

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 6152 : 1996

ISO 9855: 1993

**KHÔNG KHÍ XUNG QUANH - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG
CHÌ BỤI CỦA SOL KHÍ THU ĐƯỢC TRÊN CÁI LỌC -
PHƯƠNG PHÁP TRẮC PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ**

*Ambient air - determination of the particulate lead content of aerosols
collected on filters - Atomic absorption spectrometric method*

HÀ NỘI 1996

Lời nói đầu

TCVN 6152: 1996 hoàn toàn tương đương với ISO 9855: 1993

TCVN 6152: 1996 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC 146 Chất lượng không khí biên soạn.
Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường
ban hành.

Không khí xung quanh - Xác định hàm lượng chì bụi của sol khí thu được trên cái lọc - phương pháp trắc phổ hấp thụ nguyên tử

Ambient air - determination of the particulate lead content of aerosols collected on filters - Atomic absorption spectrometric method

1. Phạm vi áp dụng:

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp phân tích hoá học các mẫu chì (chì dạng bụi) từ không khí xung quanh đã tích góp trên cái lọc trên cơ sở phân huỷ bằng axit và đo quang phổ hấp thụ nguyên tử. Phương pháp này được áp dụng cho những mẫu không khí xung quanh với hàm lượng chì bụi, thu góp trên cái lọc của thiết bị lấy mẫu lớn hơn 1 μ g nếu như sự xác định cuối cùng được thực hiện bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa. Việc xác định cuối cùng bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa cho phép đo những lượng nhỏ hơn 1 μ g, nhưng chỉ có thể áp dụng sau khi xác định được giá trị thực nghiệm của giới hạn phát hiện.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn:

Các tiêu chuẩn sau đây được sử dụng cùng với tiêu chuẩn này:

- ISO 648 : 1977 Dụng cụ thuỷ tinh phòng thí nghiệm. Các loại pipet một vạch;
- ISO 1042 : 1983 Dụng cụ thuỷ tinh phòng thí nghiệm. Các loại bình định mức một vạch;
- ISO 4793 : 1980 Những cái lọc màng thuỷ tinh xếp ở phòng thí nghiệm. Độ xốp, phân loại và ký hiệu;
- ISO 6879 1983 Chất lượng không khí. Những đặc tính và những khái niệm liên quan đến các biện pháp đo chất lượng không khí;
- ISO 6955 : 1982 Các phương pháp phân tích quang phổ - Phát xạ ngọn lửa, hấp thụ nguyên tử và huỳnh quang nguyên tử. Thuật ngữ.

TCVN 6152: 1996

3. Nguyên tắc :

Bụi được thu góp trên cái lọc được phân huỷ bằng axit. Mọi lượng chì có trên cái lọc được hoà tan và dung dịch mẫu được phân tích bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử.

4 Thuốc thử

Trong suốt quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử đã được xác nhận có độ tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương (như trong mục 4.1). Điều cốt yếu là hàm lượng chì của các thuốc thử không thay đổi sao cho có thể thu được những mẫu trắng lặp lại.

4.1 Nước cất hoặc nước đã loại ion

Có hàm lượng chì nhỏ hơn $0.01 \mu\text{g/ml}$ và độ dẫn điện nhỏ hơn 0.2 ms/m ($2 \mu\text{ s/cm}$), hoặc điện trở lớn hơn $5 \text{ k}\Omega \text{ m}$.

4.2 Axit nitric (HNO_3) đậm đặc

$\rho_{20} = 1.42 \text{ g/ml}$, cất lại để có hàm lượng chì nhỏ hơn $0.01 \mu\text{g/ml}$.

4.3 Axit nitric, (HNO_3) loãng khoảng 0.1 mol/l

Cho 10 ml axit nitric đậm đặc (4.2) vào 500 ml nước (4.1) và pha loãng đến 1 lít bằng nước (4.1).

4.4 Chì, dung dịch chuẩn, nồng độ $1000 \mu\text{g/ml}$

Sử dụng những dung dịch chuẩn có nồng độ $1000 \mu\text{g/ml}$ bán trên thị trường hoặc tự pha dung dịch chì chuẩn. Bằng cách sau.

