



TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 7557-3 : 2005

Xuất bản lần 1

LÒ ĐỐT CHẤT THẢI RẮN Y TẾ –  
XÁC ĐỊNH KIM LOẠI NẶNG TRONG KHÍ THẢI –  
PHẦN 3: PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH NỒNG ĐỘ CADMI VÀ  
CHÌ BẰNG QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ  
NGỌN LỬA VÀ KHÔNG NGỌN LỬA

*Health care solid waste incinerators – Determination of heavy metals in fluegas -  
Part 3: Determination of cadmium and lead concentrations  
by flame and electrothermal atomic absorption spectrometric method*

HÀ NỘI – 2005

## Lời nói đầu

TCVN 7557-3 : 2005 hoàn toàn tương đương MDHS 10 và MDHS 6 - Vương quốc Anh về kỹ thuật nhưng có thay đổi về biên tập.

TCVN 7557 - 3 : 2005 do Tiểu ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC146/ SC2 "*Lò đốt chất thải rắn y tế*" biên soạn trên cơ sở dự thảo đề nghị của Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường - Bộ Y tế, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng xét duyệt, Bộ Khoa học và Công nghệ ban hành.

TCVN 7557 gồm có các tiêu chuẩn sau, với tên chung *Lò đốt chất thải rắn y tế - Xác định kim loại nặng trong khí thải*.

TCVN 7557-1 : 2005, Phần 1: Quy định chung.

TCVN 7557-2 : 2005, Phần 2: Phương pháp xác định nồng độ thủy ngân bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử kỹ thuật hoá hơi lạnh.

TCVN 7557-3 : 2005, Phần 3: Phương pháp xác định nồng độ cadmi và chì bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa và không ngọn lửa.

## Lò đốt chất thải rắn y tế –

### Xác định kim loại nặng trong khí thải –

## Phần 3: Phương pháp xác định nồng độ cadmi và chì bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa và không ngọn lửa

*Health care solid waste incinerators –*

*Determination of heavy metals in fluegas –*

*Part 3: Determination of cadmium and lead concentrations in fluegas by flame and electrothermal atomic absorption spectrometric method*

#### Cảnh báo:

- Các nhà hoá học hoặc kỹ thuật viên áp dụng tiêu chuẩn này phải được đào tạo, huấn luyện và có kinh nghiệm.
- Cần chú ý đặc biệt đến độ tinh của các kim loại nặng, các dung dịch của chúng và các thuốc thử dùng trong phân tích. Cần cẩn trọng khi sử dụng và thải bỏ các dung dịch sau khi phân tích. Các hoá chất độc bay hơi phải thao tác trong tủ hút độc và không được hút các thuốc thử bằng mồm khi dùng pipet. Phòng ngừa các phản ứng giữa chất oxy hoá với chất khử như kali permanganat và  $H_2O_2$  tạo hỗn hợp nổ.
- Khi làm việc phải sử dụng đầy đủ các phương tiện bảo vệ cá nhân như găng tay, khẩu trang, áo choàng, tạp dề cao su, mặt nạ phòng độc ...

### 1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này quy định phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (F-AAS) và không ngọn lửa (GF-AAS) để xác định nồng độ 2 kim loại nặng là cadmi (Cd) và chì (Pb) trong khí thải của lò đốt chất thải rắn nguy hại hoặc các quá trình đốt tương tự. quy về điều kiện nhiệt độ và áp suất tiêu chuẩn.

CHÚ THÍCH: Nhiệt độ và áp suất tiêu chuẩn là nhiệt độ 0 °C và áp suất 101,3 kPa.

## TCVN 7557-4 : 2005

Phương pháp này thích hợp để xác định cadmi và chì trong khí thải (bụi và khói):

a. Cadmi:

- Giới hạn phát hiện:  $0,0015 \text{ mg/m}^3$  (được tính bằng 10 lần độ lệch chuẩn).
- Độ chính xác của phương pháp > 10 % trong khoảng nồng độ từ  $0,025 \text{ mg/m}^3$  đến  $0,1 \text{ mg/m}^3$ .
- Cản trở: không phát hiện có chất cản trở.

b. Chì:

- Giới hạn phát hiện:  $0,01 \text{ mg/m}^3$  (được tính bằng 10 lần độ lệch chuẩn).
- Độ chính xác của phương pháp > 10 % trong khoảng nồng độ từ  $0,075 \text{ mg/m}^3$  đến  $0,03 \text{ mg/m}^3$ .
- Cản trở: Khi phân tích chì bằng AAS dùng ngọn lửa không khí - axetylen ở độ dài bước sóng 217,0 nm, nếu có antimoan sẽ bị cản trở vì antimoan hấp thụ ở bước sóng 217,6 nm, khi đó chì cần được đo ở bước sóng 283,3 nm. Một số anion gây cản trở như phosphat, cacbonat, iodua, florua và axetat. Các anion này làm giảm độ hấp thụ của chì khi nồng độ của chúng gấp 10 lần nồng độ chì. Cản trở này có thể giảm đáng kể khi thêm dung dịch axit etylendiamin tetraaxetic.

