

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6222 : 2008

ISO 9174 : 1998

Xuất bản lần 2

**CHẤT LƯỢNG NƯỚC – XÁC ĐỊNH CROM – PHƯƠNG PHÁP
ĐO PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ**

*Water quality – Determination of chromium –
Atomic absorption spectrometric methods*

HÀ NỘI – 2008

Lời nói đầu

TCVN 6222 : 2008 thay thế TCVN 6222 : 1996.

TCVN 6222 : 2008 hoàn toàn tương đương với ISO 9174 : 1998.

TCVN 6222 : 2008 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC 147 *Chất lượng nước* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lời giới thiệu

Crom xuất hiện trong nước ở hai trạng thái crom (III) và crom (VI). Hai phương pháp được mô tả trong tiêu chuẩn này xác định hai trạng thái oxy hóa của crom, crom hòa tan trong axit và crom hòa tan trong nước. Lựa chọn phương pháp nào là tùy thuộc vào nồng độ của crom có trong nước cần phân tích.

Phụ lục A cung cấp thông tin về xử lý trước và phá mẫu crom tan trong bùn và trầm tích.

Chất lượng nước – Xác định crom – Phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử

Water quality – Determination of chromium – Atomic absorption spectrometric methods

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định hai phương pháp xác định crom trong nước bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử. Hai phương pháp này được đề cập trong các điều riêng biệt như sau:

- Điều 3: Phương pháp xác định crom bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa;
- Điều 4: Phương pháp xác định crom bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử hoá nhiệt điện (không ngọn lửa).

Phương pháp nêu ở điều 3 áp dụng cho phân tích mẫu nước và nước thải khi nồng độ crom trong khoảng từ 0,5 mg/l đến 20 mg/l. Khi nồng độ crom dưới 0,5 mg/l, có thể tiến hành phân tích xác định sau khi làm bay hơi cẩn thận mẫu đã được axit hoá đến thể tích nhỏ hơn, cần tránh việc hình thành kết tủa.

CHÚ THÍCH Việc bay hơi sẽ làm tăng ảnh hưởng của các chất gây cản trở và do đó với các nồng độ dưới 0,1 mg/l thì áp dụng phương pháp đã nêu trong điều 4.

Phương pháp nêu ở điều 4 áp dụng cho phân tích mẫu nước và nước thải khi nồng độ crom trong khoảng từ 5 µg/l đến 100 µg/l bằng cách bơm một thể tích mẫu là 20 µl. Có thể áp dụng phương pháp này để xác định các nồng độ cao hơn bằng cách dùng một thể tích mẫu nhỏ hơn.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất (bao gồm cả sửa đổi).

TCVN 5992 : 1995 (ISO 5667-2 : 1991¹⁾) Chất lượng nước – Lấy mẫu – Phần 2: Hướng dẫn kỹ thuật lấy mẫu;

TCVN 6663-3 : 2008 (ISO 5667-3 : 2003) Chất lượng nước – Lấy mẫu – Phần 3: Hướng dẫn bảo quản và xử lý mẫu.

¹⁾ ISO 5667-2 : 1991 đã bị huỷ và được thay bằng ISO 5667-1 : 2006.

3 Xác định crom bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

3.1 Nguyên tắc

Phương pháp dựa trên phép đo phổ hấp thụ nguyên tử của hàm lượng crom trong mẫu đã axit hoá trên ngọn lửa nitơ oxit/axetylen. Đo ở bước sóng 357,9 nm. Cần thêm muối lantan để giảm cản trở.

3.2 Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử thuộc loại tinh khiết phân tích. Sử dụng nước đã loại ion hoặc nước cất với dụng cụ hoàn toàn bằng thủy tinh. Nước dùng để xác định mẫu trắng chuẩn bị thuốc thử và dung dịch tiêu chuẩn phải có hàm lượng crom không đáng kể so với nồng độ nhỏ nhất xác định được trong mẫu.