Hoà tan 1.598 g 0.001 g chì nitrat $\{\text{Pb}(\text{NO}_3)_2\}$ đã được làm khô từ trước đến khối lượng không đổi ở 110°C và được làm nguội trong bình hút ẩm trong axit nitric loãng (4.3). Chuyển định lượng dung dịch vào bình định mức một vạch 1000 ml (5.1.2) và cho đầy đến vạch mức bằng axit nitric loãng (4.3).

5. Thiết bị

Thiết bị thông thường ở phòng thí nghiệm

5.1 Dụng cụ thủy tinh bosilicat

Chú thích 1 - Nên dành riêng một bộ dụng cụ thủy tinh để xác định chì bằng phương pháp này, để bảo đảm là sẽ không nảy sinh vấn đề gì do không loại hết tạp chất.

5.1.1 Pipet một vạch, theo ISO 648.

5.1.2 Các loại bình định mức một vạch có dung tích từ 10 ml đến 1000 ml theo ISO 1042.

5.2 Máy trắc phổ hấp thụ nguyên tử

Lắp đặt và vận hành theo hướng dẫn của nhà chế tạo và kèm theo một buồng đốt sử dụng ngọn lửa khi axetylen hoặc một cuvet graphit tự bơm mẫu, một đèn catot rỗng của chì hoặc một đèn không điện cực và có khả năng hiệu chỉnh nhiễu đường nền (xem ISO 6955) bằng cách dùng một đèn đơteri hoặc những hệ thống điều chỉnh nền Zeeman hay Smith - Hieftje.

5.3 Thiết bị lấy mẫu

Cái lọc của lấy mẫu có thể là dạng màng hoặc dạng sợi thủy tinh. Cái lọc mới (chưa lấy màu) phải có hàm lượng chì tối đa thấp hơn so với lượng tối thiểu có thể đo được theo quy trình hấp thụ nguyên tử được sử dụng.

6. Lấy mẫu.

Thời gian lấy mẫu phải đủ để lượng chì tích góp là đủ lớn cho việc phân tích định lượng.

7. Cách tiến hành

7.1 Rửa dụng cụ thủy tinh

7.1.1 Trước khi dùng, ngâm tất cả dụng cụ thủy tinh vào dung dịch chất tẩy rửa nhẹ (trung tính) trong khoảng 24 giờ để loại bỏ mọi thứ dầu mỡ và hoá chất.

7.1.2 Sau bước làm sạch ban đầu (7.1.1) rửa tất cả các dụng cụ thủy tinh trừ các loại pipet (5.1.1) và các loại bình định mức (5.1.2) Với axit nitric đậm đặc đã được đun nóng (4.2) và sục rửa kỹ bằng nước (4.1).

7.1.3 Sau bước làm sạch ban đầu (7.1.1) rửa sạch các loại pipet (5.1.1) và các loại bình định mức (5.1.2) bằng cách ngâm trong axit loãng (4.3) trong một vài ngày, sau đó sục rửa bằng nước (4.1).

Dụng cụ thủy tinh đã được làm sạch theo toàn bộ quy trình làm sạch và những dụng cụ được dành riêng để phân tích chì bằng phương pháp này, trước khi dùng đều phải tráng bằng axit nitric loãng (4.3) và sau đó bằng nước (4.1).

TCVN 6152: 1996

7.2 Hiệu chuẩn

7.2.1 Chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn

Chuẩn bị một dung dịch hiệu chuẩn trắng và ít nhất 5 dung dịch hiệu chuẩn để bao trùm hết giải nồng độ đã dự đoán của các dung dịch cần kiểm tra, trong giải hoạt động tuyến tính của máy quang phổ hấp thụ nguyên tử (5.2) bằng cách pha loãng dung dịch chì chuẩn (4.4).

Những dung dịch hiệu chuẩn này phải được điều chế sao cho chúng chứa nồng độ axit tương đương với nồng độ axit trong dung dịch mẫu cuối cùng thu được khi dùng phương pháp phân huỷ mẫu đã chọn (xem 7.3.2).

