

Chất lượng nước – Xác định cadimi bằng trắc phổ hấp thụ nguyên tử

Water quality – Determination of cadmium by atomic absorption spectrometry

Chương 1: Đại cương

1.1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định hai phương pháp xác định cadimi: đo phổ hấp thụ nguyên tử (AAS) ngọn lửa (Chương 2) và đo phổ hấp thụ nguyên tử (AAS) không ngọn lửa (Chương 3).

1.1.1 Xác định cadimi bằng phương pháp AAS ngọn lửa không khí - axetylen.

Phương pháp này được áp dụng để phân tích nước và nước thải khi nồng độ cadimi nằm trong khoảng từ 0,05mg/l đến 1 mg/l. Cũng có thể xác định được những nồng độ cao hơn nếu pha loãng mẫu. Với những nồng độ cadimi thấp hơn, cần axit hóa trước bằng axit nitric và cô cạn thận mẫu nước. Phương pháp có thể xác định được cadimi trong các loại bùn và trầm tích sau khi phân hủy mẫu bằng phương pháp thích hợp và chú ý tránh để tạo thành kết tủa.

1.1.2 Xác định cadimi bằng phương pháp AAS không ngọn lửa

Phương pháp này thích hợp để xác định cadimi trong nước trong khoảng nồng độ từ 0,3 µg/l đến 3 µg/l và thể tích phần mẫu thử là 10 µl. Phương pháp cũng có thể dùng cho những nồng độ cadimi cao hơn bằng cách pha loãng mẫu hoặc lấy thể tích phần mẫu thử nhỏ hơn. Phương pháp này có thể xác định được cadimi trong các loại bùn và trầm tích sau khi phân hủy mẫu bằng một phương pháp thích hợp.

1.2 Tiêu chuẩn trích dẫn

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

TCVN 5993 : 1995 (ISO 5667 –3) Chất lượng nước – Lấy mẫu – Phần 3: Hướng dẫn bảo quản và xử lý mẫu.

Chương 2: Xác định cadimi bằng AAS ngọn lửa không khí – axetylen

2.1 Các chất cản trở

Những ion sau không gây cản trở phương pháp khi nồng độ của chúng không vượt quá những giá trị dưới đây:

Sunfat	10 000 mg/l
Clorua	10 000 mg/l
Photphat	10 000 mg/l
Natri	10 000 mg/l
Kali	10 000 mg/l
Magiê	10 000 mg/l
Canxi	3 000 mg/l
Sắt	3 000 mg/l
Đồng	10 000 mg/l
Niken	3 000 mg/l
Coban	10 000 mg/l
Chì	10 000 mg/l
Silic	1 000 mg/l
Titan	3 000 mg/l

Hàm lượng muối tổng số trong dung dịch đo cần nhỏ hơn 15 g/l và độ dẫn điện cần thấp hơn 20 000 mS/m. Những mẫu có thành phần chưa biết cần được kiểm tra cẩn thận. Ảnh hưởng của thành phần mẫu có thể được loại trừ bằng cách pha loãng mẫu hoặc dùng phương pháp thêm chuẩn (xem 3.6.2.2).

2.2 Nguyên tắc

Hút mẫu đã axit hóa vào ngọn lửa không khí – axetylen của máy đo phổ hấp thụ nguyên tử. Đo nồng độ cadimi ở bước sóng 228,8 nm.

2.3 Thuốc thử

Chỉ dùng các thuốc thử tinh khiết phân tích, nước cất hoặc nước tinh khiết tương đương. Lượng chất cadimi trong nước dùng để pha mẫu trắng và các dung dịch cần phải không đáng kể so với nồng độ nhỏ nhất trong các mẫu.

2.3.1 Axit nitric, $\rho = 1,40$ g/ml.

2.3.2 Hidro peoxit, $W (H_2O_2) = 30 \%$ (m/m).

2.3.3 Cadimi dung dịch gốc I, $\rho (Cd) = 1\ 000$ mg/l.

Hòa tan $1,000 \text{ g} \pm 0,002 \text{ g}$ cadimi trong 10 ml axit nitric (2.3.1) và 10 ml nước (xem 2.3) trong một bình định mức dung tích 1000 ml và định mức bằng nước.

Bảo quản dung dịch trong bình polyetylen hoặc thủy tinh bosilicat. Dung dịch bền khoảng một năm.

