

TCVN 8963:2011
ASTM D5198 – 09

Xuất bản lần 1

**CHẤT THẢI – PHƯƠNG PHÁP THỰC HÀNH PHÁ MẪU
BẰNG AXIT NITRIC**

Standard practice for nitric acid digestion of solid waste

Lời nói đầu

TCVN 8963:2011 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với ASTM D5198 – 09 *Standard practice for nitric acid digestion of solid waste* với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D 6052-97(2008) thuộc bản quyền ASTM quốc tế

TCVN 8963:2011 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 200 *Chất thải rắn* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Chất thải – Phương pháp thực hành phá mẫu bằng axit nitric

Standard practice for nitric acid digestion of solid waste

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này mô tả quá trình phá mẫu chất thải rắn bằng axit nitric để sau đó xác định các thành phần vô cơ bằng quang phổ phát xạ plasma hoặc quang phổ hấp thụ nguyên tử.

1.2 Các nguyên tố sau đây có thể được hòa tan bằng phương pháp này:

nhôm	mangan
beri	thủy ngân
cadimi	niken
crom	photpho
đồng	vanadi
sắt	kẽm
chì	

1.3 Phương pháp này được sử dụng khi xác định nồng độ của tổng các nguyên tố thu hồi từ mẫu chất thải. Tổng các nguyên tố có thể thu hồi được hoặc không thu hồi được tương đương với tổng các nguyên tố, tùy thuộc vào nguyên tố tìm kiếm và thành phần nền mẫu. Thu hồi từ các thành phần nền mẫu vật liệu chịu nhiệt như đất, thường ít hơn nhiều so với tổng nồng độ của các nguyên tố có mặt.

CHÚ THÍCH 1: Phương pháp này đã sử dụng thành công cho cặn dầu và bùn tự hoại đô thị [Cơ quan Bảo vệ Môi trường Hoa kỳ (EPA), Mẫu số 397]. Phương pháp này có thể được áp dụng đối với một số nguyên tố không được liệt kê ở trên như: asen, bari, selen, coban, magie và canxi. Các nguyên tố chịu nhiệt như: silic, bạc và titan, cũng như thủy ngân hữu cơ thì không bị hòa tan theo phương pháp này.

1.4 Tiêu chuẩn này chia làm hai phương pháp, A và B, có tính đến trường hợp sử dụng các hộp phá mẫu. Phương pháp A sử dụng bếp điện; Phương pháp B sử dụng các hộp phá mẫu bằng điện.

1.5 Các giá trị tính theo hệ SI là giá trị tiêu chuẩn. Trong tiêu chuẩn này không sử dụng hệ đơn vị khác.

1.6 Tiêu chuẩn này không đề cập đến các quy tắc an toàn liên quan đến việc áp dụng tiêu chuẩn. Người sử dụng tiêu chuẩn này phải có trách nhiệm lập ra các quy định thích hợp về an toàn và sức khỏe, đồng thời phải xác định khả năng áp dụng các giới hạn quy định trước khi sử dụng. Xem Điều 7 về báo cáo nguy hại cụ thể.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng 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 các sửa đổi)

TCVN 2117:2009 (ASTM 1193–06), *Nước thuốc thử – Yêu cầu kỹ thuật*.

3 Tóm tắt phương pháp

Một phần mẫu chất thải đã cân được trộn với axit nitric (HNO_3) 1+1 trong bình nón Erlenmeyer. Bình được đun nóng trong 2 h ở nhiệt độ từ 90 °C đến 95 °C để hòa tan các nguyên tố cần phân tích. Sau khi làm mát, pha loãng lượng chất trong bình bằng nước thuốc thử và được lọc, dịch lọc này được điều chỉnh đến thể tích thích hợp để dùng cho phép phân tích tiếp theo.

4 Ý nghĩa và sử dụng

Để lựa chọn phương pháp thực hành thải bỏ chất thải phù hợp, việc hiểu biết thành phần chất thải vô cơ luôn luôn là cần thiết. Chất thải rắn có thể tồn tại dưới các dạng khác nhau và chứa nhiều thành phần hữu cơ và vô cơ. Tiêu chuẩn này mô tả quy trình phá mẫu làm hòa tan nhiều thành phần vô cơ độc hại và tạo ra dung dịch phù hợp để xác định bằng các kỹ thuật như quang phổ hấp thụ nguyên tử, quang phổ phát xạ nguyên tử, v.v. Cỡ mẫu tương đối lớn trợ giúp cho việc lấy mẫu đại diện các chất thải không đồng nhất. Hệ số pha loãng tương đối nhỏ cho phép phát hiện các giới hạn thấp hơn so với hầu hết các phương pháp phá mẫu khác. Các kim loại dễ bay hơi như chì và thủy ngân, không bị mất đi trong suốt quy trình phá mẫu này, tuy nhiên chì hữu cơ và thủy ngân hữu cơ có thể không bị phá mẫu hoàn toàn. Các nguyên tố có khả năng tạo hydrua như arsen và selen, có thể bị mất một phần. Các mẫu với tổng hàm lượng kim loại lớn hơn 5 % có thể cho các kết quả thấp. Người phân tích có trách nhiệm xác định liệu tiêu chuẩn này có khả năng áp dụng được với chất thải rắn đang được thử hay không.