7.2.2 Đo phổ

Lắp đặt máy trắc phổ hấp thụ nguyên tử (5.2) theo hướng dẫn của nhà chế tạo và tối ưu hoá việc đặt các thông số bao gồm cả việc đặt cả cường độ của đèn và độ rộng của khe đơn sắc. Đối với quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa, cần tối ưu hoá chiều cao của đầu đốt, tốc độ dòng nhiên liệu, tốc độ dòng khí oxy hoá và tốc độ dòng tạo sương (phun mẫu). Đối với phương pháp hấp thụ nguyên tử dùng cuvet graphit, phải thiết lập chương trình nhiệt độ tối ưu để tránh sự mất chì, chủ yếu trong pha tro hoá của chương trình nhiệt độ. Không được dùng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử với cuvet graphit khi không có máy bơm mẫu tự động. Trong mọi trường hợp phải sử dụng chế độ hiệu chỉnh nhiễu đường nền.

7.2.3 Vẽ đường hiệu chỉnh

7.3 Xác định

7.3.1 Cái lọc trắng

Phân tích ít nhất một cái lọc chưa lấy mẫu đối với mỗi mẻ giấy lọc đã lấy mẫu kiểm tra.

7.3.2 Phân huỷ cái lọc bằng axit

Tiến hành phân huỷ mọi cái lọc chứa mẫu và cái lọc trắng, có thể dùng một trong các phương pháp đã được ghi trong phụ lục A đến C. Phương pháp ghi trong phụ lục A (phân huỷ bằng axit nitric và axit clohidric) là phương pháp trọng tài. Dùng phương pháp ghi trong phụ lục B (Phân huỷ bằng axit nitric và hidro peroxit) hoặc phương pháp ghi trong phụ lục C (phân huỷ axit nitric dưới áp suất) chỉ sau khi chứng minh được những phương pháp này có độ tìm kiếm cao.

Chú thích 2 - Chứng minh này có thể được thực hiện bằng cách đo độ tìm thấy dùng phương pháp đã ghi trong phụ lục B hoặc trong phụ lục C, của những mẫu tương đương với những mẫu đang được phân

tích và sau đó so sánh với kết quả của những mẫu đó khi dùng phương pháp trọng tài ghi trong mục A. Phương pháp trọng tài nên luôn luôn được dùng ở nơi mà qua các phép đo nhận thấy độ tìm thấy không cao, hoặc quan sát bằng mắt thấy còn cặn không hoà tan hết.

7.3.3 Đo phổ

Xác định nồng độ của chì trong các dung dịch mẫu (7.3.2) sử dụng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa hoặc cuvet graphit, bằng cách đo độ hấp thụ ở bước sóng 217.0 nm hoặc 283.3 nm, có hiệu chỉnh đường nền.

Nồng độ của mẫu có quan hệ đến độ hấp thụ và có thể xác định từ đồ thị hiệu chuẩn thích hợp (7.2.3). Chỉ dùng phần tuyến tính của đường hiệu chuẩn và pha loãng những mẫu kiểm tra mà kết quả của chúng rơi ra ngoài vùng này với một thể tích axit nitric loãng thích hợp (4.3). Ghi hệ số pha loãng đã dùng. Đối với quy trình cuvet graphit phải dùng thể tích mẫu cuối cùng như nhau cho cả dung dịch phân tích và dung dịch hiệu chuẩn.

7.3.4 Dung dịch trắng

Phân tích tất cả những dung dịch trắng (7.3.1) và lấy nồng độ chì của các dung dịch mẫu trừ đi nồng độ chì ở các mẫu trắng. Khi dung dịch mẫu được pha loãng rơi vào khoảng tuyến tính của máy quang phổ hấp thụ nguyên tử, thì sự pha loãng tương đương phải được tiến hành đối với các dung dịch mẫu trắng; và sau đó lấy nồng độ chì của các dung dịch mẫu đã pha loãng trừ đi nồng độ trung bình của chì trong các dung dịch mẫu trắng đã pha loãng.