3.2.1 Axit clohydric, HCl, $\rho \approx 1,18$ g/ml

3.2.2 Axit nitric, HNO₃, $\rho \approx 1,42$ g/ml

3.2.3 Axit nitric, $c(\text{HNO}_3) = 1,5$ mol/l

Lấy khoảng 500 ml nước vào một bình dung tích 1 000 ml, thêm 100 ml axit nitric (xem 3.2.2) và pha loãng bằng nước đến vạch mức.

3.2.4 Hydro peroxit, H₂O₂, dung dịch 30 % phần thể tích.

3.2.5 Lantan clorua, (LaCl₃), dung dịch $\rho(\text{La}) = 20$ g/l.

Hòa tan 23,5 g oxyt lantan La₂O₃ trong 200 ml axit clohydric (xem 3.2.1), pha loãng đến 1 000 ml bằng nước và lắc đều.

CẢNH BÁO: Phải thận trọng khi chuẩn bị dung dịch này vì phản ứng của La₂O₃ với axit clohydric phát nhiệt mạnh.

3.2.6 Dung dịch crom

3.2.6.1 Crom, dung dịch gốc, $\rho(\text{Cr}) = 1,000$ g/l.

Sấy một phần kali dicromat (K₂Cr₂O₇) ở 105 °C ± 2 °C trong khoảng 2 h. Làm nguội và hoà tan 2,825 g ± 0,001 g kali dicromat đã sấy khô với nước vào một bình định mức. Thêm 5 ml ± 1 ml axit nitric (3.2.2) và pha loãng bằng nước đến 1 000 ml trong một bình định mức.

1 ml dung dịch gốc này chứa 1,00 mg crom.

Bảo quản dung dịch này trong chai polyetylen hoặc chai thủy tinh bosilicat ở nhiệt độ phòng. Dung dịch bền ở nhiệt độ phòng khoảng một năm nếu được bảo quản trong chỗ tối ở pH từ 1 đến 2.

CHÚ THÍCH Dung dịch gốc crom có bán sẵn trên thị trường.

3.2.6.2 Crom, dung dịch tiêu chuẩn, ρ (Cr) = 50 mg/l.

Dùng pipet lấy 50,00 ml \pm 0,01 ml dung dịch crom gốc (3.2.6.1) cho vào một bình định mức dung tích 1 000 ml. Thêm 1 ml axit nitric (3.2.2), thêm nước đến vạch mức và trộn đều.

Dung dịch bền ít nhất trong một tháng.

3.3 Thiết bị, dụng cụ

3.3.1 Máy đo phổ hấp thụ nguyên tử, có trang bị một đèn catot rỗng crom và một đầu đốt khí oxit nitơ/ axetylen, được vận hành theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Điều quan trọng là phải tuân thủ nghiêm ngặt những khuyến nghị về an toàn của nhà sản xuất khi dùng ngọn lửa nitơ oxit/axetylen.

3.3.2 Dụng cụ thủy tinh

Trước khi dùng ngâm tất cả các dụng cụ thủy tinh khoảng 24 h trong axit nitric (3.2.3) sau đó tráng kỹ với nước.

Nếu nồng độ crom trong mẫu được dự kiến là thấp (ví dụ trong nước ngầm) dụng cụ thủy tinh cần được để trong axit nitric (3.2.3) cho đến khi sử dụng.

Không dùng đồ thủy tinh đã được làm sạch bằng axit cromic.

3.3.3 Màng lọc, đường kính danh định của lỗ 0,45 μ m, đã được rửa kỹ bằng axit nitric (3.2.3) và tráng bằng nước (xem 3.2).

3.4 Lấy mẫu và chuẩn bị phần mẫu thử

3.4.1 Khái quát

Lấy mẫu và bảo quản mẫu theo TCVN 5992 (ISO 5667-2) và TCVN 6663-3 (ISO 5667-3). Xem thêm Phụ lục A.

Lấy mẫu vào bình polyetylen hoặc bình thủy tinh bosilicat đã được rửa sạch bằng axit nitric (3.2.3) trước đó và tráng bằng nước (3.2).

3.4.2 Crom tan trong axit

Xử lý mẫu bằng cách cho thêm lượng vừa đủ axit nitric (3.2.2) ngay sau khi lấy mẫu và điều chỉnh pH trong khoảng từ 1 đến 2.