Có thể xác định cadmi và chì bằng 2 phương pháp:

Phương pháp A - Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa (AAS-GF).

Phương pháp B - Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (F-AAS).

Giới hạn phát hiện của các phương pháp phụ thuộc vào mẫu và có thể thay đổi theo thành phần mẫu.

Giới hạn phát hiện cho các kim loại có thể khác biệt với số liệu nêu trong bảng khi phá mẫu bằng HF.

Các phương pháp trên cũng có thể dùng cho những nồng độ cadmi và chì cao hơn bằng cách pha loãng mẫu hoặc cũng có thể xác định được ở những nồng độ thấp hơn bằng cách axit hoá và cô cạn thận mẫu (làm giàu mẫu).

Nhiều bước tiến hành trong quy trình xác định và thuốc thử được dùng chung cho cả hai phương pháp và cho các nguyên tố khác nhau trong một phương pháp. Vì vậy người sử dụng tiêu chuẩn cần đọc cẩn thận toàn bộ tiêu chuẩn trước khi thực hiện bất kỳ bước tiến hành nào trong tiêu chuẩn này.

## 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm ban hành thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất.

TCVN 4851 : 1989 (ISO 3696). Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

TCVN 5977, Sự phát thải của nguồn tĩnh – Xác định nồng độ và lưu lượng bụi trong các ống dẫn khí – Phương pháp khối lượng thủ công.

TCVN 7557 – 1 : 2005, Lò đốt chất thải rắn y tế – Phương pháp lấy mẫu các kim loại nặng trong khí thải.

TCVN 7557 – 2 : 2005, Lò đốt chất thải rắn y tế – Phương pháp xác định nồng độ thuỷ ngân trong khí thải bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử kỹ thuật hoá hơi lạnh.

## 4 Thiết bị dụng cụ

Dụng cụ thông thường ở phòng thử nghiệm và các thiết bị sau:

### 4.1 Hệ thống lấy mẫu

Theo 4.1 TCVN 7557 – 1 : 2005

### 4.2 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử

#### 4.2.1 Đối với phương pháp A - Quang phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa (GF-AAS)

Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử được trang bị bộ phận nguyên tử hoá nhiệt điện nguồn đơn sắc, đèn catot rỗng hoặc đèn phóng điện không điện cực tương ứng với nguyên tố cần xác định và hoạt động theo hướng dẫn của nhà sản xuất, có hiệu chỉnh nền, máy tính hoặc máy ghi tốc độ cao. Việc hiệu chỉnh nền được sử dụng với máy quang phổ hấp thụ nguyên tử có thể là đèn D2 hoặc hiệu ứng Zeeman.

CHÚ THÍCH: Hiệu chỉnh nền dơteri thích hợp với cadmi và chì nếu giới hạn ở hiệu chỉnh nền đối với một số thiết bị không vượt quá 0,6 đến 0,8 độ hấp thụ. Cần phải hiệu chỉnh nền Zeeman hoặc Smith Hieftje đối với cả hai nguyên tố nếu tín hiệu nền cao. Để nâng cao tỷ số tín hiệu phân tích trên tín hiệu nền, nên sử dụng cuvet graphit đã hoạt hoá cùng với việc biến đổi nền màu, thí dụ bằng amoni hydro phosphat  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ , paladi khử hoặc chất khác.

#### 4.2.1.1 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử dùng cho xác định cadmi:

Cần được trang bị đèn catot lõm cadmi, dùng nguồn sáng liên tục như đèn deuteri hoặc vài nguồn sáng liên tục khác. Máy có thể hiệu chỉnh (hoặc bổ chính) nền ở 228,8 nm dùng nguồn sáng liên tục như đèn deuteri hoặc dùng hiệu chỉnh nền Zeeman.

#### 4.2.1.2 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử dùng cho xác định chì:

Cần được trang bị đèn catot rỗng chì, đèn đốt không khí - axetylen. Máy có thể hiệu chỉnh (hoặc bổ chính) nền ở 217,0 nm và 283,3 nm dùng nguồn sáng liên tục như đèn deuteri hoặc dùng hiệu chỉnh nền Zeeman.

