Nitơ, tổng vô cơ

DOC316.32.01090

Phương pháp khử bằng Titanium Trichloride

Phương pháp 10021

0,2 đến 25,0 mg/L N

Ống nghiệm Test 'N Tube™

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho nước, nước thải và nước biển.

Chuẩn bị cho xét nghiệm

Thông tin về từng loại thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình cho xét nghiệm này. Bảng cũng cho biết yêu cầu về bộ chuyển đổi và tấm chắn sáng với thiết bị sử dụng chúng.

Để sử dụng bảng, hãy chọn thiết bị rồi đọc sang ngang để tìm thông tin phù hợp cho xét nghiệm này.

Bảng 1 Thông tin thiết bị dành cho ống nghiệm

Thiết bị	Bộ chuyển đổi	Tấm chắn sáng
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Nắp bảo vệ đi kèm theo thiết bị

1 Bộ chuyển đổi D không có sẵn cho tất cả các phiên bản thiết bị.

Trước khi bắt đầu

Lắp nắp thiết bị vào giá giữ ô đo DR 900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ.
Đối với DR 3900, DR 3800, DR 2800 và DR 2700: Lắp tấm chắn sáng vào Ngăn ô số 2 trước khi thực hiện phép đo này.
Để đảm bảo an toàn, hãy đeo găng tay khi bẻ ống thuốc thử.
Các hóa chất sử dụng trong phép thử này có chứa natri nitroferricyanua. **Giữ dung dịch xyanua ở pH > 11 để tránh phát sinh khí hydro xyanua.** Thu gom mẫu đã phản ứng để xử lý đúng cách.
Xem lại Bảng Dữ liệu An toàn Hóa chất (MSDS/SDS) cho các hóa chất sử dụng. Hãy dùng đầy đủ trang thiết bị bảo hộ cá nhân được khuyến nghị.
Xử lý dung dịch đã phản ứng theo quy định của địa phương, tiểu bang và liên bang. Tham khảo Bảng Dữ liệu An toàn để biết cách xử lý hóa chất chưa sử dụng. Hỏi thêm bộ phận môi trường, an toàn và sức khỏe tại cơ sở hoặc cơ quan quản lý nơi bạn làm việc để được hướng dẫn chi tiết về việc xử lý.

Các vật dụng cần chuẩn bị

Mô tả	Số lượng
Bộ thuốc thử tiền xử lý Nitơ vô cơ tổng (phương pháp khử TiCl3)	1
Bộ thuốc thử Nitơ-Ammonia Test 'N Tube AmVer™	1
Máy ly tâm	1
Phễu nhỏ	1
Tấm chắn sáng hoặc bộ chuyển đổi (Để biết thông tin về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, vui lòng xem Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.)	1
Dụng cụ hút mẫu TenSette®, 0,1 đến 1,0 mL, kèm đầu hút	1

Các vật dụng cần thu thập (tiếp tục)

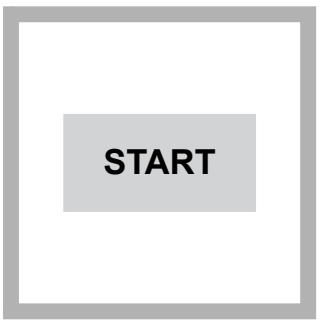
Mô tả	Số lượng
Bơm pipet định lượng, loại A, 1.00 mL	1
Giá đỡ ống nghiệm	1
Nước đã khử ion	1 mL

Xem thêm thông tin về Vật tư tiêu hao và sản phẩm thay thế ở trang 6 để biết cách đặt hàng.

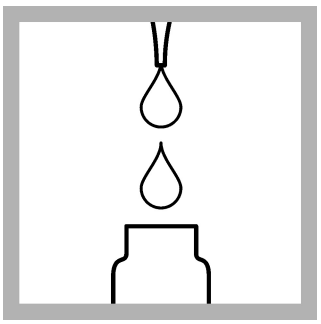
Thu thập và bảo quản mẫu

- Lấy mẫu vào chai thủy tinh hoặc nhựa sạch.
- Phân tích mẫu càng sớm càng tốt để có kết quả chính xác nhất.
- Nếu mẫu chứa clo, nhỏ một giọt natri thiosulfat 0,1 N vào mỗi lít mẫu để loại bỏ 0,3 mg/L clo.
- Để bảo quản mẫu phân tích sau, điều chỉnh pH mẫu dưới 2 bằng axit clohidric đậm đặc (khoảng 2 mL cho mỗi lít). Nếu kiểm tra ngay, không cần thêm axit.
- Bảo quản mẫu ở nhiệt độ tối đa 6 °C (43 °F) và không quá 28 ngày.
- Để mẫu về nhiệt độ phòng trước khi phân tích.
- Trước khi đo, điều chỉnh pH về 7 bằng dung dịch chuẩn natri hydroxit 5,0 N.
- Chỉnh lại kết quả cho phù hợp với lượng dung dịch đã thêm.