Cũng có thể dùng dung dịch gốc bán sẵn, chứa $1,000 \text{ gCd/l} \pm 0,002 \text{ gCd/l}$.

2.3.4 Cadimi dung dịch chuẩn I, $\rho (Cd) = 10$ mg/l

Dùng pipet hút 10 ml dung dịch gốc cadimi (2.3.3), cho vào bình định mức dung tích 1000 ml, thêm 10 ml axit nitric (2.3.1) và thêm nước đến vạch.

Bảo quản dung dịch trong bình polyetylen hoặc thủy tinh bosilicat. Ở nhiệt độ phòng, dung dịch bền ít nhất một tháng.

Chú thích 1 – Nếu dùng pipet cỡ microlit thì có thể chuẩn bị 100 ml dung dịch chuẩn.

2.3.5 Các dung dịch hiệu chuẩn cadimi

Chuẩn bị ít nhất năm dung dịch hiệu chuẩn phù hợp với những nồng độ cadimi cần phân tích.

Thí dụ như pha dãy dung dịch từ 0,05 mg Cd/l đến 1,0 mg Cd/l.

Dùng pipet hút 0,5 ml; 2,0 ml; 4,0 ml; 6,0 ml; 8,0 ml và 10,0 ml dung dịch chuẩn cadimi (2,3.4) và cho vào các bình định mức dung tích 100 ml.

Thêm 1 ml axit nitric (2.3.1) vào mỗi bình, rồi định mức bằng nước và lắc đều.

Các dung dịch hiệu chuẩn chứa 0,05 mg Cd/l; 0,2 mg Cd/l; 0,4 mg Cd/l; 0,6 mg Cd/l; 0,8 mg Cd/l; 1,0 mg Cd/l.

2.3.6 Dung dịch trắng

Dùng pipet hút 1 ml axit nitric (2.3.1) cho vào bình định mức dung tích 100 ml và định mức bằng nước (2.3.4).

Nếu mẫu được xử lý vô cơ hóa trước thì dung dịch trắng cũng phải được làm đúng như vậy (xem 2.5.2)

2.3.7 Dung dịch đặt điểm "không" (zero) cho máy

Dùng nước (2.3.4) làm dung dịch đặt điểm "không". Cũng có thể dùng dung dịch trắng (2.3.6) để đặt điểm "không" nếu nồng độ cadimi của nó thấp đến mức có thể bỏ qua.

2.4 Thiết bị, dụng cụ

Mọi dụng cụ thủy tinh ngay trước khi dùng phải được rửa bằng axit nitric loãng, khoảng 2 mol/l, nóng (có thể ngâm 24 giờ), rồi tráng kỹ bằng nước (2,3). Cần kiểm tra sự nhiễm bẩn cadimi ở từng loạt đầu nối pipet và các bình chứa plastic bằng cách thử trắng (xem 2.6.1).

2.4.1 Máy trắc phổ hấp thụ nguyên tử, có trang bị bộ phận hiệu chỉnh nền và nguồn phát xạ dùng để xác định cadimi. Vận hành theo hướng dẫn của hãng sản xuất.

2.4.2 Nguồn cấp không khí và axetylen. Cần phải tuân thủ mọi hướng dẫn về an toàn của hãng sản xuất. Áp suất axetylen dư trong bom ít nhất phải là 5×10^5 Pa.

2.4.3 Đầu đốt axetylen - không khí

2.4.4 Các bình định mức dung tích 10 ml, 100 ml, và 1000 ml.

2.4.5 Các pipet 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml, 6 ml, 8 ml, 10 ml, 20 ml, 30 ml, và 40 ml.

2.4.6 Các pipet microlit hoặc thiết bị pha loãng.

2.4.7 Cốc, cỡ 250 ml.

2.4.8 Dụng cụ đốt nóng, thí dụ bếp điện.

2.4.9 Thiết bị lọc màng và cái lọc, cỡ lỗ 0,45 μm , được rửa kỹ bằng axit nitric loãng và tráng bằng nước.

2.5 Lấy mẫu và xử lý mẫu

Lấy mẫu theo TCVN 5993 : 1995 (ISO 5667-3).

2.5.1 Lấy mẫu

Lấy mẫu vào các bình polyetylen hoặc thủy tinh bosilicat đã được làm sạch trước bằng axit nitric và nước.