Thêm 1 ml hydro peroxyt (3.2.4) và 2 ml axit nitric (3.2.2) vào 90 ml mẫu đã axit hoá hoặc một lượng phù hợp mẫu thêm khác tùy theo nồng độ dự kiến. Đun sôi và làm bay hơi đến thể tích khoảng 50 ml.

Không được làm mẫu bị khô kiệt.

Trường hợp mẫu có nồng độ crom thấp, phương pháp phá mẫu này phải được tiến hành trong nồi hấp hoặc lò vi sóng.

TCVN 6222 : 2008

Điều quan trọng là phải thực hiện theo hướng dẫn của nhà sản xuất thiết bị.

Thêm 10 ml axit nitric (3.2.2) vào dung dịch đã bay hơi. Chuyển dung dịch vào bình định mức 100 ml.

Thêm 10 ml dung dịch lantan clorua (xem 3.2.5) vào bình định mức, pha loãng đến vạch bằng nước và lắc đều.

3.4.3 Crom tan trong nước

Lọc mẫu qua màng lọc (xem 3.3.3) càng nhanh càng tốt sau khi lấy mẫu và axit hoá ngay dịch lọc bằng axit nitric (3.2.2) để có pH từ 1 đến 2.

Thêm 10 ml dung dịch lantan clorua (xem 3.2.5) vào một bình định mức dung tích 100 ml và thêm dịch lọc đã axit hoá đến vạch, hoặc sử dụng một lượng thích hợp mẫu thêm khác tùy theo nồng độ crom dự kiến và trộn đều.

3.5 Cách tiến hành

3.5.1 Thử mẫu trắng

Tiến hành thử mẫu trắng song song với việc xác định theo cùng một trình tự và dùng cùng lượng các thuốc thử như nhau khi lấy mẫu và khi xác định, nhưng thay mẫu bằng nước.

3.5.2 Chuẩn bị dãy dung dịch xây dựng đường chuẩn

Trước mỗi loạt xác định, từ dung dịch tiêu chuẩn crom (3.2.6.2) chuẩn bị ít nhất năm dung dịch xây dựng đường chuẩn bao trùm được khoảng nồng độ cần xác định, ví dụ như sau:

Dùng pipet lấy 1,0 ml; 2,5 ml; 5,0 ml; 10,0 ml và 20,0 ml dung dịch tiêu chuẩn crom (3.2.6.2) cho vào một dãy các bình định mức dung tích 100 ml. Tùy theo phương pháp xử lý sơ bộ (3.4.2 và 3.4.3) cho vào mỗi bình 10 ml hoặc 2 ml axit nitric (3.2.2) và 10 ml dung dịch lantan clorid (3.2.5), pha loãng đến vạch mức bằng nước và lắc đều. Các dung dịch này có nồng độ crom tương ứng với từng bình là 0,50 mg/l; 1,25 mg/l; 2,50 mg/l; 5,00 mg/l và 10,0 mg/l. Tiếp tục như vậy để tạo ra các dãy nồng độ cần có.

3.5.3 Dụng đường chuẩn

Cài đặt máy theo hướng dẫn của nhà sản xuất (tại bước sóng $\lambda = 357,9$ nm) dùng ngọn lửa oxyt nitơ/ axetylen.

Hút dung dịch xây dựng đường chuẩn (3.5.2) và tối ưu hóa các điều kiện về hút, độ cao đèn khí và điều kiện ngọn lửa. Điều chỉnh độ nhạy của thiết bị đến độ hấp thụ "không" (zero) với nước.

Tiếp theo, hút một loạt các dung dịch xây dựng đường chuẩn (3.5.2) và dung dịch thử mẫu trắng (3.5.1). Lập đường chuẩn với các nồng độ crom của các dung dịch xây dựng đường chuẩn theo miligam trên lít trên trục hoành và các giá trị độ hấp thụ tương ứng trên trục tung. Có thể dùng phương tiện xử lý số liệu để tính nồng độ theo độ hấp thụ

3.5.4 Đo phần mẫu thử

Hút phần mẫu thử đã chuẩn bị (3.4.2 hoặc 3.4.3) vào ngọn lửa và đo độ hấp thụ của crom. Sau mỗi phép đo hút nước và chỉnh lại về điểm "không", nếu cần.

