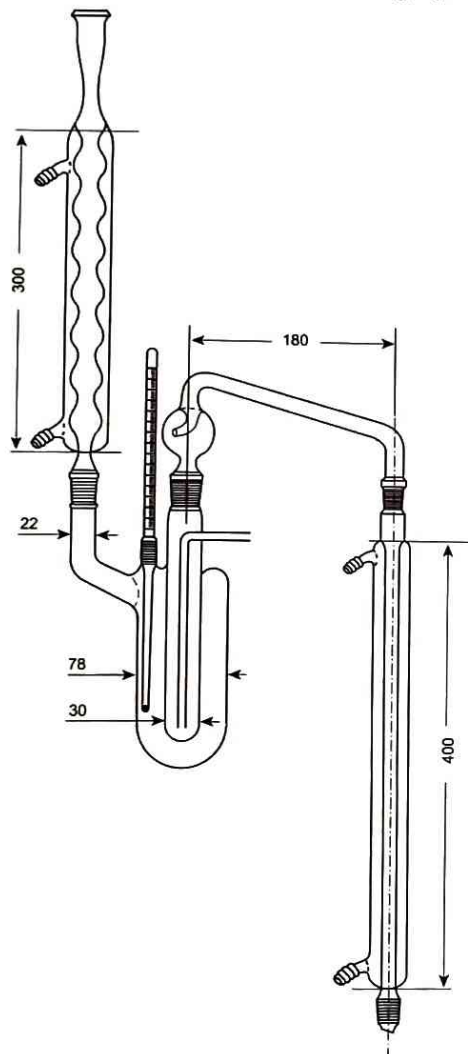


dịch thử và dung dịch chuẩn và thêm 5 ml thuốc thử acid aminomethylizarindiacetic (TT) vào mỗi dung dịch, sau 20 min nếu dung dịch thử có màu xanh (ban đầu là màu đỏ) thì không được đậm hơn màu của dung dịch đối chiếu.



Hình 9.4.6 - Dụng cụ thử giới hạn fluorid
(Kích thước tính bằng milimét)

9.4.7 Kali

Thêm 2 ml dung dịch natri tetraphenylborat 1 % (TT) mới pha vào 10 ml dung dịch chế phẩm thử đã chỉ dẫn trong chuyên luận, để yên 5 min. So sánh độ đục tạo thành trong ống thử với độ đục trong ống mẫu được chuẩn bị đồng thời trong cùng điều kiện một hỗn hợp của 5 ml dung dịch kali mẫu 20 phần triệu K (TT) và 5 ml nước.

Độ đục trong ống thử không được đậm hơn độ đục trong ống mẫu.

9.4.8 Kim loại nặng

Các phương pháp sau đây yêu cầu dùng dung dịch thioacetamid (TT). Có thể dùng dung dịch natri sulfid (TT) (0,1 ml) để thay thế. Vì các phương pháp dưới đây được xây dựng dựa trên sử dụng dung dịch thioacetamid (TT) nên nếu sử dụng dung dịch natri sulfid (TT) thay thế thì phải chuẩn bị thêm dung dịch kiểm tra khi thử theo phương pháp 1, 2 và 8. Dung dịch kiểm tra được chuẩn

bị từ lượng chế phẩm giống như lượng chế phẩm dùng để chuẩn bị dung dịch thử và thêm thể tích dung dịch chỉ mẫu giống như thể tích dung dịch chỉ mẫu dùng để chuẩn bị dung dịch đối chiếu. Phép thử chỉ có giá trị khi dung dịch kiểm tra có màu đậm ít nhất là bằng màu của dung dịch đối chiếu.

Phương pháp 1

Dung dịch thử: 12 ml dung dịch chế phẩm được chuẩn bị như chỉ dẫn trong chuyên luận.

Dung dịch đối chiếu: Hỗn hợp gồm 10 ml dung dịch chỉ mẫu 1 phần triệu Pb (TT) hoặc dung dịch chỉ mẫu 2 phần triệu Pb (TT) tùy theo chỉ dẫn trong chuyên luận và 2 ml dung dịch thử.

Dung dịch mẫu trắng: Hỗn hợp gồm 10 ml nước và 2 ml dung dịch thử.

Thêm 2 ml dung dịch đệm acetat pH 3,5 (TT) vào mỗi dung dịch trên. Lắc đều và thêm dung dịch thu được vào 1,2 ml dung dịch thioacetamid (TT), lắc ngay. Quan sát các dung dịch sau 2 min.