2.5.2 Xử lý mẫu và chuẩn bị dung dịch mẫu

2.5.2.1 Xử lý mẫu để xác định hàm lượng cadimi hòa tan

Sau khi lấy mẫu (2.5.1), lọc mẫu càng sớm càng tốt qua màng lọc cỡ lỗ 0,45 μm .

Để ổn định nước lọc cần thêm 10 ml axit nitric (2.3.1) hoặc hơn vào một lít mẫu nước để đảm bảo đạt pH < 2.

2.5.2.2 Xử lý mẫu để xác định cadimi sau khi vỡ cơ hóa

Sau khi lấy, axit hóa ngay mẫu bằng 1 ml axit nitric (2.3.1) cho 1 lít mẫu; nếu cần thì tăng lượng axit để đảm bảo pH < 2.

Lắc đều mẫu.

Lấy 100 ml mẫu đã lắc đều cho vào cốc cỡ 250 ml. Thêm 1 ml axit nitric (2.3.1) và 1 ml hidro peoxit H_2O_2 (2.3.2).

Đun nóng cốc trên bếp cho đến khi còn khoảng 0,5 ml. Chú ý không được đun đến khô.

Nếu mẫu nước bị nhiễm bẩn nặng bởi các chất hữu cơ, có thể lặp lại việc thêm hidro peoxit H_2O_2 (cẩn thận!).

Hòa tan phần còn lại trong 1 ml axit nitric (2.3.1) và một ít nước. Chuyển định lượng vào một bình định mức dung tích 100ml và định mức bằng nước.

Nếu dùng thể tích mẫu khác với thể tích đã nêu thì cần chọn dụng cụ và điều chỉnh lượng thuốc thử theo tỷ lệ thể tích cho phù hợp.

Nếu thấy không cần vô cơ hóa mà vẫn định lượng được cadimi (Cd) chính xác thì chỉ cần axit hóa mẫu nước là đủ.

2.6 Cách tiến hành

Trước khi đo cần điều chỉnh các thông số của máy trắc phổ hấp thụ nguyên tử (2.4.1) theo hướng dẫn của hãng sản xuất.

Tối ưu hóa mọi điều kiện cho ngọn lửa.

Đặt điểm "không" cho máy bằng cách hút dung dịch dùng để đặt điểm không (2.3.7) vào ngọn lửa.

2.6.1 Thử trắng

Tiến hành thử trắng với dung dịch trắng (2.3.6) đồng thời khi đo mẫu, dùng cùng phương pháp và mọi lượng thuốc thử như khi lấy mẫu và xác định, chỉ khác là thay phần mẫu thử bằng nước (2.3).

2.6.2 Xây dựng đường chuẩn

Xây dựng đường chuẩn bằng cách đo độ hấp thụ lần lượt các dung dịch hiệu chuẩn (2.3.5) theo thứ tự nồng độ tăng dần.

Sau mỗi lần đo một dung dịch hiệu chuẩn, cần kiểm tra lại điểm "không" với dung dịch dùng để đặt điểm "không" (2.3.7).

2.6.3 Đo mẫu

Sau khi vừa đo mẫu trắng (theo 2.6.1) thì đo các dung dịch mẫu cần phân tích (2.5.2) và ghi độ hấp thụ của chúng.

Sau mỗi dãy đo, và ít nhất là sau 10 đến 20 phép đo, cần phải đo lại dung dịch trắng và một dung dịch hiệu chuẩn có nồng độ ở khoảng giữa đường chuẩn để kiểm tra sự phù hợp của đường chuẩn.

Nếu hàm lượng cadimi trong mẫu vượt quá thang chuẩn thì pha loãng mẫu bằng dung dịch trắng.

2.7 Đánh giá kết quả

2.7.1 Cách tính

Lập phương trình đường chuẩn theo phương pháp hồi quy tuyến tính dựa trên các kết quả đo dãy chuẩn.

Tính nồng độ cadimi trong mẫu nước ρ (Cd) bằng miligam trên lít, theo công thức :

$$\rho \text{ (Cd)} = \frac{(A_1 - A_0) \times V_1}{b \times V_2}$$

trong đó

A_0 là độ hấp thụ của dung dịch trắng;

A_1 là độ hấp thụ của dung dịch mẫu;

b là độ dốc của đường chuẩn theo 2.6.2, tính bằng lít trên miligam;

V_1 là thể tích của phần mẫu thử, tính bằng mililit ;

V_2 là thể tích của phần mẫu nước dùng để xử lý và chuẩn bị mẫu phân tích, tính bằng mililit.