3.6 Biểu thị kết quả

Dựa vào đường chuẩn có được (xem 3.5.3) hoặc số liệu thu được qua sử dụng bộ xử lý số liệu, xác định nồng độ của crom tương ứng với các độ hấp thụ của phần mẫu thử (3.5.4) và của mẫu trắng (xem 3.5.1).

Tính toán nồng độ crom của mẫu, tính bằng miligam trên lít, theo công thức:

$$\rho = \frac{(A_s - A_{s0})V_w}{V_p \cdot b}$$

Trong đó:

- ρ là nồng độ crom ứng với độ hấp thụ của mẫu trắng, tính bằng miligam trên lít;
- A_s là độ hấp thụ của phần mẫu thử;
- A_{s0} là độ hấp thụ của mẫu trắng;
- V_p là thể tích mẫu được axit hóa theo 3.4.2 hoặc 3.4.3, tính bằng mililit;
- b là độ nhạy (độ dốc của đồ thị) tính theo lít trên miligam;
- V_w là thể tích phần mẫu thử theo 3.4.2 hoặc 3.4.3, tính bằng mililit.

Dữ liệu về độ chụm của phương pháp này được nêu trong Bảng B.1.

3.7 Cản trở

Các ion sau đây đã được thử và chúng tỏ không gây cản trở khi ở nồng độ thấp hơn mức nêu trong Bảng 1.

Thông tin này thu được từ các thử nghiệm thực tế do một nhóm công tác tiến hành năm 1984

Bảng 1 – Các ion gây cản trở

Ion	Nồng độ mg/l	Ion	Nồng độ mg/l
Sulfat	10 000	Sắt	500
Clorua	12 000	Niken	100
Natri	9 000	Đồng	100
Kali	9 000	Coban	100
Magie	2 000	Nhôm	100
Canxi	2 000	Kẽm	100

Tổng cặn khô còn lại của mẫu không được quá 15 g/l và độ dẫn điện riêng phải nhỏ hơn 2 000 mS/m

CHÚ THÍCH Sử dụng phương pháp thêm chuẩn thì xác định được ảnh hưởng của các chất có thể gây cản trở bằng phân tích các mẫu thêm crom và các nồng độ khác nhau của chất gây cản trở tiềm tàng

3.8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm cần có ít nhất các thông tin sau:

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Viện dẫn phương pháp đã sử dụng;
- Nhận dạng đầy đủ mẫu;
- Kết quả phân tích (3.6);
- Mọi thông tin khác liên quan đến cách tiến hành.

4 Xác định crom tổng bằng phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử nguyên tử hoá nhiệt điện (không ngọn lửa)

4.1 Nguyên tắc

Crom được xác định trực tiếp trong các mẫu đã axit hoá bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử hoá nhiệt điện. Mẫu được phun vào một ống graphit đốt nóng bằng điện và đo độ hấp thụ ở bước sóng 357,9 nm. Nếu cần, sử dụng kỹ thuật thêm chuẩn.

4.2 Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử thuộc loại tinh khiết phân tích. Dùng nước đã loại ion hoặc nước cất bằng dụng cụ hoàn toàn bằng thủy tinh. Nước dùng để xác định mẫu trắng và để chuẩn bị thuốc thử và dung dịch chuẩn phải có hàm lượng crom không đáng kể so với nồng độ nhỏ nhất xác định được trong mẫu.

4.2.1 Crom, dung dịch tiêu chuẩn, $\rho(\text{Cr}) = 0,5 \text{ mg/l}$.

Thêm 10 ml \pm 0,01 ml dung dịch chuẩn crom (3.2.6.2) vào bình định mức dung tích 1 000 ml. Thêm 10 ml axit nitric (3.2.2) pha loãng đến vạch với nước.

Dung dịch này bền ít nhất một tháng.

4.3 Thiết bị, dụng cụ

4.3.1 Máy đo phổ hấp thụ nguyên tử, được trang bị một bộ nguyên tử hoá nhiệt điện, đèn crom catot rỗng và một thiết bị thích hợp để hiệu chỉnh các chất hấp thụ không đặc thù.