PHƯƠNG PHÁP A – BÉP ĐIỆN

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Cân phân tích, có khả năng cân đến 0,01 g.

5.2 Bình nón Erlenmeyer, 125 mL.

5.3 Ống đong, 50 mL.

5.4 Bếp điện, có thể điều chỉnh được, có khả năng duy trì nhiệt độ từ 90 °C đến 95 °C

5.5 Mặt kính đồng hồ.

5.6 Nhiệt kế.**5.7 Phễu, thủy tinh hoặc nhựa.****5.8 Bình định mức, nút thủy tinh, 200 mL.****5.9 Giấy lọc, định lượng, vận tốc dòng chảy trung bình, Whatman số 40 hoặc tương đương.****5.10 Tủ hút.****6 Thuốc thử**

6.1 Độ tinh khiết của thuốc thử: Sử dụng hóa chất cấp thuốc thử trong tất cả các phép thử. Nếu không có quy định riêng, thì sử dụng các hóa chất có độ tinh khiết tương đương nhưng không được làm giảm độ chính xác của phép thử.

6.2 Độ tinh khiết của nước: Nếu không có các quy định riêng, thì nước được đề cập đến trong tiêu chuẩn này là nước thuốc thử, loại II như quy định trong TCVN 2117 (ASTM 1193-06).

6.3 Axit nitric, đậm đặc, cấp thuốc thử.

6.4 Axit nitric (1+1): Cho từ từ và khuấy 200 mL axit nitric đậm đặc (HNO_3 , sp gr 1.42) vào 200 mL nước. Làm nguội hỗn hợp và bảo quản trong bình thủy tinh sạch.

7 Các mối nguy

7.1 Thêm từ từ hỗn hợp axit nitric vào mẫu, và khuấy. Các mẫu có chứa cacbonat có thể sủi bọt quá mức trong quá trình thêm axit và dẫn đến thất thoát mẫu. Axit nitric có thể phản ứng mạnh với những mẫu có chứa vật liệu hữu cơ.

7.2 Việc thêm axit và phá mẫu phải tiến hành trong tủ hút có hệ thống thông gió tốt, và được che chắn để tránh tiếp xúc với các oxit nitơ, khói axit, hoặc khí độc.

8 Cách tiến hành

8.1 Cân 5 g mẫu chất thải đã trộn kỹ, chính xác đến 0,01 g, cho vào bình nón Erlenmeyer.

8.2 Sử dụng ống đong để cho từ từ 25 mL axit nitric 1+1 vào bình. Lắc xoáy bình để mẫu ướt hoàn toàn.

8.3 Tiến hành mẫu trắng của 25 mL axit nitric 1+1 trong suốt quy trình.

8.4 Đặt bình lên bếp điện đang nguội, đặt bằng mặt kính đồng hồ, và cài đặt bếp để duy trì ở nhiệt độ từ 90 °C đến 95 °C.

8.5 Đun nóng bình và hỗn hợp trong bình trong 2 h, thỉnh thoảng lắc xoáy bình để rửa trôi mẫu dính trên thành bình. Kiểm tra nhiệt độ dung dịch bằng nhiệt kế và điều chỉnh nhiệt nếu cần.

TCVN 8963:2011

8.6 Sau 2 h, lấy bình ra khỏi bếp điện và làm nguội đến nhiệt độ phòng. Cho 50 mL nước thuốc thử vào bình, chú ý xối rửa thành bình. Lắc xoáy bình để trộn hỗn hợp này.

8.7 Lọc hỗn hợp trong bình vào bình định mức 200 mL. Rửa sạch bình và giấy lọc bằng các phần nhỏ nước thuốc thử, và cho tất cả các phần nước rửa này vào bình định mức.

8.8 Dùng nước thuốc thử pha loãng dung dịch trong bình định mức đến vạch mức và trộn kỹ. Dung dịch thu được đã sẵn sàng dùng để phân tích.

PHƯƠNG PHÁP B – HỘ PHÁ MẪU

9 Dụng cụ

9.1 Cân phân tích, có khả năng cân đến 0,01 g.

9.2 Tủ hút.

9.3 Ống đông phá mẫu.

9.4 Ống đông, 50 mL.

9.5 Màng lọc ống phá mẫu có vạch mức

9.6 Hộ phá mẫu, có thể điều chỉnh được, có khả năng duy trì nhiệt độ từ 90 °C đến 95 °C.

10 Thuốc thử

10.1 Độ tinh khiết của thuốc thử: Trong tất cả các phép thử, sử dụng hóa chất cấp thuốc thử. Nếu không có quy định riêng, thì sử dụng các hóa chất có độ tinh khiết tương đương nhưng không được làm giảm độ chính xác của phép thử.