Nếu có những giai đoạn pha loãng khác với các điều đã chỉ ra ở trên thì cần đưa vào tính toán.

2.7.2 Biểu thị kết quả

Các giá trị cần được làm tròn đến số lẻ thứ hai, nghĩa là đến 0,01 mg/l.

Thí dụ:

Cadimi (Cd): 0,07 mg/l

Cadimi (Cd): 0,41 mg/l

2.8 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả cần có những thông tin sau:

- trích dẫn tiêu chuẩn này;
- mô tả đầy đủ về mẫu nước;
- trình bày kết quả, theo 2.7.2;
- chi tiết về xử lý mẫu nếu có;
- những điểm khác với cách làm này và mọi tình huống có thể gây ảnh hưởng đến kết quả.

2.9 Độ chính xác

Xem bảng 1.

Bảng 1 – Số liệu về độ chính xác

Mẫu số	l	n	n _o %	x mg/l	\bar{x} mg/l	σ_r mg/l	VC _r %	σ_R mg/l	VC _R %	WFR %	Thích hợp cho
A ¹⁾²⁾	23	63	0	0,113	0,118	0,0097	8,2	0,0058	5,0	104,1	
B ¹⁾²⁾	23	60	5	0,563	0,587	0,0309	5,3	0,0092	1,6	104,3	
C ¹⁾³⁾	23	63	0	0,968	1,008	0,0733	7,3	0,0121	1,2	104,1	
			%	µg/l	µg/l	µg/l	%	µg/l	%	%	
D ⁴⁾²⁾	52	133	2	0,91	1,292	0,3196	24,7	0,0830	6,4	141,9	Cả hai phương pháp 5)
	22	55	2	0,91	1,148	0,2704	23,5	0,0483	4,2	126,2	Phương pháp 3.6.2.1
	17	45	0	0,91	1,363	0,3568	26,2	0,1159	8,5	149,8	Phương pháp thêm: thủ công
	13	31	11	0,91	1,39	0,1718	12,4	0,0643	4,6	152,7	Phương pháp thêm: tự động.
E ⁴⁾²⁾	52	136	0	2,70	2,96	0,6399	21,6	0,2663	9,0	109,6	Cả hai phương pháp 5)
	22	56	0	2,70	2,78	0,6318	22,8	0,1994	7,2	102,9	Phương pháp 3.6.2.1
	17	40	11	2,70	2,99	0,3445	11,5	0,1951	6,5	110,7	Phương pháp thêm: thủ công
	13	35	0	2,70	3,22	0,5592	17,4	0,1583	4,9	119,2	Phương pháp thêm: tự động.
F ⁴⁾⁶⁾	53	135	7	16,2	18,34	3,3487	18,3	1,4208	7,7	113,2	Cả hai phương pháp 5)
	23	56	11	16,2	17,14	2,2328	13,0	0,7567	4,4	105,8	Phương pháp 3.6.2.1
	17	43	7	16,2	18,33	3,9697	21,7	1,4976	8,2	113,1	Thêm: thủ công
	13	33	8	16,2	20,17	3,1077	15,4	1,3096	6,5	124,5	Thêm: tự động.

l là số phòng thí nghiệm tham gia

n là số lượng các giá trị

n_o là phần trăm số liệu bị loại bỏ

x là giá trị thực

 \bar{x} là giá trị trung bình σ_r là độ lệch chuẩn lặp lạiVC_r là hệ số biến thiên lặp lại σ_R là độ lệch chuẩn tái lậpVC_R là hệ số biến thiên tái lập

WFR là hiệu suất phát hiện (%).

- 1) Phương pháp AAS ngọn lửa không khí – axetylen.
- 2) Nước thải công nghiệp bị ô nhiễm nhẹ.
- 3) C: nước uống thêm cadimi.
- 4) Phương pháp AAS không ngọn lửa.
- 5) "Cả hai phương pháp" nghĩa là phương pháp thêm thủ công và thêm tự động đều tính đến trong tính toán.
- 6) F: nước cất thêm Cadimi.

Chương 3: Xác định cadimi bằng AAS không ngọn lửa

3.1 Các chất cản trở

Các ion sắt, đồng, niken, coban và chì không gây cản trở nếu chúng có mặt riêng rẽ với những nồng độ không quá 100 mg/l.