4.3.2 Ống nguyên tử hoá

Những ống này khác nhau tùy thuộc vào thiết bị sử dụng nhưng cần phải có phủ lớp cách nhiệt và được chuẩn bị phù hợp với điều kiện thử nghiệm trước khi sử dụng theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

CHÚ THÍCH Có thể dùng một bộ L'vov.

4.3.3 Ống bơm mẫu tự động hoặc microsranh, có thể tích thích hợp.

Để có độ chụm cao cần phải có một ống bơm mẫu tự động.

4.4 Lấy mẫu và chuẩn bị phần mẫu thử

Theo các trình tự mô tả ở 3.4 nhưng loại bỏ dung dịch lantan clorua.

Do nồng độ crom được xác định rất thấp, phải đặc biệt chú ý để tránh gây nhiễm bẩn ở tất cả các giai đoạn lấy mẫu và phân tích.

4.5 Cách tiến hành

4.5.1 Thử mẫu trắng

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

4.5.2 Chuẩn bị các dung dịch xây dựng đường chuẩn

Trước mỗi loạt xác định, từ dung dịch tiêu chuẩn crom (4.2.2) chuẩn bị ít nhất năm dung dịch xây dựng đường chuẩn bao trùm được khoảng nồng độ cần xác định

Chuẩn bị dung dịch thử trắng (xem 4.5.1) và sử dụng dung dịch này để đạt điểm "không"

Độ tuyến tính của đường chuẩn sẽ phụ thuộc vào loại dụng cụ sử dụng, do vậy cần kiểm tra độ tuyến tính của đường chuẩn trước khi dùng. Nếu đường chuẩn lệch đáng kể so với tuyến tính, thì sử dụng dung dịch có nồng độ cao nhất trong phần tuyến tính của đường chuẩn làm dung dịch xây dựng đường chuẩn cao nhất, và sau đó điều chỉnh theo phạm vi dãy nồng độ của phương pháp này.

Ví dụ, để bao trùm được khoảng nồng độ crom giữa 5 µg/l và 25 µg/l, thêm 1,0 ml; 2,0 ml; 3,0 ml; 4,0 ml và 5,0 ml dung dịch tiêu chuẩn crom (4.2.1) vào loạt bình định mức dung tích 100 ml, thêm 10 ml hoặc 2 ml tương ứng axit nitric (3.2.2) vào từng bình phù hợp theo qui trình (xem 3.4.2 và 3.4.3).

Pha loãng bằng nước tới vạch mức và trộn đều.

Các dung dịch này chứa 5,0 µg/l; 10,0 µg/l; 15,0 µg/l; 20,0 µg/l và 25,0 µg/l crom tương ứng với từng bình. Chuẩn bị các dung dịch này ngay trước khi dùng.

4.5.3 Dụng đường chuẩn và xác định

4.5.3.1 Đo trực tiếp

Cài đặt máy theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

Đưa vào ống nguyên tử hoá (4.3.2) một thể tích dung dịch xây dựng đường chuẩn (4.5.2) đủ để có được một hiệu ứng thích hợp ở thiết bị đang sử dụng (xem chú thích 1), ví dụ 20 µl. Điều chỉnh các tính năng của thiết bị ở chế độ tối ưu

TCVN 6222 : 2008

Dùng một dụng cụ lấy mẫu tự động hoặc bơm tiêm (4.3.3) để bơm dung dịch thử mẫu trắng (xem 4.5.1) và các dung dịch xây dựng đường chuẩn (4.5.2).

Đo hiệu ứng tín hiệu ra của thiết bị bằng sử dụng diện tích pic (hoặc chọn chiều cao pic) và lập đường chuẩn như mô tả ở 3.5.3.

Bơm phần mẫu thử (3.4.2 hoặc 3.4.3) và đo hiệu ứng tín hiệu ra bằng cách xác định diện tích pic (hoặc chiều cao pic).

Tiến hành mỗi phép xác định hai lần.