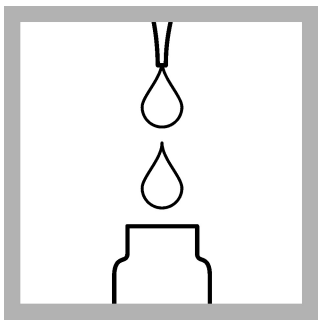
Quy trình kiểm tra Test 'N Tube



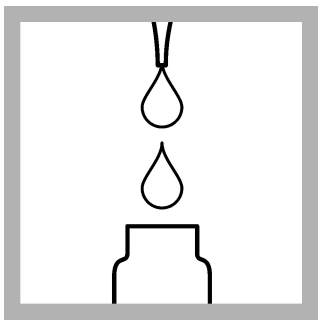
1. Khởi động chương trình **346 N Inorganic TNT**. Để biết thông tin về cuvet mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy xem thêm tại Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1. ***Lưu ý:*** *Tên chương trình có thể khác nhau tùy từng thiết bị, nhưng số chương trình luôn không đổi.*



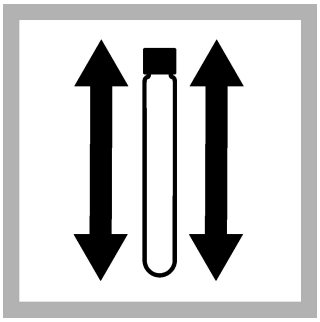
2. Thêm 1 mL dung dịch đệm tiền xử lý Nitơ Vô cơ cô đặc vào hai ống nghiệm chứa dung môi tiền xử lý Nitơ Vô cơ.



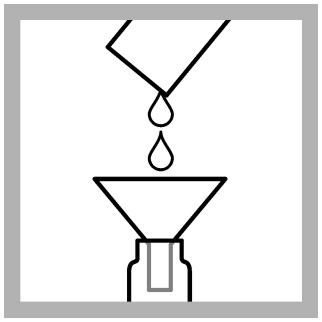
3. Chuẩn bị mẫu: Thêm 1 mL mẫu vào một trong hai ống nghiệm.



4. Chuẩn bị mẫu trắng: Thêm 1 mL nước đã khử ion vào ống nghiệm còn lại.

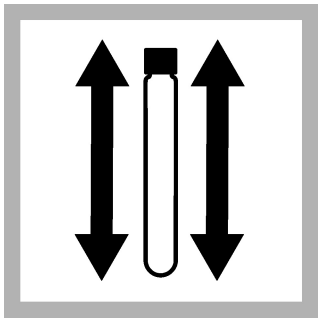


5. Đậy nắp cho cả hai lọ. Lắc đều trong 30 giây để trộn mẫu.

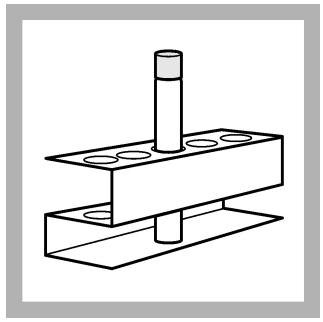


6. Cho một ống thuốc thử khử Nitơ vô cơ tổng vào lọ mẫu đã chuẩn bị. Cho một ống thuốc thử khử Nitơ vô cơ tổng khác vào lọ trắng.

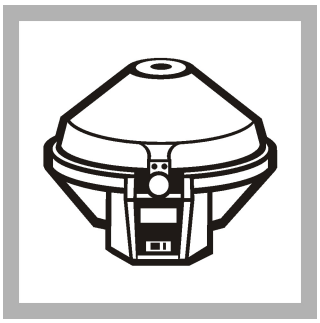
Kết tủa màu đen sẽ xuất hiện ngay lập tức.



7. Đậy nắp cả hai ống và lắc nhẹ nhàng trong 30 giây để trộn đều. Kết tủa sau khi lắc nên có màu đen. Nếu lắc quá mạnh, kết tủa sẽ chuyển sang màu trắng và kết quả kiểm tra sẽ thấp.



8. Để các ống đứng yên ít nhất một phút.

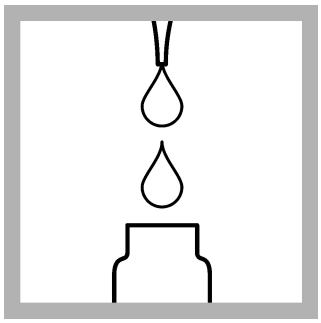


9. Đặt các ống vào máy ly tâm.