Natri, kali, canxi, magiê, sunfat, clorua ở nồng độ dưới 1000 mg/l không gây cản trở.

Nếu các ion nêu trên cùng tồn tại đồng thời trong dung dịch thì chúng có thể làm tăng hoặc giảm tín hiệu đo ngay khi chúng ở những nồng độ rất thấp. Một vài ion khác gây cản trở ngay ở những nồng độ thấp. Bởi vậy nên dùng phương pháp thêm chuẩn để hiệu chuẩn và để phân tích những mẫu có thành phần chưa biết. Ảnh hưởng cản trở gây ra do hấp thụ nền có thể loại trừ phần lớn bằng hệ thống bổ chính nền.

3.2 Nguyên tắc

Tiêm mẫu đã axit hóa vào cuvét điện bằng graphit của máy trắc phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa. Đo độ hấp thụ ở bước sóng 228,8 nm. Dùng kỹ thuật thêm chuẩn nếu cần.

3.3 Thuốc thử

Yêu cầu về độ tinh khiết của các thuốc thử đã nêu ở 2.3.

3.3.1 Axit nitric, $\rho = 1,40$ g/ml.

3.3.2 Hidro peoxit, $W_{H_2O_2} = 30$ % (m/m).

3.3.3 Cadimi dung dịch gốc I, ρ (Cd) = 1000 mg/l.

Xem 2.3.3.

3.3.4 Cadimi dung dịch gốc II, ρ (Cd) = 10 mg/l.

Xem 2.3.4.

3.3.5 Cadimi dung dịch chuẩn II, ρ (Cd) = 100 μ g/l.

Dùng pipét hút 10,0 ml dung dịch gốc cadimi II (3.3.4) cho vào bình định mức dung tích 1000 ml, thêm 10 ml axit nitric (3.3.1) và định mức bằng nước.

Bảo quản dung dịch trong bình polyetylen hoặc thủy tinh bosilicat. Chuẩn bị dung dịch này ngay trước khi dùng.

3.3.6 Cadimi dung dịch chuẩn III, ρ (Cd) = 5 $\mu\text{g/l}$

Dùng pipét hút 50 ml dung dịch chuẩn cadimi II (3.3.5) cho vào bình định mức dung tích 1000 ml, thêm 10 ml axit nitric (3.3.1) và định mức bằng nước (2.3).

Bảo quản dung dịch trong bình polyetylen hoặc thủy tinh bosilicat. Chuẩn bị dung dịch này ngay trước khi dùng.

3.3.7 Các dung dịch hiệu chuẩn cadimi

Từ dung dịch chuẩn cadimi II (3.3.5) chuẩn bị ít nhất năm dung dịch hiệu chuẩn phù hợp với những nồng độ cadimi cần phân tích.

Thí dụ như pha dãy dung dịch từ 0,3 $\mu\text{g/l}$ đến 3 $\mu\text{g Cd/l}$.

Dùng pipet hút 0,3 ml; 1,0 ml; 1,7 ml; 2,4 ml; và 3,0 ml dung dịch chuẩn cadimi II (3.3.5) cho vào năm bình định mức dung tích 100 ml.

Thêm vào mỗi bình 1 ml axit nitric (3.3.1). Định mức bằng nước và lắc đều.

Các dung dịch hiệu chuẩn chứa 0,3 $\mu\text{g/l}$; 1,0 $\mu\text{g/l}$; 1,7 $\mu\text{g/l}$; 2,4 $\mu\text{g/l}$ và 3,0 $\mu\text{g Cd/l}$.

Chuẩn bị các dung dịch hiệu chuẩn ngay trước khi dùng.

3.3.8 Dung dịch trắng

Dùng pipet hút 1 ml axit nitric (3.3.1) cho vào bình định mức dung tích 100 ml và định mức bằng nước.

Nếu mẫu được xử lý vô cơ hóa trước thì dung dịch trắng cũng phải được làm đúng như vậy (xem 2.5.2).

3.3.9 Dung dịch đặt điểm "không" (zero)

Dùng nước (2.3) làm dung dịch đặt điểm "không". Cũng có thể dùng dung dịch trắng (3.3.8) để đặt điểm "không" nếu nồng độ cadimi của nó thấp ở mức có thể bỏ qua.