Dùng các phương pháp thống kê chuẩn (ISO 6879) để xác định giới hạn phát hiện dựa trên độ lệch chuẩn của nồng độ chì của tối thiểu là 6 dung dịch thu được bằng cách hoà tan những cái lọc trắng.

8. Biểu thị kết quả

Biểu thị nồng độ khối lượng của chì ρ_{pb} bằng microgam trên mét khối không khí với độ chính xác $0.1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ theo công thức sau:

$$\rho_{pb} = \frac{(\rho_{pb1} - \rho_{pb2})V_1F}{V_{corr}}$$

Trong đó:

ρ_{pb1} là nồng độ chì, trong dung dịch mẫu, tính bằng microgam trên mililit;

TCVN 6152: 1996

ρ_{pb2} là nồng độ chì trung bình, trong các dung dịch thu được từ những cái lọc trắng, tính bằng microgam trên mililit;

V_1 là thể tích, mà trong đó tro của mẫu được pha loãng, tính bằng mililit. (thường là 10 ml);

F là hệ số pha loãng (nếu pha loãng)

V_{corr} là thể tích đã hiệu chỉnh của mẫu không khí, tính bằng mét khối.

9. Đặc tính của phương pháp

áp dụng tiêu chuẩn này cho các loại lọc trắng dạng màng hoặc sợi thủy tinh có thể thu được giới hạn phát hiện 1μ g khi sử dụng một trong ba phương pháp phân huỷ mẫu đã quy định. Khi phương pháp phân huỷ mẫu ghi trong mục A (phương pháp trọng tài) được áp dụng cho các cái lọc đã bám bụi đối chứng thì độ tìm thấy chì so với giá trị được thừa nhận là $99.2\% \pm 4.3\%$ đối với cái lọc màng bám bụi và $101.2\% \pm 6.0\%$ đối với cái lọc sợi thủy tinh bám bụi.

10 Chất cản trở

Phương pháp này có thể không thích hợp đối với những mẫu có tỉ lệ cao giữa nguyên tố gây cản trở so với chì. Bản chất và mức độ cản trở phụ thuộc vào phương pháp hấp thụ nguyên tử ngọn lửa hay phương pháp quang phổ hấp thụ cuvet graphit được sử dụng. Sự nhiễu phổ chủ yếu chỉ có thể xảy ra là do Antimon khi dùng bước sóng 217.0 nm. Khi nồng độ của natri cao có dung dịch mẫu thì hiệu chỉnh độ hấp thụ nền là chủ yếu.

11 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả cần bao gồm những thông tin sau:

- a. Mọi chi tiết cần thiết cho việc nhận biết đầy đủ về mẫu không khí, bao gồm cả chi tiết về kiểu thiết bị lấy mẫu đã dùng.
- b. Tham khảo tiêu chuẩn này.
- c. Phương pháp phân huỷ mẫu đã được dùng.
- d. Nồng độ của chì đã tìm được, tính theo microgam trên mét khối và các thông số (biến số) phân tích đã dùng: Ví dụ, thể tích chiết cuối cùng, hệ số pha loãng/ nồng độ, số đọc tính bằng microgam trên mililit, và các giá trị của mẫu trắng.
- e. Kiểu máy quang phổ hấp thụ đã sử dụng.

f. Mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này cũng như mọi tình huống có thể ảnh hưởng tới kết quả.

Phụ lục A

(qui định)

PHÂN HUỖ CÁI LỘC BẰNG CÁCH HỒI LƯU VỚI AXIT NITRIC VÀ AXIT CLOHIDRIC

A.1 nguyên tắc

Bụi đã tích góp trên bề mặt cái lọc được phân huỷ bằng cách hồi lưu với axit nitric và axit clohidric.

A.2 Thuốc thử

Chỉ dùng những thuốc thử được công nhận có độ tinh khiết phân tích và chỉ dùng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương (xem mục 4).

A.2.1 Axit nitric đậm đặc

Xem 4.2.

A.2.2 Axit clohidric (HCl) đậm đặc

$\rho_{20} = 1.18$ g/ml có hàm lượng chì nhỏ hơn 0.01μ g/ml.