Tính thích hợp của phép thử: Dung dịch đối chiếu phải có màu nâu nhạt khi so sánh với dung dịch mẫu trắng.

Đánh giá kết quả: Màu nâu của dung dịch thử, nếu có, không được đậm hơn màu của dung dịch đối chiếu.

Nếu như khó đánh giá kết quả, lọc các dung dịch qua màng lọc 0,45 μ m nếu không có chỉ dẫn khác. Tiến hành lọc chậm và đều với áp lực lên piston nhẹ nhàng và liên tục. So sánh màu sắc của các vết trên màng lọc thu được từ các dung dịch.

Phương pháp 2

Dung dịch thử: 12 ml dung dịch chế phẩm được chuẩn bị như chỉ dẫn trong chuyên luận, dùng dung môi hữu cơ có chứa một tỷ lệ nước tối thiểu [Ví dụ như 1,4-dioxan (TT) hoặc aceton (TT) có chứa 15 % nước (tt/tt)].

Dung dịch đối chiếu: Hỗn hợp gồm 10 ml dung dịch chỉ mẫu (1 hay 2 phần triệu Pb tùy theo chỉ dẫn trong chuyên luận) và 2 ml dung dịch thử.

Dung dịch ion chỉ mẫu 1 hoặc 2 phần triệu Pb được pha chế bằng cách pha loãng dung dịch chỉ mẫu 100 phần triệu Pb (TT) với dung môi được dùng để pha dung dịch thử.

Dung dịch mẫu trắng: Hỗn hợp gồm 10 ml dung môi được dùng để pha dung dịch thử và 2 ml dung dịch thử.

Thêm 2 ml dung dịch đệm acetat pH 3,5 (TT) vào mỗi dung dịch trên. Lắc đều và thêm dung dịch thu được vào 1,2 ml dung dịch thioacetamid (TT), lắc đều ngay. Quan sát các dung dịch sau 2 min.

Tính thích hợp của phép thử: Dung dịch đối chiếu phải có màu nâu nhạt khi so sánh với dung dịch mẫu trắng.

Đánh giá kết quả: Màu nâu của dung dịch thử, nếu có, không được đậm hơn màu của dung dịch đối chiếu.

Nếu như khó đánh giá kết quả, lọc các dung dịch qua màng lọc 0,45 μ m nếu không có chỉ dẫn khác. Tiến hành lọc chậm và đều với áp lực lên piston nhẹ nhàng và liên tục. So sánh màu sắc của các vết trên màng lọc thu được từ các dung dịch.

Phương pháp 3

Dung dịch thử: Lấy một lượng chế phẩm như chỉ dẫn trong chuyên luận (không quá 2 g) cho vào một chén nung sứ. Thêm 4 ml *dung dịch magnesi sulfat 25 % trong acid sulfuric 1 M (TT)*. Trộn đều bằng một thìa thủy tinh nhỏ rồi đun nóng cẩn thận. Nếu hỗn hợp là một chất lỏng thì làm bay hơi từ từ trên cách thủy đến khô. Đốt dần dần để chế phẩm cháy hết và tiếp tục đốt cho đến khi thu được cặn có màu gần trắng hay ít nhất là xám nhạt. Tiến hành nung ở nhiệt độ không quá 800 °C. Để nguội. Làm ẩm cặn bằng vài giọt *dung dịch acid sulfuric 1 M (TT)*. Bốc hơi, nung lại và để nguội. Toàn bộ thời gian nung không được quá 2 h. Hòa tan cặn trong *dung dịch acid hydrochloric 2 M (TT)* 2 lần, mỗi lần dùng 5 ml. Thêm 0,1 ml *dung dịch phenolphthalein (TT)*, cho từng giọt *amoniac (TT)* đến khi có màu hồng. Để nguội, thêm *acid acetic băng (TT)* đến khi dung dịch mất màu và thêm thừa 0,5 ml nữa. Lọc nếu cần và pha loãng dung dịch với *nước* thành 20 ml.

Dung dịch đối chiếu: Tiến hành theo chỉ dẫn ở phần dung dịch thử, dùng một thể tích *dung dịch chì mẫu 10 phần triệu Pb (TT)* như đã ghi trong chuyên luận thay cho chế phẩm. Thêm 2 ml dung dịch thử vào 10 ml dung dịch thu được.