#### 4.2.2 Đối với phương pháp B - Quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (F-AAS)

Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử phải được trang bị: một đèn catot rỗng hoặc đèn phóng điện không điện cực tương ứng với cadmi và chì cần xác định (theo khuyến nghị về đèn của nhà sản xuất), một hệ thống hiệu chỉnh nền, một đèn đốt thích hợp với ngọn lửa không khí/axetylen hoặc nitơ oxyt/axetylen (theo hướng dẫn của nhà sản xuất). Việc hiệu chỉnh nền bằng đèn dơteri là kỹ thuật tối thiểu được chấp nhận cho hiệu chỉnh nền để đo bước sóng thấp hơn 350 nm và một đèn halogen để đo bước sóng trên 350 nm. Những hệ khác (như phân cực Zeeman, Smith-Hieftje) cũng được chấp nhận là bằng nhau và trong những tình huống nhất định có thể tốt hơn.

**Cảnh báo: Phải tuân thủ nghiêm ngặt các khuyến cáo về an toàn của hãng sản xuất thiết bị khi sử dụng những ngọn lửa đó.**

#### 4.3 Hệ thống lấy mẫu tự động

### 5 Thuốc thử

Trong phân tích, trừ khi có những quy định khác, chỉ sử dụng thuốc thử có độ tinh khiết được thừa nhận, CHÚ THÍCH: Vì nồng độ axit ảnh hưởng tới việc đo độ hấp thụ của các kim loại nên các dung dịch đo, kể cả dung dịch tiêu chuẩn và dung dịch trắng phải có cùng nồng độ axit.

#### 5.1 Nước cất hoặc nước đã loại khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương

Nước cất hoặc nước đã loại khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương theo TCVN 4851 :1989 (ISO 3696).

Nước phải có điện trở lớn hơn 0,5 mega om/cm, độ dẫn điện nhỏ hơn 2µm ho/cm.

Nước dùng để xác định mẫu trắng và chuẩn bị mẫu thử, các dung dịch chuẩn phải có nồng độ nguyên tố cần xác định không đáng kể so với nồng độ thấp nhất của nguyên tố này trong dung dịch mẫu

#### 5.2 Axit clohydric đặc (HCl) ρ = 1,18 g/ml, (37%)

Phải sử dụng axit clohydric cùng loại trong suốt quá trình thử nghiệm.

#### 5.3 Axit nitric đặc (HNO<sub>3</sub>) ρ = 1,42 g/ml

Phải sử dụng axit nitric cùng loại trong suốt quá trình thử nghiệm.

**5.4 Axit nitric (0,1 M):** Thêm khi khuấy 6,3 ml axit nitric đặc vào bình chứa khoảng 900 ml nước. Pha loãng đến 1000 ml bằng nước. Trộn đều. Dung dịch phải chứa ít hơn 2 µg/l đối với mỗi kim loại.

**5.5 Axit nitric 10 % (thể tích):** Thêm khi khuấy 500 ml HNO<sub>3</sub> đặc vào bình chứa khoảng 4000 ml nước. Pha loãng đến 5000 ml bằng nước. Trộn đều. Dung dịch phải chứa ít hơn 2 µg/l đối với mỗi kim loại.

**5.6 Axit nitric 5 % (thể tích):** Thêm khi khuấy 50 ml HNO<sub>3</sub> đặc vào 800 ml nước. Pha loãng đến 1000 ml bằng nước. Dung dịch phải chứa ít hơn 2 µg/l đối với mỗi kim loại.

**5.7 Axit nitric 50 % (thể tích):** Thêm khi khuấy 125 ml HNO<sub>3</sub> đặc vào bình chứa khoảng 100 ml nước. Pha loãng đến 250 ml bằng nước. Trộn đều dung dịch phải chứa ít hơn 2 µg/l đối với mỗi kim loại.

**5.8 Dung dịch hấp thụ axit nitric (HNO<sub>3</sub>)/hydro peroxyt (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) HNO<sub>3</sub> 5 %/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 10 %:** Thêm cẩn thận khi khuấy 50 ml HNO<sub>3</sub> đặc vào bình định mức 1000 ml có chứa 500 ml nước. Thêm cẩn thận 333 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30 % vào bình. Thêm nước đến vạch. Dung dịch phải chứa dưới 2 µg/l mỗi kim loại.

**5.9 Axit HCl 8 M:** Thêm cẩn thận khi khuấy 690 ml HCl đặc vào bình chứa 250 ml nước. Pha loãng đến 1000 ml bằng nước. Trộn đều. Dung dịch phải chứa ít hơn 2 µg/l Hg.

