit sunfuric hoặc phosphoric vì chúng tạo ra hiệu ứng bất lợi đối với nhiều

nguyên tố. Dung dịch gốc được chuẩn bị ở nồng độ 1000 mg kim loại trên lít. Các dung dịch chuẩn có sẵn trên thị trường có thể cũng được sử dụng. Trường hợp dùng các kim loại tinh khiết (đặc biệt là các dây kim loại) để pha dung dịch chuẩn, phải tuân thủ qui trình làm sạch như chi tiết trong chương ba để đảm bảo không ảnh hưởng đến dung dịch chuẩn. Độ bền của dung dịch chuẩn sẽ phải được kiểm định theo QC như qui định trong phương pháp này. Nếu cần, tiến hành so sánh hàng ngày ICV và CCV với đường chuẩn hiệu chỉnh cho phép.

- 7.6.1 Nhôm:** Hoà tan 1000 g nhôm kim loại trong HCl loãng ấm và pha loãng đến 1 L bằng nước.
- 7.6.2 Antimon:** Cân cẩn thận 2,743 g Kali antimon tartrat, $K(SbO)C_4H_4O_6 \cdot 1/2 H_2O$ và hoà tan trong nước. Pha loãng đến 1 L bằng nước.
- 7.6.3 Bari:** Hoà tan 1,779 g bari clorua, $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ cấp độ phân tích và pha loãng thành 1 L bằng nước.
- 7.6.4 Berry:** Hoà tan 11,659 g berry sunphat, $BeSO_4$ vào nước có chứa 2 mL axit nitric (đậm đặc) và pha loãng đến 1 L bằng nước.
- 7.6.5 Cadmi:** Hoà tan 1,000 g cadmi kim loại trong 20 mL HNO_3 1:1 và pha loãng đến 1 L bằng nước.
- 7.6.6 Canxi:** Cho 2,500 g canxi cacbonat $CaCO_3$ đã sấy khô ở 180 °C trong thời gian 1 giờ vào nước và hoà tan bằng cách thêm một lượng nhỏ HCl loãng. Pha loãng thành 1 L bằng nước.
- 7.6.7 Crom:** Hoà tan 1,923 g crom trioxit, CrO_3 trong nước, axit hoá (tới pH=2) bằng HNO_3 (đậm đặc) đã được cất lại và pha loãng thành 1 L bằng nước.
- 7.6.8 Coban:** Hoà tan 1,000 g coban kim loại trong 20 mL HNO_3 1: 1 và pha loãng đến 1 L bằng nước. Có thể sử dụng muối clorua hoặc nitrat của coban (II). Không nên sử dụng một số dạng hydrat nếu không biết chính xác thành phần hợp chất.
- 7.6.9 Đồng:** Hoà tan 1,000 g đồng điện phân vào 5 mL HNO_3 (đậm đặc) đã được cất lại và pha loãng thành 1 L bằng nước.
- 7.6.10 Sắt:** Hoà tan 1,000 g dây sắt trong 10 mL HNO_3 (đậm đặc) đã được cất lại và pha loãng thành 1 L bằng nước. Chú ý rằng sắt bị thụ động trong HNO_3 đậm đặc nên cần bổ sung một ít nước.
- 7.6.11 Chi:** Hoà tan 1,599 g chi nitrat, $Pb(NO_3)_2$ trong nước, axít hoá bằng 10 mL HNO_3 đậm đặc đã được cất lại và pha loãng đến 1 L bằng nước.
- 7.6.12 Liti:** Hoà tan 5,324 g liti cacbonat, Li_2CO_3 trong một ít HCl 1:1 và pha loãng thành 1 L bằng nước.
- 7.6.13 Magiê:** Hoà tan 1,000 g magiê kim loại, trong 20 mL HNO_3 1:1 và pha loãng đến 1 L bằng nước.
- 7.6.14 Mangan:** Hoà tan 1,000 g mangan kim loại trong 10 mL HNO_3 đậm đặc cất lại và pha loãng đến 1 L bằng nước.

TCVN 8246 : 2009

7.6.15 Molybden: Hoà tan 1,840 g amoni molybdat ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) và pha loãng thành 1 L bằng nước.

7.6.16 Niken: Hoà tan 1,000 g niken kim loại hoặc 4,953 g niken nitrat, $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ trong 10 mL HNO_3 (đậm đặc) và pha loãng thành 1 L bằng nước.

7.6.17 Osmi: Mua dung dịch chuẩn đã được công nhận từ nhà cung cấp và kiểm định bằng cách so sánh với chuẩn thứ cấp. Nếu cần, dung dịch tiêu chuẩn có thể chuẩn bị từ hợp chất osmi. Tuy nhiên, do tính độc của hợp chất này nên cần phải hạn chế tiếp xúc.

7.6.18 Kali: Hoà tan 1,907 g kali clorua, KCl đã sấy ở 110 °C vào trong nước và pha loãng thành 1 L bằng nước.

7.6.19 Bạc: Hoà tan 1,575 g bạc nitrat khan, AgNO_3 trong nước. Thêm 10 mL HNO_3 (đậm đặc) và pha loãng thành 1 L bằng nước. Lưu giữ trong chai thuỷ tinh tối màu và trong tủ lạnh.

7.6.20 Natri: Hoà tan 2,542 g natri clorua, NaCl trong nước, axit hoá bằng 10 mL HNO_3 (đậm đặc) cất lại và pha loãng thành 1 L bằng nước.

7.6.21 Strotri: Hoà tan 2,415 g strotri nitrat, $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$, trong 10 mL HCl đậm đặc và 700 mL nước. Pha loãng thành 1 L bằng nước.

7.6.22 Thalli: Hoà tan 1,303 g thalli nitrat, TlNO_3 trong nước, axit hoá (tới pH=2) bằng 10 mL HNO_3 đậm đặc. Pha loãng thành 1 L bằng nước.

7.6.23 Thiếc: Hoà tan 1,000 g thiếc kim loại trong 100 mL HCl đậm đặc và pha loãng thành 1 L bằng nước.

7.6.24 Vanadi: Hoà tan 1,785 g vanadi pentoxit, V_2O_5 , trong 10 mL HNO_3 đậm đặc và pha loãng thành 1 L bằng nước.

7.6.25 Kẽm: Hoà tan 1,000 g kẽm kim loại trong 10 mL HNO_3 đậm đặc và pha loãng thành 1 L với nước.

7.7 Dung dịch nhôm nitrat: Hoà tan 139 g nhôm nitrat, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ trong 150 mL nước, đun nóng để tăng hoà tan. Để nguội, thêm nước đến vạch 200 mL.

