

Chất lượng nước – Xác định natri và kali

Phần 3 – Xác định natri và kali bằng đo phổ phát xạ ngọn lửa

Water quality – Determination of sodium and potassium

Part 3 : Determination of sodium and potassium by flame emission spectrometry

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định natri và kali hoà tan bằng đo phổ phát xạ ngọn lửa (FES), nhằm phân tích nước thô và nước uống.

Phương pháp này áp dụng cho các mẫu nước có nồng độ natri và kali đến 10 mg/l. Với mẫu có nồng độ natri và kali cao hơn thì dùng lượng mẫu ít hơn để phân tích. Giới hạn phát hiện dưới là nhỏ hơn 0,1 mg/natri và kali.

1.2 Cản trở

Những ion thường có trong nước thô và nước uống không cản trở việc xác định natri và kali bằng phương pháp đo phổ phát xạ ngọn lửa nếu có chất hạn chế ion hoá.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

ISO 5667-1 : 1980 Chất lượng nước – Lấy mẫu – Phần 1: Hướng dẫn lập chương trình lấy mẫu.

TCVN 5992: 1995 (ISO 5667-2 : 1991) Chất lượng nước – Lấy mẫu – Phần 2: Hướng dẫn kỹ thuật lấy mẫu.

3 Nguyên tắc

Hút mẫu vào ngọn lửa đốt bằng khí có đủ năng lượng nhiệt để gây cho natri và kali phát xạ những tia đặc trưng. Đo cường độ phát xạ natri ở 589,0 nm và kali ở 766,5 nm.

Khi dùng ngọn lửa không khí / axetylen, cần thêm dung dịch xesi clorua làm chất đệm ion hoá.

4 Thuốc thử

Trong khi phân tích chỉ dùng các thuốc thử tinh khiết phân tích và nước loại ion hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

4.1 Axit clohydric, $c(\text{HCl}) \approx 11 \text{ mol/l}$, $\rho = 1,18 \text{ g/ml}$.

4.2 Axit nitric, $c(\text{HNO}_3) \approx 16 \text{ mol/l}$, $\rho = 1,41 \text{ g/ml}$.

4.3 Xesi clorua, (CsCl) dung dịch

Hoà tan 25 g CsCl trong 50 ml axit clohydric HCl (4.1) và 450 ml nước rồi pha loãng thành 1l trong bình định mức một vạch.

Một lít dung dịch này chứa khoảng 20 g Cs.

Chú thích 1 – Có thể dùng axit nitric (4.2) thay cho HCl (4.1).

4.4 Natri, dung dịch gốc

Hoà tan $5,084 \pm 0,005 \text{ g}$ natri clorua NaCl (đã sấy ít nhất 1 h ở $140^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$) bằng nước trong bình định mức một vạch 1000 ml, thêm nước đến vạch.

Giữ dung dịch trong bình polyetylen, dung dịch bền ít nhất 6 tháng.

Một lít dung dịch này chứa 2000 mg Na.

Có thể mua ngoài thị trường dung dịch pha sẵn.

4.5 Kali, dung dịch gốc

Hoà tan $3,814 \pm 0,005 \text{ g}$ kali clorua KCl (đã sấy ít nhất 1 h ở $140^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$) trong bình định mức 1000 ml một vạch bằng nước, thêm nước đến vạch.

Giữ dung dịch trong bình polyetylen, dung dịch bền ít nhất 6 tháng.

Một lít dung dịch này chứa 2000 mg K.

Có thể mua ngoài thị trường dung dịch pha sẵn.

4.6 Na/K, dung dịch tiêu chuẩn

Dùng pipét hút 10 ml dung dịch gốc natri (4.4) và 10 ml dung dịch gốc kali (4.5) vào bình định mức 1000 ml. Thêm nước đến vạch.

Chuẩn bị dung dịch ngay khi dùng.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 20 μg Na và 20 μg K.

5 Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm và :

5.1 Quang kế ngọn lửa, có kính lọc để xác định natri và kali, hoặc

Phổ kế hấp thụ nguyên tử, ở chế độ phát xạ, lắp đặt theo hướng dẫn của hãng sản xuất.

5.2 Dụng cụ thủy tinh và polyetylen

Rửa dụng cụ thủy tinh và dụng cụ polyetylen súc trong axit nitric (4.2) 10% (V/V) và tráng sạch bằng nước cất. Các dụng cụ này chỉ để dùng cho phương pháp này.

6 Lấy mẫu

Lấy mẫu vào bình polyetylen sạch (xem (ISO 5667-1 và TCVN 5992: 1995 (ISO 5667-2))).

Không cần axit hoá khi lưu giữ mẫu.

Chú thích 2 – Nếu mẫu còn được dùng để phân tích các kim loại khác thì khi lưu giữ cần axit hoá bằng axit clohydric HCl (4.1) hoặc axit nitric HNO₃ (4.2) đến pH xấp xỉ 1. Mọi mẫu, dung dịch tiêu chuẩn và mẫu trắng cũng chứa cùng loại axit và cùng nồng độ.

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị mẫu phân tích

7.1.1 Lọc mẫu chứa chất dạng hạt qua màng cỡ lỗ 0,45 μm đã rửa axit. (Axit dùng để rửa màng lọc phải cùng về loại và nồng độ như khi chuẩn bị mẫu).

Chú thích 3 – Có thể dùng li tâm thay cho lọc.

7.1.2 Lấy các bình định mức một vạch 50 ml phù hợp với số mẫu cần xác định. Cho vào mỗi bình này 40 ml mẫu thử và 5 ml dung dịch CsCl (4.3). Thêm nước đến vạch.