CHÚ THÍCH 1 Tùy thuộc vào thiết bị được sử dụng, thể tích phần mẫu thử thích hợp phải lấy trong khoảng từ 5 μ l đến 30 μ l và cũng phải sử dụng lượng thể tích như vậy đối với tất cả các phần mẫu thử, dung dịch xây dựng đường chuẩn và mẫu thử trắng.

CHÚ THÍCH 2 Một số cải biên cho phép xác định này đã từng được đề xuất. Hầu hết các nhà sản xuất đều có khuyến cáo các cải biên phù hợp đối với thiết bị của họ.

4.5.3.2 Cách tiến hành với phương pháp thêm chuẩn

Khi nghi ngờ có các cản trở thì phải sử dụng cách tiến hành này.

Ví dụ, cho 5 ml của phần mẫu thử đã được xử lý sơ bộ (3.4.2 hoặc 3.4.3) vào từng bình trong loạt bốn bình định mức dung tích 10 ml. Thêm 0,5 ml axit nitric (3.2.2) vào mỗi bình. Dùng pipet hút lần lượt vào loạt bình này 0 ml, 0,10 ml; 0,30 ml và 0,60 ml dung dịch tiêu chuẩn crom (4.2.1). Thêm nước đến vạch vào từng bình và trộn đều.

Đo độ hấp thụ của từng dung dịch theo như qui trình trong 4.5.3.1.

4.6 Biểu thị kết quả

4.6.1 Nếu đã sử dụng cách đo trực tiếp (4.5.3.1), xác định nồng độ crom từ đường chuẩn tương ứng với diện tích pic (hoặc độ cao pic) của mẫu và của mẫu thử trắng như mô tả ở 3.6.

4.6.2 Nếu đã sử dụng phương pháp thêm chuẩn (4.5.3.2) dựng đường chuẩn với các giá trị độ hấp thụ trên trục tung và nồng độ crom trên trục hoành. Tính nồng độ crom của các mẫu thử từ giá trị âm cất trục hoành, có tính đến giá trị của mẫu thử trắng và mọi sự pha loãng mẫu trong quá trình xử lý trước. Cách khác, có thể sử dụng các phương tiện xử lý số liệu để tính kết quả.

4.6.3 Độ chụm của phương pháp này được nêu ở Bảng 2.

4.7 Các chất cản trở

Xác định ảnh hưởng của các chất cản trở có thể có bằng cách phân tích các mẫu mà trong đó nồng độ crom và nồng độ khác nhau của các chất gây nhiễu tiềm ẩn đã được thêm (xem 3.7).

4.8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm cần gồm các thông tin sau:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Viện dẫn phương pháp đã sử dụng;
- c) Nhận dạng đầy đủ mẫu thử;
- d) Kết quả phân tích (4.6);
- e) Mọi thông tin khác liên quan đến cách tiến hành.

Phụ lục A
(tham khảo)

Xử lý sơ bộ và phá mẫu mẫu bùn và trầm tích

A.1 Xử lý sơ bộ các mẫu bùn và trầm tích

Sau khi lấy mẫu, mẫu bùn và mẫu trầm tích được bảo quản trong bình đã dùng để đựng mẫu từ đầu và lưu giữ trong tủ lạnh, hoặc làm đông lạnh cho đến khi xử lý.

Nếu phép xác định được thực hiện với cặn khô, thì mẫu nên được làm đông lạnh khô, hoặc làm khô ở nhiệt độ $150\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong khoảng 1 h. Mẫu đã sấy khô cần được làm đông nhất.

CHÚ THÍCH Bùn và trầm tích nên được kiểm tra độ ẩm, và vì vậy phải sấy lại lần nữa trước khi phân tích nếu mẫu đã được lưu giữ trong thời gian dài.

A.2 Phá mẫu

Có thể sử dụng phương pháp sau đây như là để thay thế cho phương pháp phá mẫu đã mô tả trong 3.4.1.