Thêm 2 mL dung dịch này vào 100 mL các dung dịch chuẩn và mẫu.

7.8 Dung dịch lantan clorua/kali clorua: Hoà tan 11,73 g lantan oxit, La_2O_3 vào lượng nhỏ (khoảng 50 mL) HCl đậm đặc. Thêm 1,91 g kali clorua, KCl. Để dung dịch nguội đến nhiệt độ phòng và pha loãng thành 100 mL bằng nước.

Cảnh báo: Phản ứng xảy ra rất mạnh.

Đổ axit vào từ từ từng ít một để kiểm soát được mức độ phản ứng khi trộn.

7.9 Mẫu trắng

Trừ Method 3040, mọi phương pháp đều cần chuẩn bị hai loại mẫu trắng để dùng phân tích. Dùng dung dịch hiệu chuẩn trắng để dựng đường phân tích và phương pháp mẫu trắng được dùng để xác định nguồn gốc nhiễm bẩn là từ thuốc thử (axit) hay thiết bị sử dụng trong quá trình xử lý mẫu kể cả quá trình lọc.

7.9.1 Mẫu trắng hiệu chuẩn được chuẩn bị bằng cách axit hoá nước đến cùng nồng độ axit có trong dung dịch chuẩn và mẫu. Chuẩn bị một lượng đủ để phun rửa hệ thống giữa dung dịch chuẩn và mẫu. Sử dụng mẫu trắng hiệu chuẩn với tất cả các xác định hiệu chuẩn ban đầu (ICB) và xác định mẫu trắng hiệu chuẩn trong quá trình đo (CCB).

7.9.2 Phương pháp mẫu trắng phải chứa tất cả các thuốc thử với cùng thể tích đã dùng trong quá trình xử lý mẫu. Phương pháp mẫu trắng phải được thực hiện theo qui trình hoàn chỉnh và có cùng nồng độ axit trong dung dịch cuối cùng cũng như trong dung dịch mẫu đã dùng để phân tích (tham khảo 9.5)

7.10 Mọi chuẩn kiểm chuẩn ban đầu (ICV) do người phân tích chuẩn bị (hoặc mua) bằng cách kết hợp các nguyên tố tương thích từ nguồn chuẩn khác với dung dịch tiêu chuẩn, có nồng độ gần với điểm giữa của đường chuẩn (xem 10.2.1 về sử dụng). Cũng có thể mua dung dịch tiêu chuẩn.

7.11 Dung dịch chuẩn kiểm định hiệu chuẩn liên tục (CCV) cần phải được chuẩn bị với cùng nền axit, được sử dụng trong dung dịch chuẩn được dùng để hiệu chuẩn, có nồng độ gần với điểm giữa của đường chuẩn (xem 10.2.2 về sử dụng).

8 Lấy, lưu giữ và bảo quản mẫu

Xem tài liệu hướng dẫn trong Chương ba, "chất phân tích vô cơ".

9.0 Kiểm soát chất lượng

9.1 Tham khảo Chương một về điều khoản hướng dẫn bổ sung đảm bảo chất lượng (QA) và kiểm soát chất lượng (QC). Nếu có những trái ngược giữa các hướng dẫn QC, thì chuẩn cứ QC phương pháp cụ thể cần được ưu tiên hơn chuẩn cứ kỹ thuật cụ thể và các chuẩn cứ được nêu trong Chương một; chuẩn cứ QC kỹ thuật cụ thể ưu tiên hơn chuẩn cứ trong chương một. Việc thu thập số liệu phân tích cần phải bao gồm xây dựng tài liệu kế hoạch có cấu trúc hệ thống và, ví dụ như kế hoạch dự án đảm bảo chất lượng (QAPP) hoặc kế hoạch lấy mẫu và phân tích (SAP), với các đối tượng cụ thể và hướng dẫn kỹ thuật thực hiện để thu được các kết quả để ra. Mỗi phòng thí nghiệm cần phải duy trì một chương trình đảm bảo chất lượng chính thức. Phòng thí nghiệm cũng cần phải duy trì các hồ sơ được lập thành tài liệu về chất lượng các số liệu thu được. Tất cả các bảng số liệu và số liệu kiểm soát chất lượng cần phải được duy trì để tham khảo và thanh tra.

TCVN 8246 : 2009

9.2 Tham khảo các Method 3000 (Method 3005, 3010, 3015, 3031, 3040, 3050, 3051, hoặc 3052) về qui trình QC phù hợp để đảm bảo thao tác phù hợp các kỹ thuật chuẩn bị mẫu khác nhau

9.3 Giới hạn phát hiện của thiết bị (IDL) là tiêu chí hữu ích để đánh giá mức độ nhiễu của thiết bị và những thay đổi tương ứng theo thời gian đối với từng chất phân tích của mẫu trắng phân tích để xác định nồng độ tính toán. Không được nhầm các giới hạn này với giới hạn định lượng dưới, cũng như không được sử dụng chúng để thiết lập giới hạn này. Có thể so sánh IDL tính toán được với giới hạn định lượng dưới đã được thiết lập, tuy nhiên cần hiểu rằng giới hạn định lượng dưới phải kiểm định theo hướng dẫn trong phần 10.2.3.

IDL tính bằng $\mu\text{g/L}$ có thể được ước lượng bằng cách tính trung bình độ lệch chuẩn của 3 lần chạy trên ba ngày không liên tục từ phân tích dung dịch mẫu trắng với bảy phép đo liên tục trong ngày. Mỗi phép đo cần phải được thực hiện như một mẫu phân tích riêng biệt (nghĩa là mỗi phép đo phải tuân theo bởi quy trình rửa và/hoặc bất kỳ một quy trình thực hiện thông thường khi phân tích các mẫu riêng biệt). Cần phải xác định IDL ít nhất ba tháng một lần hoặc theo tần suất thiết kế riêng quy định cho từng đối tượng cụ thể và được giữ trong nhật ký của thiết bị.

9.4 Chứng minh năng lực

Mỗi phòng thí nghiệm phải chứng minh năng lực với mỗi lần chuẩn bị mẫu (các Method 3000) và xác định các phương pháp kết hợp sử dụng để thu được số liệu có độ chính xác hợp lý đáp ứng mục tiêu phân tích trong một nền mẫu sạch. Trường hợp sử dụng phương pháp bơm mẫu tự động để thực hiện pha loãng mẫu, trước khi thực hiện phòng thí nghiệm phải đảm bảo rằng kết quả của việc sử dụng phương pháp này có độ chính xác bằng hoặc lớn hơn việc thực hiện thủ công của người phân tích có kinh nghiệm. Phòng thí nghiệm cũng đảm bảo tương tự về hiệu quả khi sử dụng các nhân viên mới được đào tạo hoặc có những thay đổi đáng kể trong thiết bị đo đạc.