7.2 Chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn

Dùng pipet hút 0 ml; 1,0 ml; 2,5 ml; 5 ml; 10 ml; 15 ml; 20 ml và 25 ml dung dịch tiêu chuẩn natri/kali (4.6) và 5 ml CsCl (4.3) vào các bình định mức loại 50 ml thêm nước đến vạch mức.

Các dung dịch hiệu chuẩn này có nồng độ dung dịch Na và K là 0 mg/l; 0,4 mg/l; 1,0 mg/l; 2,0 mg/l; 4,0 mg/l; 6,0 mg/l; 8,0 mg/l và 10 mg/l.

Chú thích 4 – Nếu dùng ngọn lửa không phải là ngọn lửa không khí / axetylen thì không cần thêm dung dịch CaCl (4.3) vào mẫu (7.1) và dung dịch chuẩn (7.2).

7.3 Hiệu chuẩn và xác định

7.3.1 Lắp đặt phổ kế, quang kế theo chỉ dẫn của hãng sản xuất. Lắp kính lọc thích hợp với kim loại cần đo. 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).

7.3.1.1 Đối với quang kế ngọn lửa. Hút nước và chỉnh điểm không (0 %). Hút dung dịch hiệu chuẩn 10 mg/l (7.2) và điều chỉnh điểm 100 (100%). Lắp lại hút nước và dung dịch hiệu chuẩn 10 mg/l cho đến khi điểm 0% và 100% hoàn toàn ổn định.

7.3.1.2 Đối với máy quang phổ hấp thụ nguyên tử ở chế độ phát xạ. Hút nước và điều chỉnh điểm kt.ông của độ hấp thụ.

7.3.2 Hút các dung dịch hiệu chuẩn (7.2) xen kẽ với hút nước. Đo tín hiệu của máy với mỗi dung dịch ở bước sóng 589,0 nm đối với Na, ở bước sóng 766,5 nm đối với K dùng phổ kế. Vẽ đường chuẩn Na hoặc K với nồng độ natri trên trục tung và nồng độ kali đặt trên trục hoành.

Tính độ dốc b, tính bằng lít trên miligam.

Chú thích 5 – Đường chuẩn nói chung thẳng đến 10 mg/l nhưng có thể hơi cong nhất là khi dùng phổ kế ngọn lửa.

7.3.3 Hút các mẫu thử (7.1) xen kẽ với nước và đo tín hiệu.

7.3.4 Tiến hành xác định trắng với mỗi lô mẫu bằng cách dùng nước thay cho mẫu.

Chú thích 6 – Nên kiểm tra độ dốc của đường chuẩn đều đặn (ví dụ cứ sau 10 mẫu).

8 Tính toán và biểu thị kết quả

8.1 Dùng đồ thị chuẩn

Xác định nồng độ natri hoặc kali trong dung dịch thử theo đường chuẩn (xem 7.3.2). Từ các giá trị này tính toán nồng độ natri hoặc kali trong mẫu, chú ý đến thể tích mẫu lấy để phân tích (thường là 40 ml) và tổng thể tích bình định mức (50 ml).

8.2 Tính toán

Nếu đường chuẩn thẳng thì tính toán nồng độ natri, ρ_{Na} , và kali ρ_K , trong mẫu bằng mg/l, theo các công thức:

$$\rho_{Na} = \frac{(R_{Na} - R_0) V_m}{V_p \cdot b} \quad \dots (1)$$

$$\rho_K = \frac{(R_K - R_0) V_m}{V_p \cdot b} \quad \dots (2)$$

trong đó

R là tín hiệu của mẫu;

R_0 là tín hiệu của mẫu trắng;

V_m là thể tích của phần mẫu thử, tính bằng mililit (thường là 40 ml);

V_p là thể tích của bình định mức, tính bằng mililit (50 ml);

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

Nếu cần thì tính nồng độ C_{Na} , C_K bằng milimol/l, theo các công thức:

$$C_{Na} = \frac{\rho_{Na}}{23,0} \quad \dots (3)$$

$$C_K = \frac{\rho_K}{39,1} \quad \dots (4)$$

8.3 Độ chính xác

Một phép thử liên phòng thí nghiệm tiến hành vào mùa xuân năm 1992 cho các kết quả ghi trong bảng 1.

Bảng 1 – Dữ liệu về độ chính xác

Mẫu	l	n	n _a %	\bar{x} mg/l	σ_r mg/l	VC _r %	σ_R mg/l	VC _R %
Natri								
A	7	21	0	4,38	0,306	9,0	0,080	1,8
B	7	21	0	63,1	1,539	2,4	0,568	0,9
C	7	21	0	87,0	2,843	3,3	0,363	0,4
Kali								
A	7	18	0	0,37	0,37	24,9	0,052	14,0
B	7	21	0	5,28	5,28	4,0	0,040	0,8
C	7	18	14	15,1	15,1	2,0	0,149	1,0
l là số phòng thí nghiệm					σ_r là độ lệch tiêu chuẩn lặp lại			
n là số giá trị					VC _r là hệ số biến động lặp lại			
n _a là phần trăm loại bỏ					σ_R là độ lệch tiêu chuẩn tái lập			
\bar{x} là giá trị trung bình					VC _R là hệ số độ lệch tái lập			
1) A: nước uống								
B: nước sông								
C: nước thải sinh hoạt.								

9 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả cần có các thông tin sau:

- trích dẫn tiêu chuẩn này;
- nhận dạng mẫu nước;
- kết quả và cách biểu diễn kết quả, phù hợp với điều 8;
- mọi sai khác so với phương pháp này và các tình huống có thể ảnh hưởng đến kết quả.