**5.10 Hydro peroxyt 30 % (thể tích).**

**5.11 Kali permanganat 5 % (khối lượng trên thể tích)).**

**5.12 Dung dịch hấp thu KMnO<sub>4</sub> 4 % (khối lượng trên thể tích) + H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10 % (thể tích)**

Trộn cẩn thận 100 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> đặc vào 800 ml nước. Thêm nước khi khuấy đến 1000 ml. Dung dịch này là H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10 % (thể tích). Hoà tan khi khuấy 40 g KMnO<sub>4</sub> vào dung dịch H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10 %. Thêm nước đến 1lít. Pha và giữ trong bình thủy tinh để tránh phân huỷ. Dung dịch phải chứa ít hơn 2 µg/l Hg.

Chuẩn bị dung dịch trong ngày.

CHÚ THÍCH: Để giảm sự tự phân huỷ của dung dịch permanganat, lọc dung dịch qua giấy lọc What – man 541. Do phản ứng của KMnO<sub>4</sub> với axit sinh khí trong bình chứa nên các bình này không được đậy nắp và cần thông hơi để tránh nổ. Thông hơi là cần nhưng tránh để dung dịch bị nhiễm bẩn. Nên dùng nắp có khoan lỗ 70 – 72 và ống dẫn bằng teflon.

**5.13 Axit sunfuric (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) đặc ρ = 1,84 g/ml (98%)**

Phải sử dụng axit sunfuric cùng loại trong suốt quá trình thử nghiệm.

**5.14 Silicagen và nước đá:** Xem TCVN 7557-2 :2005.

**5.15 Axit flohydric HF đặc.**

Phải sử dụng axit flohydric cùng loại trong suốt quá trình thử nghiệm.

**5.16 Dung dịch trắng/dung dịch nền amoni axetat 10 %**

Dung dịch này nhằm giảm thiểu chất cản trở và tăng độ nhạy phân tích.

**5.17 Dung dịch chuẩn cadmi**

**5.17.1 Dung dịch chuẩn gốc cadmi 1000 µg/ml**

Hoà tan 1000 µg/ml cadmi kim loại trong 50 ml HNO<sub>3</sub> 50 % (thể tích) trong một bình định mức 1000 ml, thêm nước vừa đủ đến vạch mức.

## TCVN 7557-4 : 2005

### 5.17.2 Dung dịch cadmi chuẩn làm việc 20 µg/ml

Dùng pipet hút 2 ml dung dịch chuẩn gốc niken 1000 µg/ml cho vào bình định mức 100ml, thêm 5 ml HNO<sub>3</sub> đặc phải ít hơn 2 µg cadmi/l rồi pha loãng đến vạch mức bằng nước.

5.17.3 Axit nitric đặc  $\rho = 1,4$  g/ml, khoảng 65 %, phải ít hơn 2 µg cadmi/l.

5.17.4 Axit nitric 5 %: Pha loãng axit nitric đặc ( $\rho = 1,42$  g/ml) phải ít hơn 2 µg cadmi/l vào 1000 ml nước. Lắc đều.

### 5.18 Dung dịch chuẩn chì

#### 5.18.1 Dung dịch chì chuẩn gốc 1000 µg/ml

Hoà tan 1,598 g chì nitrat (Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>) trong một bình định mức 1000 ml với một lượng nhỏ (1 H<sub>2</sub>O + 1 HNO<sub>3</sub>), thêm 10 ml HNO<sub>3</sub> đặc và thêm nước đến vạch mức.

#### 5.18.2 Dung dịch chì chuẩn làm việc 50 µg/ml

Thêm 5ml dung dịch Pb gốc (4.1.4.1) vào 5ml axit nitric đặc phải ít hơn 2 µg chì/l ( $d: 1,4$  g/ml). Định mức đến vạch bình định mức 100 ml bằng nước cất. Dung dịch bền trong 1 năm.

## 6 Lấy mẫu và xử lý mẫu

### 6.1 Lấy mẫu

Theo 6.1 TCVN 7557 – 1 : 2005, và:

Thể tích mẫu khí cần lấy là 30 lít, thời gian lấy mẫu từ 15 min đến 8h với tốc độ là 2 lít/min.

Cần chuẩn hoá bơm lấy mẫu, đầu lấy mẫu và cái lọc bằng dụng cụ đo dòng bên ngoài trước và sau khi lấy mẫu ít nhất 2 h/lần. Cần đảm bảo thiết bị hoạt động tốt bằng theo dõi tốc độ dòng trên bơm.

### 6.2 Xử lý mẫu

Dùng kẹp đặt cái lọc vào cốc 100 ml, thêm 5 ml HNO<sub>3</sub> 50 % có H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> và đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ. Đặt cốc lên bếp và đun 15 min. Để nguội và lọc qua giấy lọc cellulose. Thu nước lọc vào bình định mức 10 ml. Nếu hàm lượng cadmi hoặc chì lớn hơn, có thể dùng bình định mức 25 ml hoặc 50 ml. Tráng cốc bằng một lượng nhỏ HNO<sub>3</sub> 5 % (thể tích), lọc qua giấy lọc và gộp vào phần nước lọc trên. Thêm HNO<sub>3</sub> 5 % (thể tích) đến vạch mức.