Dung dịch kiểm tra: Tiến hành theo chỉ dẫn ở phần dung dịch thử, dùng lượng chế phẩm như lượng dùng để chuẩn bị dung dịch thử và thể tích *dung dịch chì mẫu 10 phần triệu Pb (TT)* như thể tích dùng để chuẩn bị dung dịch đối chiếu. Thêm 2 ml dung dịch thử vào 10 ml dung dịch thu được.

Dung dịch mẫu trắng: Hỗn hợp gồm 10 ml *nước* và 2 ml dung dịch thử.

Lấy 12 ml của mỗi dung dịch trên, thêm 2 ml *dung dịch đệm acetat pH 3,5 (TT)*. Lắc đều và thêm dung dịch thu được vào 1,2 ml *dung dịch thioacetamid (TT)*, lắc đều ngay. Quan sát các dung dịch sau 2 min.

Tính thích hợp của phép thử: Dung dịch đối chiếu phải có màu nâu nhạt khi so sánh với dung dịch mẫu trắng và dung dịch kiểm tra phải có màu ít nhất là đậm bằng màu của dung dịch đối chiếu.

Đánh giá kết quả: Màu nâu của dung dịch thử, nếu có, không được đậm hơn màu của dung dịch đối chiếu.

Nếu như khó đánh giá kết quả, lọc các dung dịch qua màng lọc 0,45 µm nếu không có chỉ dẫn khác. Tiến hành lọc chậm và đều với áp lực lên piston nhẹ nhàng và liên tục. So sánh màu sắc của các vết trên màng lọc thu được từ các dung dịch.

Phương pháp 4

Dung dịch thử: Trộn đều một lượng chế phẩm như chỉ dẫn trong chuyên luận với 0,5 g *magnesi oxyd (TT)* trong một chén sứ. Nung đỏ hỗn hợp cho đến khi thu được một khối đồng nhất màu trắng hay trắng xám. Nếu sau khi nung 30 min mà hỗn hợp vẫn có màu thì để nguội, dùng thìa thủy tinh trộn đều rồi nung lại. Nếu cần, lặp lại thao tác đó. Cuối cùng nung ở 800 °C trong 1 h. Hòa tan cặn trong hỗn hợp đồng thể tích của *dung dịch acid hydrochloric 2 M (TT)* và

nước, 2 lần, mỗi lần dùng 5 ml. Thêm 0,1 ml *dung dịch phenolphthalein (TT)*, cho từng giọt *amoniac (TT)* đến khi có màu hồng. Để nguội, thêm *acid acetic băng (TT)* đến khi dung dịch mất màu và thêm thừa 0,5 ml nữa. Lọc nếu cần, rửa phễu lọc và pha loãng dung dịch với *nước* thành 20 ml.

Dung dịch đối chiếu: Lấy thể tích *dung dịch chì mẫu 10 phần triệu Pb (TT)* như đã ghi trong chuyên luận, làm khô ở 100 °C đến 105 °C, thay cho chế phẩm và tiến hành theo chỉ dẫn ở phần dung dịch thử. Thêm 2 ml dung dịch thử vào 10 ml dung dịch thu được.

Dung dịch kiểm tra: Lấy lượng chế phẩm như lượng dùng để chuẩn bị dung dịch thử và thể tích *dung dịch chì mẫu 10 phần triệu Pb (TT)* như thể tích dùng để chuẩn bị dung dịch đối chiếu, làm khô ở 100 °C đến 105 °C và tiến hành theo chỉ dẫn ở phần dung dịch thử. Thêm 2 ml dung dịch thử vào 10 ml dung dịch thu được.

Dung dịch mẫu trắng: Hỗn hợp gồm 10 ml *nước* và 2 ml dung dịch thử.

Lấy 12 ml của mỗi dung dịch trên, thêm 2 ml *dung dịch đệm acetat pH 3,5 (TT)*. Lắc đều và thêm dung dịch thu được vào 1,2 ml *dung dịch thioacetamid (TT)*, lắc đều ngay. Quan sát các dung dịch sau 2 min.

Tính thích hợp của phép thử: Dung dịch đối chiếu phải có màu nâu nhạt khi so sánh với dung dịch mẫu trắng và dung dịch kiểm tra phải có màu ít nhất là đậm bằng màu của dung dịch đối chiếu.

Đánh giá kết quả: Màu nâu của dung dịch thử, nếu có, không được đậm hơn màu của dung dịch đối chiếu.