A.2.3 Axit dùng để phân huỷ

Trộn một thể tích axit nitric đậm đặc (A.2.1) với 2 thể tích axit clohidric đậm đặc (A.2.3)

A.3 Thiết bị

A.3.1 Dụng cụ thuỷ tinh bosilicat

(Xem 7.1 các hướng dẫn rửa sạch).

A.3.1.1 Bình nón

Những bình nón có dung tích 100 ml và có cổ nút mài.

A.3.1.2 ống sinh hàn hồi lưu

Có đầu nối nhám lắp vừa với cổ của bình nón (A.3.1.1).

A.3.1.3 ống đong dung tích 100 ml.

A.3.1.4 Các bình định mức một vạch dung tích 50 ml, phù hợp với ISO 1042.

A.3.2 Bếp điện có điều nhiệt.

A.4 Cách tiến hành phân huỷ các lọc màng

Đặt cái lọc vào trong bình nón (A.3.1.1), cho 10 ml a xit phân huỷ (A.2.3) và nối ống sinh hàn hồi lưu (A.3.1.2). Đặt bình lên bếp điện (A.3.4.2) tăng nhiệt độ của bếp điện đến $100^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ và tiếp tục đun nóng bình trong 2 giờ. Để nguội dần. Rửa phía trong ống sinh hàn cho chảy xuống bình nón với những thể tích nước nhỏ. Sau đó chuyển phần phân huỷ vào bình định mức 50 ml (A.3.1.4) và pha loãng đến vạch mức bằng nước cất.

A.5 Cách tiến hành phân huỷ sợi thủy tinh

Theo cách tiến hành phân huỷ cái lọc màng (A.4) đến khi phân huỷ xong thì chuyển sang bình định mức. Sau đó cái lọc được rửa nhiều lần bằng từng lượng nhỏ nước và gộp vào bình định mức 50 ml (A.3.1.4).

Phụ lục B

(quy định)

PHÂN HUỖ CÁI LỌC BẰNG AXIT NITRIC VÀ HIDRO PEROXIT

B.1 Nguyên tắc

Bụi đã thu góp trên bề mặt cái lọc được phân huỷ bằng axit nitric và hidro peroxit.

B.2 Thuốc thử

Chỉ dùng những thuốc thử được công nhận có độ tinh khiết phân tích và chỉ dùng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương (xem mục 4)

B.2.1 Axit nitric đậm đặc

Xem (4.2)

B.2.2 Hidro peroxit (H₂O₂)

Khoảng 300 g/l (100 thể tích), có hàm lượng chì nhỏ hơn 0.01 µ g/ml.

B.3 Thiết bị

B.3.1 Dụng cụ thuỷ tinh bosilicat

(Xem 7.1 hướng dẫn rửa sạch).

B.3.1.1 Cốc thuỷ tinh dung tích 50 ml.

B.3.1.2 Mặt kính đồng hồ, để đậy kín cốc (B.3.1.1).

B.3.1.3 ống đong, dung tích 100 ml.

B.3.1.4 Các pipet một vạch, phù hợp với ISO 648.

B.3.1.5 Các loại bình định mức một vạch, dung tích 10 ml và 25 ml, phù hợp với ISO 1042.

B.3.2 Bếp điện có điều nhiệt

B.4 Cách tiến hành phân huỷ cái lọc màng

Cho 3 ml axit nitric đậm đặc (B.2.1) và 1 ml hidro peroxit (B.2.3) vào cái lọc trong một cốc thuỷ tinh dung dịch 50 ml (B.3.1.1). Đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ (B.3.1.2) và đun trên bếp điện đến nhiệt độ $180 \pm 5^{\circ}\text{C}$ tới khi toàn bộ axit bốc hơi hết. Lại cho thêm axit và hidro peroxit và đun cho bốc hơi hết, ít nhất làm như vậy hai lần. Sau đó tiếp tục đun cho đến khi cạn khô hoàn toàn và tro trắng xuất hiện. Không được nung cạn. Nếu như cạn bốc cháy, phải loại bỏ mẫu vì chì đã bị bay mất. Rửa mặt dưới kính đồng hồ và xung quanh cốc bằng một axit nitric loãng (B.2.2). Bỏ mặt kính đồng hồ ra và làm bốc hơi cho đến lúc cạn khô hoàn toàn. Làm lạnh và cho 1 ml axit nitric đậm đặc (B.2.1) để hoà tan cạn. Chuyển sang bình định mức dung dịch 10 ml (B.3.1.5) và rửa lại cốc bằng một axit nitric loãng (B.2.2) và cũng cho vào bình định mức (B.3.1.5) sau đó cho đầy đến vạch mức bằng axit nitric loãng (B.2.2).