## 7 Cách tiến hành

### 7.1 Phương pháp A: Xác định cadmi và chì bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa

#### 7.1.1 Nguyên tắc chung

Kim loại trong khí ống khói được thu trên cái lọc, sau đó xử lý cái lọc bằng axit nitric ( $\text{HNO}_3$ ) trong hydro peroxyt ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ). Dung dịch thu được đem phân tích bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa. Các điều kiện phân tích chung được quy định trong Bảng 1.

CHÚ THÍCH: Cần cẩn thận để tránh nhiễm bẩn mangan của môi trường vì mangan trong môi trường thường ở nồng độ tương đối lớn.

**Bảng 1 - Các điều kiện phân tích chung cho phương pháp phân tích phổ hấp thụ không ngọn lửa**

Nguyên tố	Bước sóng nm	Cường độ dòng của đèn (mA)	Điều kiện nguyên tử hoá	Kỹ thuật hiệu chỉnh nền nền dùng
Cadmi	228,8	3	Nền dùng giá đỡ	Zeeman, Dđteri
Chì	217,0	5	Nền dùng giá đỡ	Zeeman, Dđteri

#### 7.1.2 Nguyên tắc xây dựng đường chuẩn và xác định

Thiết lập các thông số thiết bị và lắp đặt bộ phận nguyên tử hoá nhiệt điện theo hướng dẫn của nhà sản xuất để tận dụng tối đa hệ thống hiệu chỉnh nền.

Đối với loại mẫu chưa biết, xác định nồng độ từng nguyên tố bằng phương pháp thêm chuẩn. Nếu kết quả thu được theo phương pháp thêm chuẩn và phương pháp đường chuẩn bằng nhau thì có thể sử dụng phương pháp đường chuẩn.

CHÚ THÍCH 1: Định nghĩa về khoảng chấp nhận không phải là nội dung của tiêu chuẩn này. Tuy vậy, người sử dụng cũng cần ghi nhớ về quy trình kiểm soát chất lượng. Các quy trình này trong phòng thử nghiệm cũng phải phù hợp với phương pháp như dựa trên đồ thị kiểm tra, tìm giới hạn tin cậy và sự phân bố thống kê chuẩn và không chuẩn.

CHÚ THÍCH 2: Độ lặp lại của các số đọc do máy cung cấp được biểu thị bằng sai số tuyệt đối, hệ số dao động hoặc độ lệch chuẩn phụ thuộc vào nồng độ của nguyên tố trong mẫu thử.

- Vẽ đường chuẩn: Vẽ đồ thị có nồng độ nguyên tố của các dung dịch chuẩn (bao gồm cả số liệu chuẩn trắng) tính bằng miligam trên lít đặt trên trục hoành và các giá trị tương ứng của chiều cao đỉnh (hoặc diện tích đỉnh) đặt trên trục tung.

#### 7.1.3 Thuốc thử

##### 7.1.3.1 Thuốc thử xác định cadmi

Theo điều 5 (từ 5.1 đến 5.17)

## TCVN 7557-4 : 2005

### 7.1.3.2 Thuốc thử xác định chì

Theo điều 5 (từ 5.1 đến 5.16 và 5.18).

### 7.1.4 Cách tiến hành

#### 7.1.4.1 Xây dựng đường chuẩn và xác định cadmi

##### 7.1.4.1.1 Xây dựng đường chuẩn cadmi

Lấy bảy bình định mức dung tích 50 ml, dùng pipet hút: 0 ml; 0,5 ml; 1 ml; 2 ml; 3 ml; 4 và 5 ml dung dịch Cd chuẩn làm việc (20 µg/ml) vào các bình. Thêm lần lượt thuốc thử theo Bảng 2. Thêm HNO<sub>3</sub> 5 % đến vạch mức, đậy nút và lắc đều. Xây dựng đường chuẩn tương quan giữa độ hấp thụ và nồng độ Cd.

Đo độ hấp thụ ở bước sóng 228,8 nm với hiệu chuẩn (bổ chính) đường nền. Ở độ dài bước sóng này, độ nhạy của cadmi khoảng 0,01 µg/ml, đường chuẩn tuyến tính trong khoảng từ 0 đến 2 µg/ml và độ nhạy của thang khoảng ± 0,001 đơn vị.

Sau mỗi lần đo một dung dịch chuẩn, cần kiểm tra lại điểm "0" với dung dịch dùng để đặt điểm "0"

Xây dựng đường chuẩn tương quan giữa độ hấp thụ và nồng độ Cd.