Nếu như khó đánh giá kết quả, lọc các dung dịch qua màng lọc 0,45 µm nếu không có chỉ dẫn khác. Tiến hành lọc chậm và đều với áp lực lên piston nhẹ nhàng và liên tục. So sánh màu sắc của các vết trên màng lọc thu được từ các dung dịch.

Phương pháp 5

Dung dịch thử: Hòa tan một lượng chế phẩm như chỉ dẫn trong chuyên luận trong 30 ml *nước* hay trong thể tích như chỉ dẫn.

Dung dịch đối chiếu: Nếu không có chỉ dẫn khác, pha loãng thể tích *dung dịch chì mẫu 1 phần triệu Pb (TT)* như chỉ dẫn trong chuyên luận thành thể tích bằng thể tích của dung dịch thử.

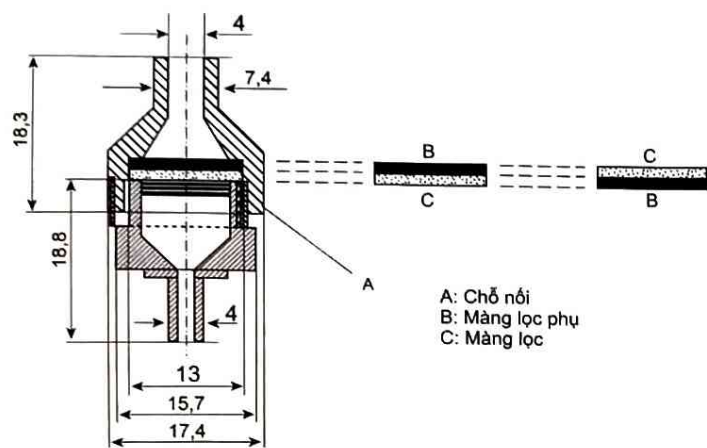
Chuẩn bị một thiết bị lọc bằng cách lắp thân một bơm tiêm, không có piston, dung tích 50 ml với một giá đỡ có chứa, trên mặt đĩa, một màng lọc (Kích thước lỗ 3 µm) và phía trên có màng lọc phụ (Hình 9.4.8).

Chuyển dung dịch thử vào bơm tiêm, lắp piston, ấn nhẹ và đều đến khi dung dịch được lọc hết. Tháo giá đỡ và lấy màng lọc phụ ra, kiểm tra xem màng lọc có bị nhiễm bẩn không, nếu cần thì thay màng lọc và lọc lại trong cùng điều kiện.

Thêm 2 ml *dung dịch đệm acetat pH 3,5 (TT)* vào toàn bộ hay một phần dịch lọc như chỉ dẫn ở chuyên luận, lắc đều và thêm dung dịch thu được vào 1,2 ml *dung dịch thioacetamid (TT)*, lắc đều ngay và để yên 10 min. Lọc lại

như chỉ dẫn ở trên nhưng đảo trật tự màng lọc, dung dịch qua màng lọc rồi mới qua màng lọc phụ. Quá trình lọc phải được thực hiện từ từ và đều bằng cách ấn piston nhẹ nhàng và liên tục. Sau khi lọc xong lấy màng lọc ra, làm khô bằng cách ép trên giấy lọc.

Song song tiến hành như chỉ dẫn ở trên với dung dịch đối chiếu.



Hình 9.4.8 - Dụng cụ thử giới hạn kim loại nặng
(Kích thước tính bằng milimét)

Đánh giá kết quả: Màu của vết thu được từ dung dịch thử không được đậm màu hơn màu của vết thu được từ dung dịch đối chiếu.