3.3.10 Các dung dịch dùng làm giảm ảnh hưởng của các chất cản trở (xem [2] trong phụ lục A), hoặc "các dung dịch hỗ trợ".

Hòa tan 1,0 g bột paladi trong 3 ml axit nitric (2.3.1) và 20 ml axit clohidric ($\rho = 1,19 \text{ g/ml}$) khi đun nóng rồi pha loãng đến 100 ml bằng nước.

Hòa tan 10 g amoni nitrat (NH_4NO_3) trong nước, pha loãng thành 100 ml bằng nước.

3.3.10.1 Dung dịch dùng cho mẫu nước có độ muối cao

Trộn hai thể tích bằng nhau dung dịch paladi và dung dịch amoni nitrat (xem 3.3.10)

10 μl dung dịch hỗn hợp này chứa 50 $\mu\text{g Pd}$ và 500 μg amoni nitrat NH_4NO_3 .

3.3.10.2 Dung dịch dùng cho mẫu nước ít bị ô nhiễm

Trộn 15 ml dung dịch paladi và 15 ml dung dịch amoni nitrat trong bình định mức dung tích 100 ml rồi thêm nước đến vạch mức.

10 µl dung dịch hỗn hợp này chứa 15 µg paladi Pd và 150 µg amoni nitrat NH_4NO_3 .

3.4 Thiết bị, dụng cụ

Xem 2.4 về làm sạch dụng cụ thủy tinh.

3.4.1 Máy trắc phổ hấp thụ nguyên tử, có trang bị bộ phận hiệu chỉnh nền và nguồn phát xạ để xác định cadimi.

3.4.2 Cuvét graphit, có trang bị bộ phận điều khiển.

3.4.3 Cuvét graphit được phủ lớp chịu nhiệt và có bộ giá

Chú thích 2 – Nếu không thấy các yếu tố cản trở thì dùng cuvét thường.

3.4.4 Nguồn cấp khí argon

3.4.5 Các thiết bị khác (xem 2,4)

Chú thích 3 – Để đạt độ chính xác cao, nên dùng một bộ phận tiêm mẫu tự động.

3.5 Lấy mẫu và xử lý mẫu trước khi phân tích

Tiến hành như quy định ở 2.5.

3.6 Cách tiến hành

Trước khi đo cần điều chỉnh các thông số của máy đo phổ hấp thụ nguyên tử (3.4.1) theo hướng dẫn của hãng sản xuất.

Đặt điểm "không" cho máy bằng dung dịch đặt điểm "không" (3.3.9)

3.6.1 Thử trắng

Tiến hành thử trắng với dung dịch trắng đồng thời khi đo mẫu, dùng cùng phương pháp, mọi lượng thuốc thử như khi lấy mẫu và xác định, chỉ khác là thay phần mẫu thử bằng nước.

3.6.2 Xây dựng đường chuẩn và xác định

Trước khi đo mỗi lô mẫu, cần pha ít nhất năm dung dịch hiệu chuẩn bao gồm các khoảng nồng độ cần xác định từ dung dịch chuẩn cadimi II (3.3.5).

3.6.2.1 Đo trực tiếp

Chỉ dùng cách đo trực tiếp khi các yếu tố cản trở như đã nêu ở mục 3.1 có thể bỏ qua. Nếu không, phải dùng phương pháp thêm chuẩn như mô tả ở mục 3.6.2.2.

Đo độ hấp thụ hay độ hấp thụ tích phân (diện tích pic) của các dung dịch hiệu chuẩn (3.3.7), dung dịch trắng (3.3.8) và dung dịch mẫu (xem 2.5.2) theo hướng dẫn của hãng sản xuất máy.

Trước khi đo, tiêm 10 μ l dung dịch hỗ trợ (3.3.10.1 hoặc 3.3.10.2 tùy theo mẫu nước) và dung dịch mẫu vào cuvet graphit (3.4.2).

Mỗi dung dịch đo ít nhất hai lần để phát hiện những kết quả bất thường.

3.6.2.2 Cách làm theo phương pháp thêm chuẩn

Thực hiện như mô tả ở các mục 3.6.2.2.1 và 3.6.2.2.2.

Chú thích 4 – Cách làm này cho phép giảm bớt được ảnh hưởng cản trở của thành phần dung dịch trong nhiều trường hợp, loại trừ được nhiều sai số khác mà hàm lượng cadimi, kể cả dung dịch đã thêm, vẫn nằm trong khoảng tuyến tính của đường chuẩn.