**Bảng 2 - Hàm lượng Cd tương ứng trong các bình**

Bình số	0	1	2	3	4	5	6
<b>Thuốc thử (ml)</b>							
Dung dịch chuẩn Cd 20 µg/ml (5.17.2)	0	0,5	1,0	1,5	2,0	3,0	4,0
Dung dịch nền amoni axetat 10 % (5.16)	Thêm 10 µl/ 10 µl dung dịch mẫu						
Dung dịch HNO <sub>3</sub> 5 % (5.6)	Thêm vừa đủ đến vạch mức						
Hàm lượng Cd (µg)	0	10	20	30	40	60	80

##### 7.1.4.1.2 Xác định cadmi

Hút mẫu thử và xác định độ hấp thụ của mẫu và xác định nồng độ Cd từ đồ thị đường chuẩn.

Nếu nồng độ Cd trong mẫu lớn hơn 2 µg /ml thì pha loãng dung dịch bằng HNO<sub>3</sub> 5 %.

#### 7.1.4.2 Xây dựng đường chuẩn và xác định Pb

##### 7.1.4.2.1 Xây dựng đường chuẩn Pb

Phương pháp này thích hợp cho việc xác định Pb 0,075 mg/m<sup>3</sup> - 0,3 mg/m<sup>3</sup> với sai số thấp hơn 10%. Độ chính xác khi đọc độ hấp thụ khoảng ± 0,001 đơn vị và thang chuẩn tuyến tính từ 0 đến 5 µg Pb.

Lấy sáu bình định mức dung tích 50 ml, dùng pipet hút: 0 ml; 1 ml; 2 ml; 3 ml; 4 và 5 ml dung dịch Pb chuẩn làm việc (50 µg Pb/ml) vào các bình. Thêm lần lượt thuốc thử theo Bảng 3. Thêm HNO<sub>3</sub> 5% đến

vạch, đập nút và lắc đều. Xây dựng đường chuẩn tương quan giữa độ hấp thụ và nồng độ Pb.

Đo độ hấp thụ ở bước sóng 217,0 nm với hiệu chuẩn (bổ chính) đường nền. Sb cản trở xác định với độ hấp thụ ở 217,6nm nên khi có mặt Sb thì phải đo Pb ở bước sóng 283,3 nm.

Các dung dịch chứa từ 0 - 5 µg Pb/ml trong HNO<sub>3</sub> 5% và nên chuẩn bị các dung dịch này hàng tuần.

Sau mỗi lần đo một dung dịch chuẩn, cần kiểm tra lại điểm "0" với dung dịch dùng để đặt điểm "0"

Xây dựng đường chuẩn tương quan giữa độ hấp thụ và nồng độ Pb.

**Bảng 3 - Hàm lượng Pb tương ứng trong các bình**

Thuốc thử (ml)	Bình số					
	0	2	3	4	5	6
Dung dịch chuẩn Pb 50 µg/ml (5.18.2)	0	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0
Dung dịch nền amoni axetat 10 % (5.16)	Thêm 10 µl/ 10 µl dung dịch mẫu					
Dung dịch HNO <sub>3</sub> 50 % (5.7)	Thêm vừa đủ đến vạch mức					
Hàm lượng Pb (µg)	0	50	100	150	200	250

#### 7.1.4.2.2 Xác định chì

Hút mẫu thử và xác định độ hấp thụ của mẫu và xác định nồng độ Pb từ đồ thị đường chuẩn.

Nếu nồng độ Pb trong mẫu lớn hơn 5 µg /ml thì pha loãng dung dịch bằng HNO<sub>3</sub> 5%.

## 7.2 Phương pháp B: Xác định cadmi (Cd) và chì (Pb) bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

### 7.2.1 Nguyên tắc chung

Kim loại trong khí ống khói đã thu trên cái lọc, sau đó xử lý cái lọc bằng axit nitric (HNO<sub>3</sub>) trong hydro peroxyt (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>). Dung dịch thu được đem phân tích, trong phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa, một phần mẫu riêng biệt được đưa vào ngọn lửa và đo độ hấp thụ của nguyên tố đó.

Các điều kiện phân tích chung được quy định trong Bảng 1.