Phương pháp 6

Dung dịch thử: Lấy một lượng chế phẩm như chỉ dẫn trong chuyên luận vào một bình Kjeldahl khô và sạch dung tích 100 ml (có thể dùng bình dung tích 300 ml nếu phản ứng tạo bọt nhiều). Giữ bình nghiêng một góc 45°. Nếu chế phẩm là chất rắn, thêm vừa đủ một thể tích hỗn hợp acid gồm 8 ml acid sulfuric (TT) và 10 ml acid nitric (TT) để làm ẩm toàn bộ mẫu. Nếu chế phẩm là chất lỏng, thêm vài ml hỗn hợp acid. Đun nóng nhẹ đến khi phản ứng bắt đầu, đợi phản ứng giảm bớt và tiếp tục thêm từng phần hỗn hợp acid, đun nóng sau mỗi lần thêm, đến khi hết 18 ml hỗn hợp acid. Tăng nhiệt độ và đun sôi nhẹ đến khi dung dịch thâm màu. Để nguội, thêm 2 ml acid nitric (TT) và đun nóng đến khi dung dịch thâm màu. Tiếp tục đun và thêm acid nitric (TT) đến khi dung dịch không còn thâm màu thêm nữa. Đun nóng mạnh đến khi có khói trắng, dày đặc tạo thành. Để nguội, thêm cẩn thận 5 ml nước, đun sôi nhẹ đến khi có khói trắng, dày đặc tạo thành và tiếp tục đun đến khi còn 2 ml đến 3 ml. Để nguội, thêm cẩn thận 5 ml nước và quan sát màu của dung dịch. Nếu dung dịch có màu vàng, thêm cẩn thận 1 ml dung dịch hydrogen peroxyl đậm đặc (TT) và tiếp tục đun đến khi có khói trắng, dày đặc tạo thành và dung dịch còn khoảng 2 ml đến 3 ml. Nếu dung dịch vẫn có màu vàng, lặp lại bước thêm 5 ml nước và 1 ml dung dịch hydrogen peroxyl đậm đặc (TT) đến khi dung dịch không màu. Để nguội, pha loãng cẩn thận với nước và tráng vào ống Nessler dung tích 50 ml sao cho thể tích dung dịch thu được không vượt quá 25 ml. Điều

chỉnh pH dung dịch đến 3,0 - 4,0 bằng amoniac (TT) [có thể dùng dung dịch amoniac 6 M (TT) để điều chỉnh khi đến gần khoảng pH yêu cầu], dùng chỉ thị ngoại là giấy chỉ thị có khoảng chỉ thị pH hẹp. Thêm nước để được 40 ml và trộn đều. Thêm 2 ml dung dịch đệm acetat pH 3,5 (TT). Lắc đều và thêm dung dịch thu được vào 1,2 ml dung dịch thioacetamid (TT). Lắc đều ngay. Pha loãng với nước thành 50 ml, lắc đều.

Dung dịch mẫu (đối chiếu): Tiến hành đồng thời như dung dịch thử, thay chế phẩm bằng thể tích dung dịch chỉ mẫu 10 phần triệu Pb (TT) như chỉ dẫn trong chuyên luận.

Dung dịch kiểm tra: Tiến hành như dung dịch thử, dùng lượng chế phẩm như lượng dùng để chuẩn bị dung dịch thử và thể tích dung dịch chỉ mẫu 10 phần triệu Pb (TT) như thể tích dùng để chuẩn bị dung dịch đối chiếu.

Dung dịch mẫu trắng: Tiến hành như dung dịch thử nhưng không có chế phẩm.

Sau 2 min quan sát các dung dịch dọc theo chiều dài ống nghiệm trên nền trắng.

Tính thích hợp của phép thử: Dung dịch đối chiếu phải có màu nâu nhạt khi so sánh với dung dịch mẫu trắng và dung dịch kiểm tra phải có màu ít nhất là đậm bằng màu của dung dịch đối chiếu.

Đánh giá kết quả: Màu nâu của dung dịch thử, nếu có, không được đậm hơn màu của dung dịch đối chiếu.

Nếu như khó đánh giá kết quả, lọc các dung dịch qua màng lọc 0,45 µm nếu không có chỉ dẫn khác. Tiến hành lọc chậm và đều với áp lực lên piston nhẹ nhàng và liên tục. So sánh màu sắc của các vết trên màng lọc thu được từ các dung dịch.

Phương pháp 7

Chú ý: Khi dùng thiết bị phá mẫu áp suất cao phải theo đúng hướng dẫn vận hành và chú ý về an toàn do nhà sản xuất đưa ra. Thiết lập chu kỳ phá mẫu tùy thuộc kiểu lò vi sóng (Ví dụ kiểu lò kiểm soát năng lượng, kiểu lò kiểm soát nhiệt độ hoặc lò áp suất cao). Chu kỳ này phải theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Chu kỳ phá mẫu là phù hợp nếu thu được dung dịch trong.