3.6.2.2.1 Thêm thủ công

Dùng 4 bình định mức dung tích 10 ml. Lấy vào mỗi bình 0,10 ml axit nitric (3.3.1) và 5,0 ml dung dịch mẫu (2.5.2).

Thêm nước vào bình thứ nhất đến vạch mức; thêm 0,05 ml dung dịch tiêu chuẩn cadimi (3.3.5) vào bình thứ hai; 0,1 ml vào bình thứ ba; 0,15 ml vào bình thứ tư. Định mức các bình bằng nước. Như vậy ta được ba dung dịch mẫu thêm.

Nếu hàm lượng cadimi ở một trong ba bình thêm vượt quá 3 μ g/l thì cần phải làm lại cả bốn bình với thể tích mẫu nhỏ đi, và phải chú ý khi tính kết quả. Làm giống như trên với dung dịch trắng (3.3.8), cũng dùng bốn bình và cũng thêm dung dịch chuẩn cadimi như trên. Như vậy ta được ba dung dịch trắng thêm.

Chú thích 5 – Thêm như trên tương ứng với việc tăng nồng độ cadimi lên 1 μ g/l (với thể tích thêm 0,05 ml); 2 μ g/l (0,1ml), và 3 μ g/l (0,15 ml) trong 5 ml mẫu. Việc pha loãng do định mức bằng nước, do đó không cần đưa vào tính toán.

Đo độ hấp thụ của các dung dịch mẫu, mẫu thêm, trắng, trắng thêm. Mỗi dung dịch đo ít nhất hai lần.

3.6.2.2.2 Thêm tự động

Đặt dung dịch đo (mẫu đã xử lý trước 2.5.2), dung dịch chuẩn cadimi III (3.3.6), dung dịch trắng (3.3.8), dung dịch dùng đặt điểm "không" và dung dịch hỗ trợ (3.3.10) vào thiết bị pha trộn tự động.

Đặt chương trình theo hướng dẫn của hãng sản xuất thiết bị để các dung dịch được tiêm vào cuvet graphit như sau:

- 10 µl dung dịch đo, 10 µl dung dịch đặt điểm "không", 10 µl dung dịch hỗ trợ;
- 10 µl dung dịch đo; 2 µl dung dịch chuẩn III, 8 µl dung dịch đặt điểm "không", 10 µl dung dịch hỗ trợ;
- 10 µl dung dịch đo; 4 µl dung dịch chuẩn III, 6 µl dung dịch đặt điểm "không", 10 µl dung dịch hỗ trợ;
- 10 µl dung dịch đo; 6 µl dung dịch chuẩn III, 4 µl dung dịch đặt điểm "không", 10 µl dung dịch hỗ trợ;

Cũng làm như vậy với dung dịch trắng.

Thêm như trên tương ứng với thêm 1 µg/l, 2 µg/l và 3 µg/l vào dung dịch đo và dung dịch trắng.

Nồng độ của các dung dịch đo và dung dịch trắng có thể được đọc trực tiếp trên máy.

3.7 Cách tiến hành

3.7.1 Xác định trực tiếp

Xem 2.7, chỉ khác là nồng độ được biểu diễn bằng miligam trên lít.

3.7.2 Xác định theo phương pháp thêm chuẩn

Vẽ đồ thị: độ hấp thụ của các dung dịch mẫu, mẫu thêm đặt trên trục tung, nồng độ cadimi tương ứng đặt trên trục hoành. Đường thẳng đi qua 3 điểm sẽ cắt trục hoành ở chiều âm. Điểm cắt này cho biết nồng độ cadimi trong mẫu. Cũng làm như vậy với các dung dịch trắng, trắng thêm. Hiệu số của hai nồng độ cho biết nồng độ cadimi trong mẫu nước.

Chú thích 6 - Có thể đánh giá kết quả theo phương pháp hồi quy tuyến tính.

3.8 Biểu thị kết quả

Kết quả được làm tròn đến 0,1 µg/l nhưng không quá 2 con số có nghĩa.

Thí dụ: Cadimi (Cd): 0,7 µg/l

Cadimi (Cd): 1,3 µg/l

3.9 Báo cáo kết quả

Xem 2.8

3.10 Độ chính xác

Xem bảng 1.