**Bảng 4 - Các điều kiện phân tích chung cho phương pháp phân tích quang phổ hấp thụ ngọn lửa**

Nguyên tố	Bước sóng nm	Loại ngọn lửa	Lantan clorua	Chất cản trở chính	Hiệu chỉnh nền
Cadmi	228,8	Không khí oxy hoá/axetylen	Không	Fe	Dđteri
Chì	217,0	Không khí oxy hoá/axetylen	Không		Dđteri

## **TCVN 7557-4 : 2005**

CHÚ THÍCH: Bước sóng đã cho là nhạy nhất. Người sử dụng cần biết rằng những biến đổi nhỏ về tỷ số thể tích khí cũng có thể ảnh hưởng đáng kể đến cường độ tín hiệu phân tích và còn có thể làm biến đổi độ tuyến tính của kết quả do thiết bị cung cấp. Cả sự khác nhau về nồng độ axit trong khí phá mẫu cũng có thể ảnh hưởng đến một số nguyên tố với một số máy đo, đặc biệt là khi không hiệu chỉnh nền. Vì vậy, người sử dụng phải làm quen với tính năng kỹ thuật thiết bị.

### **7.2.2 Nguyên tắc xây dựng đường chuẩn và xác định**

- Thiết lập các thông số thiết bị và lắp đặt bộ phận nguyên tử hoá mẫu theo chế độ ngọn lửa theo hướng dẫn của nhà sản xuất để tận dụng tối đa hệ thống hiệu chỉnh nền. Lắp đặt tương tự bộ phận tự động lấy mẫu.

#### **7.2.3 Thuốc thử**

##### **7.2.3.1 Thuốc thử xác định cadmi**

Theo điều 5 (từ 5.1 đến 5.17)

##### **7.2.3.2 Thuốc thử xác định chì**

Theo điều 5 (từ 5.1 đến 5.16 và 5.18).

#### **7.2.4 Cách tiến hành**

##### **7.2.4.1 Xây dựng đường chuẩn và xác định cadmi**

###### **7.2.4.1.1 Xây dựng đường chuẩn cadmi**

- Hút các dung dịch chuẩn cadmi 20 µg/ml (5.17.2) thêm lần lượt thuốc thử theo Bảng 5 và tối ưu hoá các điều kiện hút, chiều cao của giá đốt và các điều kiện ngọn lửa. Điều chỉnh tín hiệu của máy đến điểm "0" của thang hấp thụ đang hút nước.
- Hút dung dịch chuẩn trắng coi như "0" (5.16).
- Sau khi dừng 10 s, đọc độ hấp thụ của mỗi dung dịch ít nhất 2 lần và nếu các giá trị rơi vào một dãy chấp nhận được thì lấy giá trị trung bình. Cần đảm bảo chắc chắn rằng khi dùng dung dịch chuẩn đậm đặc hơn có độ hấp thụ < 1, thích hợp nhất là không lớn 0,7.

CHÚ THÍCH: Định nghĩa về dãy được chấp nhận không phải là nội dung của tiêu chuẩn này. Tuy vậy, người sử dụng cần thực hiện quy trình kiểm soát chất lượng, thí dụ như đồ thị kiểm tra, tìm giới hạn tin cậy và sự phân bố thống kê chuẩn và không chuẩn.

###### **7.2.4.1.2 Xác định cadmi**

Dùng hệ thống bơm mẫu tự động bơm dung dịch trắng (5.16) và các dung dịch chuẩn cadmi 20 µg/ml (5.17.2) hoặc riêng biệt vào ngọn lửa và đo độ hấp thụ của các nguyên tố đó. Đọc số đo của các dung dịch ít nhất hai lần. Nếu các giá trị nằm trong khoảng chấp nhận được thì lấy giá trị trung bình. Sau mỗi phép đo, hút nước và đi lùi chỉnh về "0" nếu cần. Nếu nồng độ của nguyên tố trong mẫu thử lớn hơn đường chuẩn thì pha loãng dung dịch thử bằng dung dịch trắng (5.16) .

CHÚ THÍCH 1: Nhiệt độ của các dung dịch chuẩn và dung dịch thử chỉ được khác nhau trong phạm vi 1 °C tại thời điểm đo.

CHÚ THÍCH 2: Độ lặp lại của các số đọc do máy cung cấp được biểu thị bằng sai số tuyệt đối, hệ số dao động hoặc độ lệch chuẩn phụ thuộc vào nồng độ của nguyên tố trong mẫu thử.

**Bảng 5 - Hàm lượng Cd tương ứng trong các bình**

Bình số	0	1	2	3	4	5	6
<b>Thuốc thử (ml)</b>							
Dung dịch chuẩn Cd 20 µg/ml (5.17.2)	0	0,5	1,0	1,5	2,0	3,0	4,0
Dung dịch nền amoni axetat 10 % (5.16)	Thêm 10 µl/ 10 µl dung dịch mẫu						
Dung dịch HNO <sub>3</sub> 5 % (5.6)	Thêm vừa đủ đến vạch mức						
Hàm lượng Cd (µg)	0	10	20	30	40	60	80