B.5 Cách tiến hành phân huỷ cái lọc sợi thuỷ tinh

Theo quy trình phân huỷ cái lọc màng (B.4) đến khi bốc hơi hết axit. Hoà tan cạn trong 2.5 ml axit nitric đậm đặc (B.2.1). Lọc dung dịch phân huỷ và rửa đi rửa lại bằng axit nitric loãng (B.2.2) cho vào trong bình định mức 25 ml (B.1.5) và sau đó làm đầy đến vạch mức bằng axit nitric loãng.

Phụ lục C

(quy định)

PHÂN HUỖ CÁI LỌC DƯỚI ÁP SUẤT VỚI AXIT NITRIC

C.1 Nguyên tắc

Bụi đã thu góp trên bề mặt cái lọc được phân chia bằng axit nitric, dùng bình phân huỷ chịu áp suất bằng Polytetrafluoetylen (PTFF)

C.2 Thuốc thử

Chỉ dùng những thuốc thử được công nhận có độ tinh khiết phân tích và chỉ dùng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương (xem mục 4).

C.2.1 Axit nitric, đậm đặc

Xem 4.2.

C.2.2 Axit nitric, loãng

Xem 4.3.

C.3 Thiết bị

C.3.1 Dụng cụ thuỷ tinh bosilicat

(xem 7.1 hướng dẫn rửa sạch).

C.3.1.1 Các loại pipet một vạch, phù hợp với ISO 648.

C.3.1.2 Các loại bình định mức một vạch, dung tích 10 ml và 25 ml, phù hợp với ISO 1042.

C.3.2 Bình phân huỷ chịu áp suất

Gồm có một cái bình ngoài và nắp đậy được chế tạo bằng thép không rỉ, chứa một cái bình và nắp đậy được chế tạo bằng nhựa PTFE ở bên trong. Thể tích của bình bên trong ít nhất là 20 ml. Bình có khả năng bền vững ở nhiệt độ thấp nhất là 190°C và áp suất lớn hơn 20 Mpa. Bình được nối với một van an toàn để xả áp suất dư.

C.3.3 Lò hoặc khối gia nhiệt

Kiểm soát được sự ổn định nhiệt độ, có khả năng hoạt động ở $180^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ và được nắp một công tắc an toàn tự ngắt ở nhiệt độ 190°C .

C.4 Cách tiến hành phân huỷ cái lọc màng

Cho 1 ml axit nitric đậm đặc (C.2.1) vào cái lọc ở trong bình PTFE của bình phân huỷ chịu áp suất (C.3.2). Đậy bình bên trong bằng nắp PTFE và đặt nó vào trong bình ngoài bằng thép không rỉ. đậy chặt bình ngoài bằng nắp không rỉ. Đặt bộ bình phân huỷ hoàn chỉnh vào trong lò hay khối gia nhiệt (C.3.3). Đun nóng ở nhiệt độ 180°C trong 12 giờ và sau đó để bình vào lò (hoặc khối gia nhiệt) nguội hoàn toàn đến nhiệt độ phòng.

Mở bình phân huỷ đã nguội và lấy bình PTFE ở phía trong ra. Dùng một pipet (C.3.1.1) chuyển toàn bộ dung dịch phân huỷ và rửa nhiều lần bằng một axit nitric loãng (C.2.2) vào bình định mức 10 ml (C.3.1.2) và làm đầy đến vạch mức bằng axit nitric loãng (C.2.2).
