

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 6196-1 : 1996

ISO 9964-1 : 1993 (E)

**CHẤT LƯỢNG NƯỚC - XÁC ĐỊNH NATRI VÀ KALI
PHẦN 1: XÁC ĐỊNH NATRI BẰNG TRẮC PHỔ HẤP
THỤ NGUYÊN TỬ**

*Water quality - Detection of sodium and potassium
Part 1: Determination of sodium by atomic absorption spectrometry*

HÀ NỘI - 1996

Lời nói đầu

TCVN 6196-1 : 1996 hoàn toàn tương đương với ISO 9964-1 : 1993 (E).

TCVN 6196-1 : 1996 do Tiểu ban kỹ thuật Nước tinh lọc TCVN/TC/F9/SC1 trước 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 - xác định natri và kali

Phần 1: Xác định natri bằng trắc phổ hấp thụ nguyên tử

*Water quality - Detection of sodium and potassium-
Part 1: Determination of sodium by atomic absorption spectrometry*

1. Phạm vi áp dụng

1.1 Lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định natri hoà tan bằng phương pháp trắc phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (AAS) dùng để phân tích nước uống và nước thô. Phương pháp này có thể áp dụng đối với các mẫu nước có nồng độ khối lượng của natri từ 5 mg/l đến 50 mg/l. Có thể mở rộng phạm vi giới hạn thấp hơn hoặc cao hơn nếu chọn yếu tố pha loãng khác với yếu tố qui định trong điều 8.

1.2 Các chất gây nhiễu

Các ion có mặt bình thường trong nước uống và nước thô không ảnh hưởng đối với việc xác định natri bằng trắc phổ hấp thụ nguyên tử.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

ISO 5667-1:1980: Chất lượng nước _ Lấy mẫu _ Phần 1: hướng dẫn các phương án lấy mẫu;

TCVN 5992 : 1995 (ISO 5662-2:1991) Chất lượng nước _ Lấy mẫu _ Phần 2: Hướng dẫn kỹ thuật lấy mẫu;

3 Nguyên tắc

Thêm dung dịch xerzi clorua vào mẫu làm chất ion hoá. Hút trực tiếp mẫu vào ngọn lửa không khí/axetylen của phổ kế hấp thụ nguyên tử.

Đo độ hấp thụ ở bước sóng 589,0 nm.

4 Thuốc thử

TCVN 6196:1996

Trong quá trình phân tích chỉ dùng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước đã được khử ion hoặc nước có chất lượng tương đương.

4.1 Axit clohidric $c(\text{HCl}) \approx 11 \text{ mol/l}$

$$\rho = 1,18 \text{ g/ml}$$

4.2 Axit nitric, $c(\text{HNO}_3) \approx 16 \text{ mol/l}$

$$\rho = 1,41 \text{ g/ml}$$

4.3 Caxi clorua (CsCl) dung dịch

Hoà tan 25 gam caxi clorua vào dung dịch gồm 50 ml axit clohidric (4.1) và 450 ml nước và pha loãng bằng nước đến 1 lít trong bình định mức.

Một lít dung dịch này chứa khoảng 20 g Cs.

Chú thích 1 _ Có thể dùng axit nitric (4.2) thay cho axit clohidric (4.1).

4.4 Natri, dung dịch gốc

Hoà tan bằng nước $2,542 \text{ g} \pm 0,005 \text{ g}$ natri clorua (đã được sấy trước ở $140^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$ tối thiểu 1 giờ) trong bình định mức 1000 ml và thêm nước đến vạch.

Bảo quản dung dịch trong chai polyetylen, dung dịch bền ít nhất 6 tháng.

Một lít dung dịch này chứa 1000 mg Na.

Có thể sử dụng loại bán sẵn trên thị trường dạng dung dịch.

4.5 Natri, dung dịch chuẩn

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch gốc natri (4.4) cho vào bình định mức 1000 ml, thêm nước đến vạch.

Dung dịch này chỉ chuẩn bị để dùng ngay khi cần thiết.

1 ml dung dịch chuẩn này chứa $10 \mu\text{g}$ Na.

5 Thiết bị

Thiết bị phòng thí nghiệm thông thường và

5.1 Phốt kế hấp thụ nguyên tử, bật máy và vận hành theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Nó được trang bị một đầu đốt (burner) dùng cho ngọn lửa không khí / axetylen, đèn catot rỗng để xác định natri và một bộ nhãn quang nhạy cảm ở nước sóng đỏ.

Nên dùng dải rộng của phổ < 0,3 nm.

5.2 Các dụng cụ thuỷ tinh bosilicat, và polytylen

Làm sạch cả đồ dùng thuỷ tinh và polytylen bằng cách ngâm trong dung dịch nước chứa 10% theo thể tích (v/v) axit nitric (4.2), sau đó tráng kỹ bằng nước. Các dụng cụ máy chỉ nên dùng đối với phương pháp này.

6 Lấy mẫu

Lấy mẫu vào các chai polytylen sạch xem ISO 5667-1 và TCVN 5992:1995 (ISO 5667-2). Không cần axit hoá mẫu để bảo quản. Chú thích 2_ Nếu để phân tích các loại kim loại khác thì phải axit hoá bằng axit clohidric (4.1) hoặc axit nitric (4.2) để bảo quản sao cho pH khoảng bằng 1. Tất cả các mẫu chuẩn, mẫu trắng phải chứa cùng một nồng độ và cùng một loại axit.