#### 7.2.4.2 Xây dựng đường chuẩn và xác định chi

##### 7.2.4.2.1 Xây dựng đường chuẩn chi

- Hút các dung dịch chuẩn 50 µg/ml (5.17.2) thêm lần lượt thuốc thử theo Bảng 6 và tối ưu hoá các điều kiện hút, chiều cao của giá đốt và các điều kiện ngọn lửa. điều chỉnh tín hiệu của máy đến điểm "0" của thang hấp thụ đang hút nước.
- Hút dung dịch chuẩn trắng coi như "0" (5.16).
- Sau khi dùng 10 s, đọc độ hấp thụ của mỗi dung dịch ít nhất 2 lần và nếu các giá trị rơi vào một dãy chấp nhận được thì lấy giá trị trung bình. Cần đảm bảo chắc chắn rằng khi dùng dung dịch chuẩn đậm đặc hơn có độ hấp thụ < 1, thích hợp nhất là không lớn 0,7.

CHÚ THÍCH: Định nghĩa về dãy được chấp nhận không phải là nội dung của tiêu chuẩn này. Tuy vậy, người sử dụng cần thực hiện quy trình kiểm soát chất lượng, thí dụ như đồ thị kiểm tra, tìm giới hạn tin cậy và sự phân bố thống kê chuẩn và không chuẩn.

**Bảng 6 - Hàm lượng Pb tương ứng trong các bình**

Bình số	0	2	3	4	5	6
<b>Thuốc thử (ml)</b>						
Dung dịch chuẩn Pb 50 µg/ml (5.18.2)	0	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0
Dung dịch nền amoni axetat 10 % (5.16)	Thêm 10 µl/ 10 µl dung dịch mẫu					
Dung dịch HNO <sub>3</sub> 50 % (5.7)	Thêm vừa đủ đến vạch mức					
Hàm lượng Pb (µg)	0	50	100	150	200	250

## TCVN 7557-4 : 2005

- Vẽ đường chuẩn: Vẽ đồ thị có nồng độ nguyên tố của các dung dịch chuẩn tính bằng miligam trên lít đặt trên trục hoành và các giá trị tương ứng của chiều cao đỉnh (hoặc diện tích đỉnh) đặt trên trục tung.

### 7.2.4.2.2 Xác định chỉ

Dùng hệ thống bơm mẫu tự động bơm dung dịch trắng (5.16) và các dung dịch chuẩn chỉ 50 µg/ml (5.18.2) riêng biệt vào ngọn lửa và đo độ hấp thụ của các nguyên tố đó. Đọc số đo của các dung dịch ít nhất hai lần. Nếu các giá trị nằm trong khoảng chấp nhận được thì lấy giá trị trung bình. Sau mỗi phép đo, hút nước và điều chỉnh về "0" nếu cần. Nếu nồng độ của nguyên tố trong mẫu thử lớn hơn đường chuẩn thì pha loãng dung dịch thử bằng dung dịch trắng (5.16).

CHÚ THÍCH 1: Nhiệt độ của các dung dịch chuẩn và dung dịch thử chỉ được khác nhau trong phạm vi 1 °C tại thời điểm đo.

CHÚ THÍCH 2: Độ lặp lại của các số đo do máy cung cấp được biểu thị bằng sai số tuyệt đối, hệ số dao động hoặc độ lệch chuẩn phụ thuộc vào nồng độ của nguyên tố trong mẫu thử.

## 8 Tính kết quả

Nồng độ kim loại nặng trong khí ống khói được tính theo công thức:

$$C = \frac{(C_s - C_b) \times V_s \times d}{V_a} \quad (1)$$

Trong đó:

C là nồng độ kim loại nặng trong khí thải, tính bằng miligam trên mét khối;

C<sub>s</sub> là nồng độ kim loại nặng trong dung dịch mẫu, tính bằng microgam trên mililit;

C<sub>b</sub> là nồng độ kim loại nặng trong dung dịch trắng, tính bằng microgam trên mililit;

V<sub>s</sub> là thể tích dung dịch mẫu, tính bằng mililit;

V<sub>a</sub> là thể tích mẫu khí đã lấy, tính bằng lít;

d là hệ số pha loãng.

## 9 Báo cáo kết quả

Trong báo cáo kết quả, cần thiết phải có các thông tin sau:

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Nhận biết mẫu;
- Mô tả nhà máy và quá trình hoạt động (công nghệ);
- Điều kiện vận hành của nhà máy;
- Vị trí mặt phẳng đo;

- f) Vị trí đo trong mặt phẳng đo;
  - g) Những thay đổi trong hoạt động của nhà máy, chẳng hạn những thay đổi bộ phận đốt nhiên liệu;
  - h) Nêu bất kỳ thao tác nào không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc coi là thao tác tùy ý;
  - i) Kết quả phân tích;
  - j) Ngày tháng và thời gian nhận mẫu.
-