9.5 Nếu thực hiện đối với từng mẻ mẫu, ít nhất một mẫu trắng phương pháp phải được tiến hành trong suốt quá trình chuẩn bị mẫu và quá trình phân tích, như được mô tả trong chương một. Mẫu trắng phương pháp được chuẩn bị bằng cách sử dụng cùng khối lượng hoặc thể tích nước như ở phương pháp chuẩn bị, và sau đó tiến hành theo các bước phù hợp với quá trình phân tích. Các bước này ít nhất có thể bao gồm lọc trước, pha mẫu, pha loãng, lọc mẫu và phân tích. Nếu mẫu trắng không chứa các chất cần phân tích gây cản trở trong trường hợp DQOs cụ thể thì có thể sử dụng mẫu trắng.

Trường hợp không có DQOs cụ thể của đối tượng quan tâm, nếu mẫu trắng nhỏ hơn 10 % giới hạn dưới của nồng độ mẫu kiểm tra định lượng, nhỏ hơn 10 % của giới hạn quy định, hoặc nhỏ hơn 10 % nồng độ mẫu thấp nhất đối với từng chất phân tích trong loạt chuẩn bị đã chọn, thì mẫu trắng phương pháp có thể chấp nhận được. Trường hợp mẫu trắng không chấp nhận được thì cần phải làm lại mẫu trắng một lần nữa, và nếu vẫn không chọn được thì phải chuẩn bị lại tất cả các mẫu và phân tích lại theo mẫu QC của loạt mẫu phù hợp khác. Các mẫu trắng này có tác dụng trong việc xác định nếu mẫu bị nhiễm bẩn. Nếu mẫu trắng vượt qua tiêu chuẩn cho phép, nhưng các mẫu đều dưới mức báo cáo hoặc dưới mức

cảnh báo chấp nhận được hoặc DQO khác, thì dữ liệu đo được có thể được sử dụng dù mẫu trắng bị nhiễm bẩn. Tham khảo chương một về điều khoản phù hợp khi phân tích mẫu trắng.

9.6 Mẫu kiểm soát phòng thí nghiệm (LCS)

Đối với mỗi loạt mẫu phân tích, phải thực hiện ít nhất một LCS trong suốt quá trình chuẩn bị mẫu và quá trình phân tích như mô tả trong Chương một. Mẫu kiểm soát phòng thí nghiệm cần phải được thêm chuẩn với từng chất cần phân tích tại mức hành động cụ thể của dự án hoặc tại điểm giữa của khoảng động tuyến tính khi không có mức cảnh báo chấp nhận được của đối tượng được định ra trong tài liệu về kế hoạch dự án cụ thể hoặc xây dựng tại phòng thí nghiệm trên cơ sở các dữ liệu cũ. Nếu không có mức chuẩn của đối tượng cụ thể hoặc mức chuẩn từ các số liệu trước đây, thì giới hạn được xác định ở mức không vượt quá $\pm 20\%$ giá trị thêm vào. Nếu mẫu phòng thí nghiệm không được chấp nhận, thì phải làm lại, và nếu vẫn không được chấp nhận thì tất cả mẫu phải chuẩn bị lại và phân tích lại.

Nên sử dụng các mẫu so sánh chuẩn (SRM) có chứa các chất phân tích quan tâm đã biết và có thể dùng làm mẫu LCS. Đối với SRM thể rắn, có thể không đạt được độ chính xác 80% đến 120% và tiêu chuẩn cho phép do nhà sản xuất xây dựng có thể áp dụng cho SRM đất.

9.7 Mẫu nền thêm chuẩn, mẫu kép không thêm chuẩn, hoặc mẫu nền kép thêm chuẩn (MS/Dup hoặc MS/MSD)

Đối với loạt chuẩn bị có chứa các đặc tính mẫu tương tự nhau, phải lập thành tài liệu những ảnh hưởng của nền, phải phân tích ít nhất một nền mẫu thêm chuẩn và một nền mẫu kép không thêm chuẩn hoặc một nền mẫu thêm chuẩn/nền mẫu thêm chuẩn kép. Lựa chọn và chuẩn bị, phân tích mẫu đúp hay nền mẫu thêm chuẩn/nền mẫu thêm chuẩn kép phải dựa thành phần hoá học của mẫu trong mẻ mẫu hoặc căn cứ theo ghi chú trong các tài liệu về kế hoạch cụ thể của đối tượng. Nếu dự đoán mẫu có chứa các chất cần phân tích, thì phòng thí nghiệm có thể dùng một nền mẫu đã thêm chuẩn và phân tích đúp mẫu thực chưa thêm chuẩn. Nếu mẫu dự đoán không chứa các chất cần phân tích, phòng thí nghiệm sử dụng một nền mẫu đã thêm chuẩn và cặp nền mẫu kép đã thêm chuẩn.

Đối với từng loạt mẫu, phải thực hiện hoàn chỉnh ít nhất một mẫu Ms/Dup hoặc MS/MSD theo đúng quy trình chuẩn bị mẫu và phân tích như mô tả trong chương một. Mẫu MS/MSD là mẫu chia tách trong phòng thí nghiệm thêm chuẩn với các nồng độ xác định cho từng chất cần phân tích. Việc thêm chuẩn thực hiện trước khi chuẩn bị và phân tích mẫu. Sử dụng một mẫu MS/Dup hoặc MS/MSD để lập tài liệu về độ lệch và độ chụm của phương pháp trong nền mẫu đã cho trước.

Tham khảo Chương một về định nghĩa độ lệch và độ chụm, và để các điều khoản giảm trừ để thu được số liệu chuẩn. Mẫu MS/MSD cần phải được thêm chuẩn tại cùng một mức độ, và với cùng vật liệu thêm chuẩn, tương ứng như mẫu kiểm soát phòng thí nghiệm ở mức hành động cụ thể của dự án hoặc nếu không có mức cảnh báo chấp nhận được của đối tượng thì lấy tại điểm giữa của khoảng động tuyến tính. Phải xác định chuẩn cho phép trong tài liệu kế hoạch của từng đối tượng cụ thể hoặc thiết lập dựa trên số liệu phân tích cũ của các nền đã có tại phòng thí nghiệm. Nếu xác định được chuẩn cho phép

của từng đối tượng cụ thể hoặc từ các số liệu đã có, thì các giới hạn này cần phải đạt ở $\pm 25\%$ giá trị đã thêm chuẩn với độ lệch là 20 % phần trăm sai khác tương đối (RPD) so với độ chụm. Giới hạn cho phép lấy từ các số liệu cũ không được quá $\pm 25\%$ với độ lệch chuẩn và 20 % đối với độ chụm. Tham khảo Chương một về các hướng dẫn thêm. Trường hợp độ lệch và độ chụm nằm ngoài giới hạn kiểm soát phòng thí nghiệm, nếu phần trăm thu hồi nhỏ hơn 75 % hoặc lớn hơn 125 %, hoặc nếu phần trăm sai khác tương đối lớn hơn 20 %, thì cần phải tiến hành thử nghiệm cản trở được nêu trong 9.8.