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị mẫu thử dùng cho phốt kế

7.1.1. Lọc mẫu chứa các hạt lơ lửng qua giấy lọc có kích thước lỗ 0,45 µ m đã được rửa bằng axit để tránh sự cản trở của hệ thống đèn đốt và nebulizer (axit dùng để rửa giấy lọc cần phải có cùng nồng độ và cùng loại với axit dùng trong việc chuẩn bị mẫu).

Chú thích 3_ Có thể tách các hạt lơ lửng bằng cách ly tâm thay cho việc lọc.

7.1.2 Lấy một số bình định mức 100 ml tương đương với số mẫu cần phân tích. Cho vào mỗi bình 10 ml dung dịch casi clorua (4.3).

7.1.3 Dùng pipet cho vào mỗi dung dịch casi clorua 2 ml mẫu và thêm nước đến vạch. nếu nồng độ của dung dịch thử không nằm trong khoảng tối ưu từ 0,1 mg/l đến 1 mg/l Na, điều chỉnh thể tích mẫu một cách thích hợp.

7.2 Chuẩn bị dãy dung dịch hiệu chuẩn

Cho vào một dãy bình định mức dung tích 100 ml mỗi bình 10 ml dung dịch casi clorua. Dùng pipet lần lượt cho vào mỗi bình 0 ml;

1,0 ml; 2,0 ml; 4,0 ml; 6,0 ml và 10,0 ml dung dịch natri chuẩn (4.5) và thêm nước vào mỗi bình đến vạch.

TCVN 6196:1996

Các dung dịch hiệu chuẩn sẽ có nồng độ Na tương ứng 0 mg/l; 0,1 mg/l; 0,2 mg/l; 0,4 mg/l; 0,6 mg/l và 1,0 mg/l.

7.3 Hiệu chuẩn và xác định

7.3.1 Bật phổ kế theo chỉ dẫn của nhà chế tạo bằng các hút dung dịch hiệu chuẩn (7.2). Tối ưu hoá việc hút và điều kiện ngọn lửa (tốc độ hút, bản chất của ngọn lửa, chùm quang trong ngọn lửa). Điều chỉnh độ nhạy của dụng cụ về mật độ quang bằng không (0) với nước.

7.3.2 Hút dung dịch hiệu chuẩn (7.2) và nước xen kẽ nhau. Đo hấp thụ ở 589,0 nm. Dụng đồ thị chuẩn mà trục hoành là nồng độ khối lượng của natri, trục tung là độ hấp thụ tương ứng.

Tính độ dốc đồ thị, b , theo lít trên miligam.

Chú thích 4 _ Đồ thị chuẩn thường tuyến tính với nồng độ trong khoảng 0,1 mg/l đến 1,0 mg/l.

7.3.3 Hút mẫu thử (7.1) và nước xen kẽ nhau và xác định mật độ quang.

7.3.4 Tiến hành xác định mẫu trắng với mỗi một loại mẫu theo cùng trình tự và dùng nước thay cho mẫu.

Chú thích 5 _ Nên kiểm tra độ dốc của đồ thị chuẩn theo những khoảng đều đặn (khoảng 10 mẫu một).

8 Biểu thị kết quả

8.1 Dùng đồ thị chuẩn

Từ đồ thị chuẩn xác định nồng độ natri trong dung dịch (xem 7.3.2). Từ các giá trị nồng độ natri trong mẫu thử.

8.2 Phương pháp tính toán

Nếu đồ thị chuẩn tuyến tính, tính nồng độ khối lượng của natri, Na, trong mẫu thử, miligam trên lít theo công thức:

$$\rho_{Na} = \frac{(A - A_0)V_m}{V_p b}$$

trong đó:

A là độ hấp thụ của mẫu;

A_0 là độ hấp thụ của mẫu trắng;

V_m là thể tích phân mẫu thử (thường là 2 ml), tính bằng miligam trên lít;

V_p là thể tích của bình định mức (100 ml), tính bằng miligam trên lít;

b là độ dốc của đường chuẩn, tính bằng lít trên miligam.

Nếu cần, tính nồng độ chuẩn CNa, tính bằng milimol trên lít, theo công thức.

Nếu đồ thị chuẩn không tuyến tính, tiến hành theo mô tả ở điều 8.1.

$$C_{Na} = \frac{\rho_{Na}}{23,0} \dots\dots\dots$$

8.3 Độ chính xác

Kết quả nghiên cứu do liên phòng thí nghiệm tiến hành tháng 8 năm 1991. Theo phương pháp này được nêu ra trong bảng 1.

Bảng 1_ Số liệu chính xác

Mẫu	l	n	n_a %	\bar{X} mg/l	σ_r mg/l	VCr %	σ_R mg/l	VC _R %
A	8	21	13	6,11	0,2114	3,5	0,1124	1,8
B	8	24	0	65,2	2,5034	3,8	0,5881	0,9
C	8	21	13	294	11,071	3,8	2,320	0,8
trong đó				σ_r là độ lệch chuẩn của độ lặp lại				
l là số phòng thí nghiệm				VCr là hệ số biến thiên của độ lặp lại				
n là số các giá trị				σ_R là độ lệch chuẩn của độ tái lập				
n_a là phần trăm nằm ngoài				VC _R là hệ số biến thiên của độ tái lập				
x là giá trị trung bình								
1) A: Nước uống - B: Nước bề mặt - C: Nước thải								

TCVN 6196:1996

9 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả phải gồm các thông tin sau

- a) tham khảo tiêu chuẩn này;
- b) nhận biết chính xác về mẫu nước;
- c) kết quả và phương pháp biểu thị đã sử dụng, theo điều 8;
- d) bất kỳ sự thay đổi nào so với phương pháp này hoặc các tình huống khác có thể ảnh hưởng đến kết quả.