Chuyển một lượng cân đúng của mẫu vào bình thủy phân (một bình không màu làm bằng thủy tinh bền nhiệt hoặc thủy tinh có chất lượng tương đương) thể tích 100 ml. Bình này và nút cần chịu được áp suất ít nhất là 200 kPa ($120\text{ }^{\circ}\text{C}$). Lượng mẫu cho phép lớn nhất là 1 g chất khô, hoặc là lượng tương đương của mẫu ướt. Thêm vào 20 ml axit nitric (xem 3.2.2). Đậy chặt bình thủy phân và làm nóng đến nhiệt độ $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ (200 kPa) trong 30 min theo hướng dẫn sử dụng nồi hấp (cũng có thể sử dụng lò vi sóng thay cho nồi hấp). Làm nguội đến nhiệt độ phòng, chuyển toàn bộ lượng dung dịch vào một bình định mức dung tích 100 ml và pha loãng đến vạch mức bằng nước. Sau khi các chất không tan đã lắng hết, tiến hành phép xác định với pha lỏng trong suốt.

Phụ lục B
(tham khảo)

Dữ liệu về độ chụm

B.1 Dữ liệu về độ chụm nêu trong điều 3

Dữ liệu về độ chụm nêu trong điều 3 thu được từ một phép thử liên phòng thí nghiệm tiến hành vào tháng 1/1985 trình bày trong Bảng B.1.

Bảng B.1 – Dữ liệu về độ chụm nêu trong điều 3

Loại mẫu	l	n	x_i	\bar{x}	y	s_r	CV_r	s_R	CV_R
Dung dịch chuẩn	11	43	15,0	14,64	97,5	0,084	0,6	0,798	5,5
Nước với nồng độ được thêm vào	14	56	2,0	2,06	103,0	0,053	2,6	0,218	10,6
Trong đó l là số lượng phòng thí nghiệm; n là số lượng các giá trị đo được (không tính số nằm ngoài); x_i là nồng độ của mẫu thử, tính bằng miligam trên lít; \bar{x} là số trung bình toàn phần, tính bằng miligam trên lít; y là hiệu suất phát hiện, tính bằng phần trăm (%); s_r là độ lệch chuẩn của độ tái lập, tính bằng miligam trên lít; CV_r là hệ số biến thiên của độ tái lập, tính bằng phần trăm; s_R là độ lệch chuẩn của độ lặp lại, tính bằng miligam/lít; CV_R là hệ số biến thiên của độ lặp lại, tính bằng phần trăm.									

Dung dịch tiêu chuẩn được sử dụng chuẩn bị từ nước đã loại ion, thêm crom.

Nước được sử dụng là nước thải sinh hoạt đã qua xử lý sinh học, thêm crom.

Áp dụng qui trình phá mẫu như được mô tả trong 3.4.2; trong máy đo phổ hấp thụ nguyên tử sử dụng đèn catot rỗng.

B.2 Dữ liệu về độ chụm nêu trong điều 4

Dữ liệu về độ chụm nêu trong điều 4 thu được từ một phép thử liên phòng thí nghiệm tiến hành vào tháng 1/1985 trình bày trong bảng B.2.

Bảng B.2 – Dữ liệu về độ chụm nêu trong điều 4

Loại mẫu	l	n	x_i	\bar{x}	y	s_F	CV_F	s_R	CV_R
Dung dịch chuẩn	18	71	25,0	23,99	96,03	0,689	2,96	3,586	14,9
Nước với nồng độ được thêm vào	18	72	10,0	10,94	109,4	0,690	6,2	4,045	37,0

Trong đó

l là số lượng phòng thí nghiệm;

n là số lượng các giá trị đo được (không tính số nằm ngoài);

x_i là nồng độ của mẫu thử, tính bằng miligam trên lít

\bar{x} là số trung bình toàn phần, tính bằng miligam trên lít;

y là hiệu suất phát hiện, tính bằng phần trăm (%);

s_F là độ lệch chuẩn của độ tái lập, tính bằng miligam trên lít,

CV_F là hệ số biến thiên của độ tái lập, tính bằng phần trăm

s_R là độ lệch chuẩn của độ lặp lại, tính bằng miligam/lít;

CV_R là hệ số biến thiên của độ lặp lại, tính bằng phần trăm.

Dung dịch tiêu chuẩn được sử dụng là pha từ nước đã loại ion, thêm crom.

Nước được thử nghiệm là nước uống, thêm crom.

Đèn sử dụng trong máy đo phổ hấp thụ nguyên tử là đèn catot rỗng.