9.7.1 Phần trăm sai khác tương đối giữa nền mẫu kép đã thêm chuẩn hoặc mẫu kép chưa thêm chuẩn được xác định bằng công thức như sau:

$$RPD = \frac{|D_1 - D_2|}{\left(\frac{D_1 + D_2}{2}\right)} \times 100$$

Trong đó

RPD là độ sai khác phần trăm tương đối

D_1 là giá trị mẫu thứ nhất,

D_2 là giá trị mẫu thứ hai (mẫu kép đã thêm chuẩn hoặc chưa thêm chuẩn)

9.7.2 Độ thu hồi mẫu đã thêm chuẩn hoặc mẫu kép thêm chuẩn cần phải nằm trong khoảng $\pm 25\%$ của giá trị thực tế, hoặc nằm trong giới hạn cho phép đã được lập thành tài liệu đối với mỗi nền.

9.8 Trường hợp dữ liệu thu được có độ lệch và độ hội tụ dưới mức cho phép, nên tiến hành thêm việc kiểm soát chất lượng trước khi báo cáo nồng độ của từng nguyên tố trong phương pháp này. Phải tiến hành thử nghiệm tối thiểu với từng loạt mẫu đã chuẩn bị/ phân tích cho kết quả không được chấp nhận được đưa ra trong phần 9.8 và 9.8.2. Các thử nghiệm này nhằm loại bỏ các sai sót đo lường của tất cả các nguyên tố cũng như sai sót xác định độ chính xác của giá trị nồng độ đã xác định. Trường hợp xác định có tác động ảnh hưởng của nền mẫu, phòng thí nghiệm phải trao đổi với người sử dụng dữ liệu để thực hiện hiệu chỉnh, có thể sử dụng qui trình thử nghiệm cải tiến hoặc thay thế hoặc sử dụng một phương pháp thêm chuẩn để phân tích không bị ảnh hưởng bởi các yếu tố tương tự.

9.8.1 Thêm chuẩn sau phá mẫu

Mẫu giống nhau từ phần mẫu MS/MSD đã được chuẩn bị cũng cần phải được thêm chuẩn với mẫu thêm chuẩn sau phá mẫu (Giả thiết không chấp nhận các mẫu thu hồi MS/MSD). Ngoài ra, có thể dùng mẫu khác từ cùng lần chuẩn bị làm mẫu thay thế. Chất phân tích được thêm vào phần mẫu đã được chuẩn bị hoặc đã pha loãng, và cần phải có độ thu hồi nằm trong khoảng 80 % đến 120 % của giá trị đã biết. Tiến hành thêm chuẩn ở mức tối thiểu 10 lần và mức tối đa là 100 lần mức giới hạn dưới định lượng. Trường hợp không xác định được mức thêm chuẩn, cần tiến hành thử nghiệm pha loãng mẫu (phần 9.8.2) cần phải được tiến hành trên mẫu này. Trường hợp cả mẫu Ms/MSD và mẫu thêm chuẩn sau phá mẫu đều không xác định được chúng tỏ nền đã ảnh hưởng đến mẫu.

9.8.2 Thử nghiệm pha loãng

Trường hợp nồng độ chất phân tích đủ lớn (tối thiểu, gấp 10 lần giới hạn định lượng dưới sau khi pha loãng) cần tiến hành phân tích mẫu pha loãng theo tỷ lệ 1:5 trong khoảng $\pm 10\%$ của nồng độ ban đầu. Nếu không, cần dự đoán ảnh hưởng cản trở hoá học hoặc lý học. Trường hợp không xác định được mức thêm chuẩn sau pha mẫu hoặc kết quả thử nghiệm pha loãng không được chấp nhận, phải dùng phương pháp thêm chuẩn làm phương pháp định lượng ban đầu cho tất cả các mẫu trong mẻ chuẩn bị có liên quan.

9.9 Nên sử dụng phương pháp thêm chuẩn (MSA) trong trường hợp nền mẫu quá phức tạp: độ nhớt, sức căng bề mặt và các thành phần không tương thích đúng theo tiêu chuẩn (xem 9.10 dưới đây). Có thể sử dụng nền mẫu khác có cải tiến, thay đổi các điều kiện nhiệt độ, dùng các phương pháp chuẩn bị mẫu khác hoặc các phương pháp phân tích khác để phù hợp với đặc trưng mẫu. Phần 9.8 trình bày thử nghiệm để xác định chất cản trở tiềm ẩn và đánh giá sự cần thiết sử dụng MSA.

9.10 Phương pháp thêm chuẩn: Kỹ thuật thêm chuẩn là quá trình thêm lượng chuẩn đã biết vào một hoặc nhiều phần mẫu thử của dung dịch mẫu đã chuẩn bị. Kỹ thuật này có tác dụng bổ sung cho mẫu phần đã bị giảm hoặc tăng tín hiệu chất phân tích, tạo ra độ dốc khác so với dung dịch hiệu chuẩn. Kỹ thuật này không hiệu chỉnh được các chất cản trở bổ sung làm thay đổi đường nền. Phương pháp thêm chuẩn có thể phù hợp cho phân tích các phần chiết ra từ các mẫu để xuất phân tích lại trong trường hợp phân tích một nền mẫu mới và tất cả các mẻ đều không tiến hành thử nghiệm thu hồi.