10.2 Độ tinh khiết của nước: Nếu không có các quy định khác, thì nước được đề cập đến trong tiêu chuẩn này được hiểu là nước thuốc thử, loại II như quy định trong TCVN 2117 (ASTM 1193-06).

10.3 Axit nitric, đậm đặc, cấp thuốc thử.

10.4 Axit nitric (1+1): Cho từ từ, và khuấy, 200 mL axit nitric đậm đặc (HNO_3 , sp gr 1.42) vào 200 mL nước. Làm nguội hỗn hợp và bảo quản trong bình panh thủy tinh sạch.

11 Các mối nguy

11.1 Thêm từ từ hỗn hợp axit nitric vào mẫu, và khuấy. Các mẫu có chứa cacbonat có thể sủi bọt quá mức trong quá trình thêm axit và dẫn đến thất thoát mẫu. Axit nitric có thể phản ứng mạnh với những mẫu có chứa vật liệu hữu cơ.

11.2 Việc thêm axit và phá mẫu phải tiến hành trong tủ hút có hệ thống thông gió tốt, và được che chắn để tránh tiếp xúc với các oxit nitơ, khói axit, hoặc khí độc.

12 Cách tiến hành

- 12.1 Cân 5 g mẫu chất thải đã trộn kỹ, chính xác đến 0,01 g và chuyển vào ống phá mẫu có vạch mức.
- 12.2 Sử dụng ống đông để cho từ từ 25 mL axit nitric 1+1 vào bình. Lắc xoáy bình để mẫu ướt hoàn toàn.
- 12.3 Tiến hành mẫu trắng với 25 mL axit nitric 1+1 trong suốt quy trình.
- 12.4 Đặt ống phá mẫu vào hộp phá mẫu trong tủ hút và cài đặt hộp phá mẫu để duy trì ở nhiệt độ từ 90 °C đến 95 °C.
- 12.5 Đun nóng ống và hỗn hợp trong ống trong 2 h, cho đến khi thể tích còn khoảng 15 mL.
- 12.6 Sau 2 h, lấy ống ra khỏi hộp phá mẫu và làm nguội đến nhiệt độ phòng.
- 12.7 Lọc hỗn hợp trong ống bằng màng lọc ống phá mẫu.
- 12.8 Pha loãng dung dịch đến 50 mL. Dung dịch thu được đã sẵn sàng dùng để phân tích.

13 Độ chụm và độ chệch

Không có công bố về độ chụm hoặc độ chệch vì phương pháp này không đưa ra kết quả của phép thử. Phụ lục A bao gồm các kết quả đại diện thu được theo quy trình thực hành này (Phương pháp A) và phép phân tích tiếp theo.

Phụ lục A

(tham khảo)

Phép phân tích đại diện các mẫu sau khi phá mẫu bằng axit nitric**Bảng A.1 – Phá mẫu bằng axit nitric – Phân tích các mẫu bùn tiêu chuẩn (Mẫu EPA số 397)**

Nguyên tố	Độ đậm đặc, mg/kg		Phần trăm thu hồi
	Thực tế	Tìm được	
Zn	1323	1300	98
Mn	205	235	115
Pb	519	500	96
Cd	20,8	24,1	116
Cr	204	218	107
Fe	16155	16400	102
V	13,0	12,7	98
Cu	1095	1130	103
Ni	198	186	94
Al	4558	4500	99
Ti	2121	95	4,5
P	11573	11800	102
Be	0,28	0,5	179
As	17	9	53
Ag	81	7,4	9,1
Hg	16,3	13,6	83

Bảng A.2 – Phá mẫu bằng axit nitric – Phân tích lặp lại của dầu động cơ đã qua sử dụng, mg/kg

Nguyên tố	Lần 1	Lần 2	Lần 3
Zn	1170	1150	1170
Mn	2,5	2,1	2,1
Pb	43	40	35
Cd	0,6	0,5	0,4
Cr	2,8	2,1	2,3
Fe	74	66	66
V	1,32	1,04	0,92
Cu	3,8	3,6	3,6
Ni	0,7 ND ^A	0,7 ND	0,7 ND
Ba	0,6	0,5	0,5
Be	0,04 ND	0,04 ND	0,04 ND
Hg	0,08 ND	0,08 ND	0,08 ND

^A ND = không phát hiện được tại giới hạn phát hiện đã nêu,

Bảng A,3 – Phá mẫu bằng axit nitric –**Độ thu hồi phần cho thêm vào nền dầu động cơ đã qua sử dụng**

Nguyên tố	mg/kg		Phần trăm thu hồi
	Cho vào	Tìm được	
Mn	3,2	3,3	103
Pb	3,4	3,0	88
Cd	2,0	1,6	80
Cr	2,0	2,4	120
V	2,6	1,0	38
Cu	2,2	4,2	191
Ni	2,8	2,75	98
Ba	2,3	2,1	91
Be	1,6	1,3	81
Hg	0,08	0,09	113