Dung dịch thử: Lấy một lượng chế phẩm như chỉ dẫn trong chuyên luận (không quá 0,5 g) vào một cốc phù hợp, sạch. Thêm lần lượt 2,7 ml acid sulfuric (TT), 3,3 ml acid nitric (TT) và 2,0 ml dung dịch hydrogen peroxyl đậm đặc (TT) vừa thêm vừa khuấy đều bằng máy khuấy từ, để từng thuốc thử phản ứng với chế phẩm trước khi thêm thuốc thử tiếp theo. Chuyển hỗn hợp vào bình phá mẫu chịu áp suất cao (bằng fluoropolyme hoặc thạch anh), bình phải được làm khô trước khi cho mẫu vào.

Dung dịch đối chiếu: Tiến hành như dung dịch thử, thay chế phẩm bằng thể tích dung dịch chỉ mẫu 10 phần triệu Pb (TT) như chỉ dẫn trong chuyên luận.

Dung dịch kiểm tra: Tiến hành như dung dịch thử, dùng lượng chế phẩm như lượng dùng để chuẩn bị dung dịch thử và thể tích dung dịch chỉ mẫu 10 phần triệu Pb (TT) như thể tích dùng để chuẩn bị dung dịch đối chiếu.

Dung dịch mẫu trắng: Tiến hành như dung dịch thử nhưng không có chế phẩm.

Đặt bình phá mẫu và đặt vào trong lò vi sóng. Tiến hành phá mẫu bằng cách sử dụng nối tiếp 2 chương trình tách biệt thích hợp. Thiết lập các chương trình theo một số bước để có thể kiểm soát phản ứng, theo dõi áp suất, nhiệt độ hoặc năng lượng tùy theo kiểu lò vi sóng sử dụng. Sau khi áp dụng chương trình đầu tiên, để nguội các bình phá mẫu trước khi mở. Thêm vào mỗi bình 2 ml *dung dịch hydrogen peroxyl đậm đặc (TT)* và áp dụng chương trình thứ hai. Sau khi áp dụng chương trình thứ hai, để nguội các bình phá mẫu trước khi mở. Nếu cần thiết để có được dung dịch trong, lặp lại bước thêm *dung dịch hydrogen peroxyl đậm đặc (TT)* và chương trình phá mẫu thứ hai.

Để nguội, pha loãng cẩn thận với *nước* và tráng vào một bình nón sao cho thể tích dung dịch thu được không vượt quá 25 ml. Điều chỉnh pH dung dịch đến 3,0 - 4,0 bằng *amoniac (TT)* (có thể dùng *dung dịch amoniac 6 M (TT)* để điều chỉnh khi đến gần khoảng pH yêu cầu), dùng chỉ thị ngoại là giấy chỉ thị có khoảng chỉ thị pH hẹp. Để tránh làm nóng dung dịch, ngâm dung dịch trong nước đá và dùng máy khuấy từ. Pha loãng thành 40 ml với *nước* và trộn đều. Thêm 2 ml *dung dịch đệm acetat pH 3,5 (TT)*. Lắc đều và thêm dung dịch thu được vào 1,2 ml *dung dịch thioacetamid (TT)*. Lắc đều ngay. Pha loãng với *nước* thành 50 ml, lắc đều và để yên 2 min.

Lọc các dung dịch qua màng lọc thích hợp 0,45 μm nếu không có chỉ dẫn khác. Tiến hành lọc chậm và đều với áp lực lên piston nhẹ nhàng và liên tục. So sánh màu sắc của các vết trên màng lọc thu được từ các dung dịch trên.

Tính thích hợp của phép thử: Vết thu được từ dung dịch đối chiếu phải có màu nâu khi so sánh với vết thu được từ dung dịch mẫu trắng và vết thu được từ dung dịch kiểm tra phải có màu ít nhất là đậm bằng màu của vết thu được từ dung dịch đối chiếu.

Đánh giá kết quả: Màu nâu của vết thu được từ dung dịch thử không được đậm hơn màu của vết thu được từ dung dịch đối chiếu.

Phương pháp 8

Dung dịch thử: Hòa tan một lượng chế phẩm theo chỉ dẫn trong chuyên luận trong 20 ml dung môi hay hỗn hợp dung môi được chỉ dẫn trong chuyên luận.

Dung dịch đối chiếu: Pha loãng thể tích *dung dịch chỉ mẫu 10 phần triệu Pb (TT)* theo chỉ dẫn trong chuyên luận thành 20 ml với dung môi để pha dung dịch thử.