9.10.1 Kỹ thuật đơn giản nhất là phương pháp thêm chuẩn đơn, trong đó lấy hai phần dung dịch mẫu thử đồng nhất, mỗi phần có thể tích V_1 . Thêm vào phần thứ nhất (đánh dấu A) thể tích V_2 đã biết dung dịch chất phân tích chuẩn có nồng độ C_2 . Thêm vào phần thứ hai (đánh dấu B) cùng thể tích V_2 của nước. Tín hiệu phân tích A và B được đo và hiệu chỉnh đối với tín hiệu chất không phân tích. Nồng độ mẫu chưa biết C_x được tính như sau:

$$C_x = \frac{S_B V_2 C_2}{(S_A - S_B) V_1}$$

Trong đó:

S_A và S_B là tín hiệu phân tích (hiệu chỉnh mẫu trắng) của dung dịch A và B tương ứng. V_1 và C_2 được chọn sao cho S_A bằng hai lần trung bình S_B , tránh vượt pha loãng mẫu quá mức. Nếu sử dụng bước tách hoặc cô đặc, thì việc thêm chuẩn được thực hiện trước tiên và tiến hành trong toàn bộ qui trình.

9.10.2 Có thể sử dụng một dãy dung dịch thêm chuẩn để cho kết quả chính xác hơn. Chọn các thể tích mẫu bằng nhau, bổ sung các dung dịch chuẩn có chứa lượng chất phân tích đã biết khác nhau và tất cả dung dịch được pha loãng để thể tích cuối cùng là như nhau. Ví dụ, dung dịch thêm chuẩn 1 cần phải chuẩn bị sao cho nồng độ cuối cùng xấp xỉ khoảng 50% của độ hấp thụ dự đoán so với chất phân tích đã có trong mẫu. Dung dịch thêm chuẩn 2 và 3 cần phải được chuẩn bị sao cho nồng độ khoảng 100 và 150 phần trăm của độ hấp thụ mẫu dự đoán đã có. Độ hấp thụ của mỗi dung dịch được xác định

và sau đó được đánh dấu lên trục tung của đồ thị, với nồng độ của dung dịch chuẩn đã biết vẽ lên trục hoành. Đường ngoại suy kết quả hấp thụ cắt trục hoành ở điểm có độ hấp thụ bằng 0 chính là nồng độ ban đầu của chất phân tích trong mẫu. Toạ độ về phía trái của gốc toạ độ được chia cùng tỷ lệ với toạ độ phía bên phải nhưng trong hướng đối xứng qua gốc toạ độ. Ví dụ được trình bày trong Hình 1. Sử dụng chương trình hồi qui tuyến tính để xác định nồng độ tại điểm cắt.

9.10.3 Cần lưu ý những hạn chế sau để có được kết quả chính xác khi sử dụng phương pháp kỹ thuật MSA này:

1. Nồng độ xuất hiện từ đường chuẩn phải là tuyến tính (0,995 hoặc lớn hơn) trong khoảng nồng độ quan tâm. Để kết quả chính xác nhất, độ dốc của điểm MSA cần phải càng gần giống với độ dốc của đường chuẩn.
2. Ảnh hưởng của chất cản trở không được thay đổi khi thay đổi nồng độ chất phân tích ở nền mẫu, và việc thêm dung dịch chuẩn cần phải đưa ra tin hiệu trả lời theo cùng cách như chất phân tích.
3. Đảm bảo không có chất cản trở phổ và phải hiệu chỉnh đối với chất cản trở nền không đặc thù.

9.11 Các phân tích vết đòi hỏi sử dụng hoá chất chuẩn bị sạch và kỹ thuật phân tích. Chương ba trình bày một số hướng dẫn giảm thiểu nhiễm bẩn mẫu trắng phân tích.

10 Hiệu chuẩn và tiêu chuẩn hoá

10.1 Tiêu chuẩn hiệu chuẩn: đối với các thiết bị không xác định được nồng độ trực tiếp, phải xác định đường hiệu chuẩn có thể bao trùm được khoảng nồng độ phù hợp. Thông thường, cách chuẩn bị mẫu trắng và mẫu chuẩn cho độ hấp thụ từ 0,0 đến 0,7. Dung dịch chuẩn hiệu chuẩn có thể được chuẩn bị bằng cách pha loãng dung dịch kim loại gốc trong cùng axit và nồng độ axit như trong mẫu.

10.1.1 Dung dịch chuẩn hiệu chuẩn có thể được chuẩn bị mới sau mỗi mẻ mẫu phân tích. Trường hợp dung dịch ICV được chuẩn bị hàng ngày và ICV được phân tích trong chuẩn cho phép, thì dung dịch chuẩn hiệu chuẩn không cần phải chuẩn bị hàng ngày và có thể được chuẩn bị và bảo quản chừng nào độ bền của dung dịch chuẩn hiệu chuẩn có thể được kiểm định thông qua việc sử dụng ICV. Trường hợp ICV nằm ngoài chuẩn cho phép thì dung dịch chuẩn hiệu chuẩn phải được chuẩn bị mới và thiết bị cần hiệu chuẩn lại. Chuẩn bị mẫu trắng và ít nhất ba dung dịch chuẩn hiệu chuẩn theo lượng chia nằm trong khoảng tuyến tính phù hợp của đường chuẩn.

10.1.2 Dung dịch chuẩn hiệu chuẩn cần phải được chuẩn bị sử dụng cùng loại axit hoặc kết hợp các axit có cùng nồng độ như sẽ thu được trong qui trình chuẩn bị mẫu dưới đây.

10.1.3 Hút dung dịch và ghi lại kết quả từ dung dịch trắng hiệu chuẩn cho đến dung dịch chuẩn có nồng độ cao nhất. Lập lại thao tác với cả dung dịch chuẩn hiệu chuẩn và mẫu với đủ số lần cần thiết để xác định được giá trị trung bình của từng dung dịch. Luôn luôn phải xác định đường hiệu chuẩn.

10.2 Đường hiệu chuẩn phải xác định hàng ngày với tối thiểu một mẫu trắng và ba dung dịch chuẩn. Đường chuẩn phải tuyến tính và có hệ số tương quan ít nhất là 0,995.

10.2.1 Sau hiệu chuẩn ban đầu, đường chuẩn phải được kiểm định bằng cách dùng một dung dịch trắng chuẩn đầu (ICB) và dung dịch chuẩn kiểm định hiệu chuẩn đầu (ICV). Dung dịch chuẩn ICV phải được chuẩn bị từ vật liệu độc lập (nguồn thứ hai) nằm gần điểm giữa. Chuẩn cho phép với dung dịch chuẩn ICV phải là $\pm 10\%$ của giá trị thực và ICB phải không chứa các chất cần phân tích tại hoặc trên giới hạn định lượng thấp nhất để đường chuẩn là đúng. Trường hợp đường chuẩn không được kiểm định trong giới hạn qui định, phải xác định nguyên nhân và hiệu chuẩn lại thiết bị trước khi mẫu được phân tích. Số liệu phân tích đối với ICV phải được lưu giữ trong hồ sơ với các số liệu phân tích mẫu.