Dung dịch mẫu trắng: 20 ml dung môi để pha dung dịch thử. Thêm 2 ml *dung dịch đệm acetat pH 3,5 (TT)* vào mỗi dung dịch trên. Lắc đều (Trong một vài trường hợp có tủa tạo thành, khi đó chuyên luận riêng có hướng dẫn hòa tan lại trong thể tích xác định của dung môi cho sẵn). Thêm dung dịch thu được vào 1,2 ml *dung dịch thioacetamid (TT)*. Lắc ngay và để yên 2 min. Lọc các dung dịch qua màng lọc 0,45 μm nếu không có chỉ dẫn khác. So sánh các vết trên màng lọc thu được từ các dung dịch trên.

Tính thích hợp của phép thử: Vết thu được từ dung dịch đối chiếu phải có màu đen nâu so với vết thu được từ dung dịch mẫu trắng.

Đánh giá kết quả: Màu đen nâu của vết thu được từ dung dịch thử không được đậm hơn màu của vết thu được từ dung dịch đối chiếu.

9.4.9 Nhôm

Chuyển dung dịch chế phẩm thử đã chỉ dẫn trong chuyên luận vào một bình gạn và chiết lần lượt với 20 ml, 20 ml và 10 ml dung dịch *8-hydroxyquinolin 0,5 % trong cloroform (TT)*. Gộp các dịch chiết cloroform và pha loãng tới 50,0 ml bằng *cloroform (TT)* (dung dịch thử).

Trừ khi có chỉ dẫn khác, chuẩn bị dung dịch trắng và dung dịch chuẩn trong cùng điều kiện như dung dịch thử.

Dung dịch trắng là hỗn hợp 10 ml *dung dịch đệm acetat pH 6,0* và 100 ml *nước*.

Dung dịch chuẩn là hỗn hợp 2 ml *dung dịch nhôm mẫu 2 phần triệu Al (TT)*, 10 ml *dung dịch đệm acetat pH 6,0* và 98 ml *nước*.

Đo huỳnh quang của dung dịch thử (I_1), dung dịch chuẩn (I_2) và dung dịch trắng (I_3) (Phụ lục 4.3) với bước sóng kích thích là 392 nm và một kính lọc phụ có dải truyền quang tập trung ở 518 nm, hoặc đặt một thiết bị làm đơn sắc ánh sáng để truyền quang ở chính bước sóng đó.

Cường độ huỳnh quang của dung dịch thử ($I_1 - I_3$) không được lớn hơn của dung dịch chuẩn ($I_2 - I_3$).

9.4.10 Nickel trong polyol

Tiến hành theo phương pháp II của quang phổ hấp thụ nguyên tử (Phụ lục 4.4), dùng ngọn lửa acetylen - không khí, đèn cathod rỗng nickel và các dung dịch sau:

Dung dịch thử: Hòa tan 20,0 g chế phẩm thử trong *dung dịch acid acetic 1 M (TT)* và pha loãng thành 100,0 ml với cùng dung môi. Thêm 2,0 ml dung dịch bão hòa *amoni pyrolidin dithiocarbamat (TT)* (khoảng 1 %) và 10,0 ml *4-methylpentan-2-on (TT)* lắc trong 30 s, tránh ánh sáng. Để yên cho tách lớp và lấy lớp methylpentanon.

Dung dịch đối chiếu: Chuẩn bị 3 dung dịch đối chiếu trong cùng điều kiện như dung dịch thử bằng cách thêm riêng biệt 0,5 ml; 1,0 ml; 1,5 ml *dung dịch nickel mẫu 10 phần triệu Ni (TT)* vào mỗi bình đã có 20,0 g chế phẩm thử.

Chuẩn bị một mẫu trắng trong cùng điều kiện giống như dung dịch thử, nhưng không có chế phẩm thử và dùng dung dịch này để hiệu chỉnh điểm "0" của máy.

Đo độ hấp thụ của dung dịch thử, 3 dung dịch đối chiếu và mẫu trắng ở cực đại 232,0 nm. Vẽ đường cong biểu diễn sự phụ thuộc giữa độ hấp thụ với nồng độ nickel trong các dung dịch và xác định hàm lượng của nickel trong chế phẩm thử.

Hàm lượng nickel không lớn hơn 1 phần triệu, trừ khi có chỉ dẫn khác.

9.4.11 Kim loại nặng trong dược liệu và trong dầu béo

Tiến hành bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử (Phụ lục 4.4).