10.2.2 Đường hiệu chuẩn cũng phải được kiểm định tại thời điểm cuối cùng của mỗi mẻ phân tích hoặc sau mỗi 10 mẫu bằng cách dùng dung dịch trắng hiệu chuẩn liên tục (CCB) và dung dịch chuẩn kiểm định hiệu chuẩn liên tục (CCV). Dung dịch chuẩn (CCV) cần phải được chuẩn bị từ cùng vật liệu với dung dịch hiệu chuẩn ban đầu tại điểm giữa hoặc gần giữa khoảng chuẩn. Chuẩn cho phép với dung dịch chuẩn CCV phải là $\pm 10\%$ giá trị thực và CCB phải không chứa các chất cần phân tích nằm tại hoặc trên giới hạn định lượng thấp nhất để đường chuẩn là chính xác. Trường hợp không xác định được đường chuẩn trong giới hạn qui định, phải dừng ngay quá trình phân tích mẫu và tiến hành xác định nguyên nhân, hiệu chuẩn lại thiết bị. Phải phân tích lại tất cả các mẫu sau mẫu cuối cùng thoả mãn CCV/CCB. Số liệu phân tích đối với CCV/CCB phải được lưu giữ trong hồ sơ cùng với các số liệu phân tích mẫu.

10.2.3 Giới hạn định lượng dưới cần phải được thiết lập cho tất cả các chất phân tích đối với mỗi loại nền mẫu phân tích và cho mỗi phương pháp chuẩn bị được dùng và cho từng thiết bị. Các giới hạn này phải được xác định trên cơ sở kiểm tra giới hạn định lượng dưới của các mẫu hoặc từ dung dịch chuẩn kiểm tra hiệu chuẩn mức thấp và được coi là các nồng độ báo cáo của phòng thí nghiệm với độ tin cậy thấp nhất.

10.2.3.1 Mẫu kiểm tra giới hạn định lượng dưới

Cần phải phân tích mẫu kiểm tra giới hạn định lượng dưới (LLQC) sau khi thiết lập các giới hạn báo cáo dưới của phòng thí nghiệm và là cơ sở chứng tỏ khả năng phân tích của phòng thí nghiệm. Điều kiện lý tưởng là chuẩn bị mẫu kiểm tra và dung dịch tiêu chuẩn kiểm định mức thấp ở cùng nồng độ với điểm khác biệt là toàn bộ quy trình chuẩn bị và phân tích được thực hiện trên mẫu LLQC. Giới hạn định lượng dưới được kiểm định nếu tất cả các chất phân tích trong mẫu LLQC được phát hiện trong khoảng $\pm 30\%$ của giá trị thực. Sử dụng kiểm tra này để thiết lập và xác nhận giới hạn định lượng thấp nhất.

10.2.3.2 Việc xác định Giới hạn định lượng dưới sử dụng nước biểu thị cho trường hợp tốt nhất và không thể hiện khả năng ảnh hưởng nền mẫu lên các mẫu thực tế. Việc áp dụng giới hạn định lượng dưới vào từng cơ sở dự án cụ thể thông qua việc thiết lập các dữ liệu mục tiêu chất lượng, các nghiên

cầu nền cụ thể thêm chuẩn mức thấp có thể cung cấp số liệu cho người sử dụng với chỉ báo đáng tin cậy hơn với phương pháp thực tế có độ nhạy và khả năng phát hiện thấp.

10.3 Mỗi dung dịch chuẩn nên phân tích (bơm vào) hai lần và lấy giá trị trung bình. Các giá trị tiêu chuẩn nhắc lại cần phải nằm trong khoảng $\pm 10\%$ RPD.

10.4 Trường hợp tiến hành phân tích vết, nên thiết lập tiêu chuẩn hiệu chuẩn thấp nhất tại giới hạn định lượng dưới của phòng thí nghiệm. Phòng thí nghiệm có thể sử dụng giới hạn báo cáo nằm dưới giới hạn định lượng dưới nhưng tất cả các giá trị đã báo cáo dưới tiêu chuẩn thấp cần phải được báo cáo là các giá trị ước lượng.

11 Qui trình

11.1 Xử lý sơ bộ chất thải rắn và chất thải lỏng luôn luôn là cần thiết do tính phức tạp và tính đa dạng của nền mẫu. Chất rắn, bùn và vật liệu lơ lửng phải qua quá trình hoà tan trước khi phân tích. Quá trình này có thể thay đổi phụ thuộc các kim loại được xác định và bản chất của mẫu được phân tích. Quy trình hoà tan và phá mẫu được trình bày trong Chương ba. Các mẫu cần phân tích phải hoà tan các thành phần, không cần phá mẫu nếu chúng đã được lọc và sau đó axit hoá. Xem chú thích trong 1.1.

11.2 Tất cả phân tích hấp thụ nguyên tử phải được thực hiện sử dụng phương pháp hiệu chỉnh nền phù hợp. Tham khảo Chương ba về thông tin liên quan đến hiệu chỉnh nền.

11.3 Không có các hướng dẫn chi tiết chung cho mọi loại thiết bị do sự khác nhau trong chế tạo và vận hành của các loại máy quang phổ hấp thụ nguyên tử. Người phân tích cần phải tuân theo hướng dẫn sử dụng của nhà sản xuất đối với từng thiết bị cụ thể.

11.3.1 Nhìn chung, sau khi lựa chọn đèn phù hợp cho phân tích, để đèn ấm ít nhất trong 15 phút.

11.3.2 Trong suốt giai đoạn này, điều chỉnh thiết bị, xác định vị trí của nguồn đơn sắc tại bước sóng chính xác, lựa chọn độ rộng khe ánh sáng đơn sắc phù hợp và điều chỉnh dòng hiện thời theo khuyến cáo của nhà sản xuất.

11.3.3 Bật ánh sáng của ngọn lửa và điều chỉnh dòng nhiên liệu và chất oxy hoá. Điều chỉnh đầu đốt và tốc độ dòng để phản ứng hấp thụ tối đa và ổn định. Giữ cân bằng máy quang phổ.

11.3.4 Chạy một dãy dung dịch tiêu chuẩn của các nguyên tố phân tích. Xây dựng đường chuẩn bằng cách xác định các điểm nóng độ của dung dịch chuẩn ứng với độ hấp thụ. Đặt đúng vị trí của thiết bị đọc nóng độ để có kết quả chính xác.

11.3.5 Hút mẫu và xác định nóng độ trực tiếp hoặc từ đường chuẩn. Các dung dịch tiêu chuẩn phải phân tích mỗi lần một mẫu hoặc phân tích các dãy mẫu.

12 Phân tích và tính toán số liệu

12.1 Để xác định nồng độ kim loại, đọc nồng độ từ đường chuẩn hoặc trực tiếp từ hệ thống đọc của thiết bị.

12.1.1 Trường hợp mẫu cần pha loãng:

$$\mu\text{g/L kim loại trong mẫu} = \frac{A(C + B)}{C}$$

Trong đó

A là nồng độ kim loại $\mu\text{g/L}$ trong phần mẫu thử đã pha loãng thu được từ đường chuẩn.

B là thể tích mẫu ban đầu, mL;

C là thể tích mẫu cuối cùng, mL.

12.1.2 Đối với mẫu rắn, tất cả nồng độ báo cáo theo đơn vị khối lượng. Đảm bảo rằng nếu khối lượng khô được sử dụng để phân tích thì phần trăm chất rắn được báo cáo với khách hàng.

$$\text{mg kim loại /kg mẫu} = \frac{A \times V}{W}$$

Trong đó:

A là nồng độ kim loại mg/L trong phần mẫu thử đã pha loãng thu được từ đường chuẩn.

V là thể tích cuối của mẫu đã xử lý, tính bằng lít;

W là trọng lượng mẫu, tính bằng kilogam.

12.1.3 Các lần kết hợp khác nhau không dùng cho mẫu và dung dịch chuẩn. Thay vào đó, cả mẫu và pha loãng dung dịch chuẩn đều phải tiến hành kết hợp đồng thời. Trường hợp mẫu cần pha loãng thì:

$$\mu\text{g/L kim loại trong mẫu} = \frac{Z(C + B)}{C}$$

Trong đó

Z là nồng độ kim loại $\mu\text{g/L}$ trong phần mẫu thử đã pha loãng thu được từ đường chuẩn hoặc thiết bị đọc.

B là thể tích ban đầu của mẫu, tính bằng mililit;

C là thể tích cuối cùng của mẫu, tính bằng mililit.

12.2 Kết quả cần phải báo cáo theo đơn vị tương ứng với mục đích sử dụng định trước và tất cả sự cần thiết pha loãng phải được tính toán trước khi điện toán hoá kết quả cuối cùng.

13 Phương pháp tiến hành

13.1 Số liệu thực hiện và thông tin liên quan được cung cấp trong Method SW-846 chỉ nhằm làm ví dụ và hướng dẫn. Số liệu không thể hiện tiêu chí yêu cầu thực hiện đối với người sử dụng các phương pháp. Thay vào đó, tiêu chuẩn thực hiện cần phải được xây dựng dựa trên cơ sở của một dự án cụ thể, và phòng thí nghiệm cần phải thiết lập các tiêu chuẩn trình bày QC trong phòng của mình để áp dụng phương pháp này. Số liệu tính năng này không nhằm để và không được phép sử dụng làm chuẩn cứ QC được chấp nhận cho các mục đích công nhận phòng thử nghiệm.

13.2 Đối với số liệu trình bày phù hợp, xem phương pháp trong Tài liệu tham khảo 1.

14 Ngăn ngừa ô nhiễm

14.1 Ngăn ngừa ô nhiễm là tổ hợp của tất cả các kỹ thuật làm giảm hoặc loại trừ số lượng và/hoặc độc tố của chất thải tại điểm phát thải. Có rất nhiều cơ hội ngăn ngừa ô nhiễm trong quá trình vận hành phòng thí nghiệm. EPA đã thiết lập một cấp bậc ưu tiên về kỹ thuật quản lý môi trường coi ngăn ngừa ô nhiễm là lựa chọn hàng đầu trong quản lý Nhân viên phòng thí nghiệm cần phải sử dụng các kỹ thuật ngăn ngừa ô nhiễm để có thể khoanh vùng phát thải. Nếu chất thải không được giảm tại nguồn, Cơ quan bảo vệ môi trường khuyến cáo tài chế như là sự lựa chọn tiếp theo.

14.2 Thông tin về ngăn ngừa ô nhiễm áp dụng cho các phòng thí nghiệm và viện nghiên cứu tham khảo: Less is better (ít thì tốt hơn) – Phòng thí nghiệm quản lý hoá chất giảm rác thải có tại Hiệp hội Hoá chất Mỹ thuộc vụ Chính sách Khoa học và các quan hệ Chính phủ, 1155, 16St., N.W.Washington, DC, 20036. <http://www.acs.org>.

15 Quản lý chất thải

Cơ quan bảo vệ môi trường yêu cầu thực hiện quản lý chất thải phòng thí nghiệm theo tất cả các điều lệ và qui định có thể áp dụng. Cơ quan này khuyến nghị các phòng thí nghiệm bảo vệ không khí, nước và đất đai bằng cách hạn chế tối đa và kiểm soát tất cả các phát thải từ vận hành tủ hút..., phù hợp với các quy định cho phép bằng văn bản về việc thải nước thải, và phải phù hợp với các qui định chất rắn và chất thải nguy hại, cụ thể là điều khoản phân loại chất thải nguy hại và luật thải bỏ chất thải đất. Thông tin thêm về quản lý chất thải, tham khảo *Sổ tay quản lý chất thải đối với nhân viên phòng thí nghiệm* của Hiệp hội hoá chất Mỹ American Chemical Society tại địa chỉ nêu trong phần 14.2.

16 Bảng, đồ thị, lưu đồ và tính đúng số liệu

Các trang dưới đây bao gồm các bảng và hình vẽ được tham khảo bởi phương pháp này. Lưu đồ về qui trình tiếp sau các bảng.

Bảng 1 – Ví dụ về giới hạn dưới định lượng của phương pháp hấp thụ nguyên tử và độ nhạy cho các chất phân tích trong nước

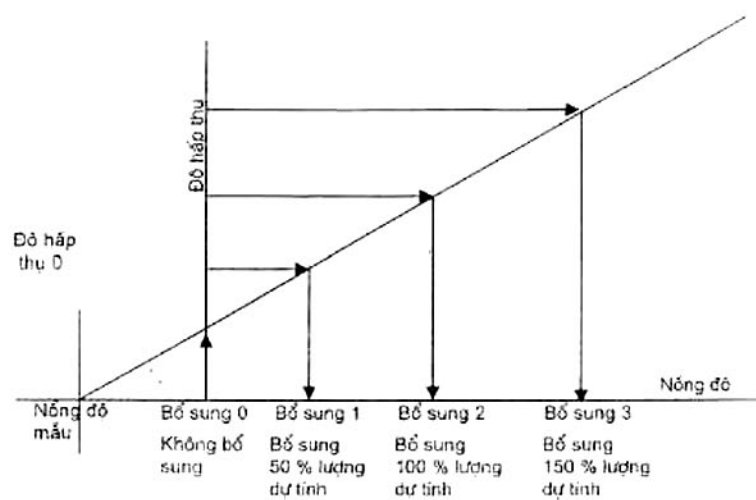
Hút mẫu trực tiếp.		
Kim loại	Giới hạn dưới định lượng (mg/l)	Độ nhạy (mg/l)
Alumi	0,1	1
Antimo	0,2	0,5
Bari	0,1	0,4
Berylli	0,005	0,025
Cadmi	0,005	0,025
Canxi	0,01	0,08
Chromi	0,05	0,25
Coban	0,05	0,2
Đồng	0,02	0,1
Sắt	0,03	0,12
Chi	0,1	0,5
Liti	0,002	0,04
Magie	0,001	0,007
Mangan	0,01	0,05
Molybden	0,1	0,4
Niken	0,04	0,15
Osmi	0,03	1
Kali	0,01	0,04
Bạc	0,01	0,06
Natri	0,002	0,015
Stronti	0,03	0,15
Thalli	0,1	0,5
Thiếc	0,8	4
Vanadi	0,2	0,8
Kẽm	0,005	0,02

Các số liệu trong bảng này chỉ để tham khảo.

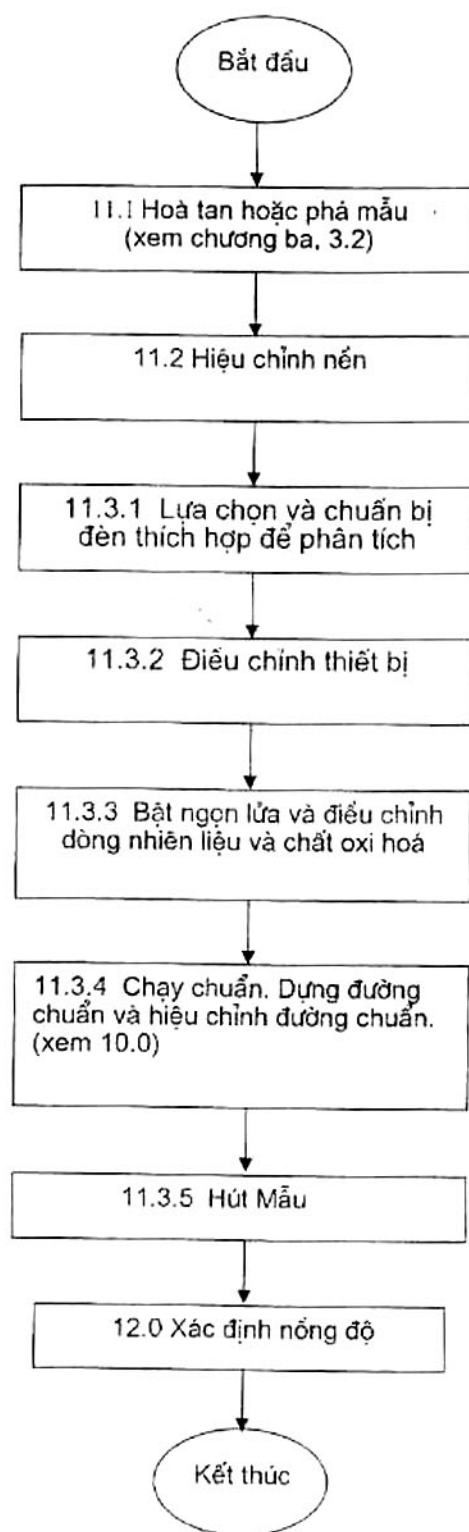
Bảng 2 – Thông số của thiết bị (tham khảo 1)

Nguyên tố	Bước sóng nm	Nhiên liệu	Chất oxy hoá	Loại ngọn lửa
Al	324,7	Axetylen	Oxit nitơ	Lửa lớn
Sb	<u>217,6</u> , 231,1	Axetylen	Không khí	Lửa bé
Ba	553,6	Axetylen	Oxit nitơ	Lửa lớn
Be	234,9	Axetylen	Oxit nitơ	Lửa lớn
Cd	228,8	Axetylen	Không khí	Lửa bé
Ca	422,7	Axetylen	Oxit nitơ	Cháy đều
Cr	357,9	Axetylen	Oxit nitơ	Lửa lớn
Co	240,7	Axetylen	Không khí	Lửa bé
Cu	324,7	Axetylen	Không khí	Lửa bé
Fe	<u>248,3</u> 248,8, 271,8 302,1, 252,7	Axetylen	Không khí	Lửa bé
Pb	<u>283,3</u> 217,0	Axetylen	Không khí	Lửa bé
Li	670,8	Axetylen	Không khí	Lửa bé
Mg	285,2	Axetylen	Không khí	Lửa bé
Mn	<u>279,5</u> 403,1	Axetylen	Không khí	Cháy đều
Mo	313,3	Axetylen	Oxit nitơ	Lửa lớn
Ni	<u>232,0</u> 352,4	Axetylen	Không khí	Lửa bé
Os	290,0	Axetylen	Oxit nitơ	Lửa lớn
K	766,5	Axetylen	Không khí	Lửa bé
Ag	328,1	Axetylen	Không khí	Lửa bé
Na	589,6	Axetylen	Không khí	Lửa bé
Sr	460,7	Axetylen	Không khí	Lửa bé
Tl	276,8	Axetylen	Không khí	Lửa bé
Sn	286,3	Axetylen	Oxit nitơ	Lửa lớn
V	318,4	Axetylen	Oxit nitơ	Lửa lớn
Zn	213,9	Axetylen	Không khí	Lửa bé

CHÚ THÍCH Nếu có nhiều bước sóng được liệt kê, thì bước sóng cơ bản là bước sóng được gạch dưới



Hình 1 – Các điểm thêm chuẩn



Hình 2 – Lưu đồ qui trình

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes; US. Environmental Protection Agency. Office of Research and Development. Environmental Monitoring and Support Laboratory. ORD Publication Offices of Center for Environmental Research Information: Cincinnati, OH, 1983; EPA-600/4-79-020.
 - [2] W.G. Rohrbough, et.al., Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications, 7th ed.; American Chemical Society: Washington, DC, 1986.
 - [3] 1985 Annual Book of ASTM Standards, Vol. 11.01; "Standard Specification for reagent water"; ASTM: Philadelphia, PA, 1985; D 1193-77.
-