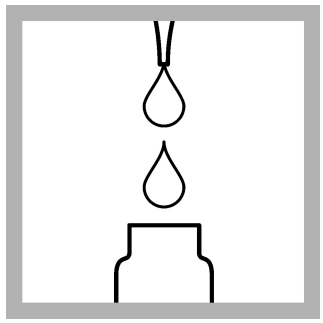
10. Khởi động bộ đếm thời gian của thiết bị. Quá trình phản ứng sẽ diễn ra trong 3 phút.

Đặt các ống nghiệm vào máy ly tâm và chạy máy trong ba phút. Nếu không có máy ly tâm, hãy để các ống nghiệm đứng yên trong 30 phút để chất rắn lắng xuống đáy.

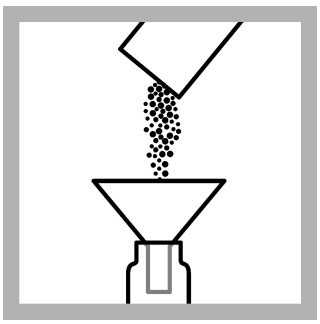


11. Khi hết thời gian, lấy 2 mL mẫu đã chuẩn bị từ máy ly tâm và cho vào ống thử AmVer Diluent Reagent Test 'N Tube dành cho xác định Nitơ Amoni ở dải thấp.

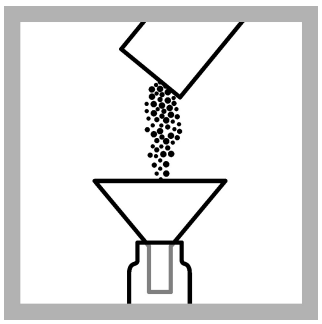
Không làm xáo trộn lớp cặn ở đáy các ống nghiệm.



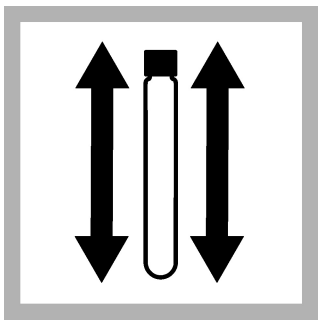
12. Thêm 2 mL dung dịch trắng từ máy ly tâm vào ống thử AmVer Diluent Reagent Test 'N Tube thứ hai để xác định Nitơ Amoni ở dải thấp.



13. Thêm một gói bột thuốc thử Ammonia Salicylate (dành cho mẫu 5 mL) vào mỗi lọ.



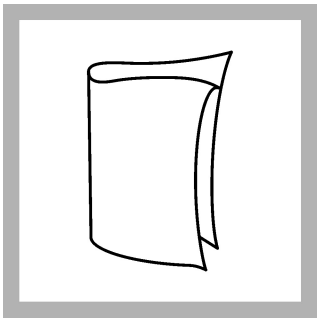
14. Thêm một gói bột thuốc thử Ammonia Cyanurate (dành cho mẫu 5 mL) vào mỗi lọ.



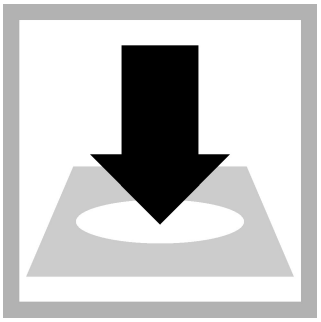
15. Đậy nắp các ống và lắc đều để bột tan hoàn toàn. Nếu có nitơ, dung dịch sẽ chuyển sang màu xanh lá.



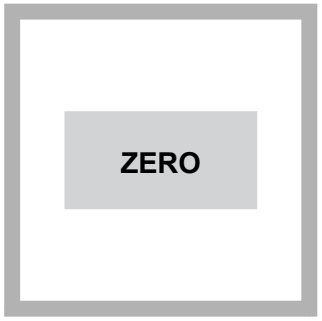
16. Khởi động bộ đếm thời gian của thiết bị. Quá trình phản ứng sẽ diễn ra trong 20 phút.



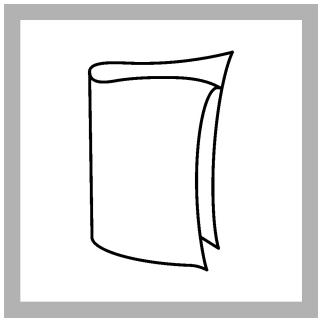
17. Khi hết thời gian hẹn giờ, hãy làm sạch ống nghiệm trắng.



18. Đặt ống nghiệm trắng vào giá đỡ tế bào 16 mm.



19. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị 0.0 mg/L N.



20. Làm sạch ống nghiệm mẫu.



21. Đặt ống nghiệm mẫu vào hiện trên giá đỡ tế bào 16 mm.



22. Nhấn **READ**. Kết quả sẽ đơn vị mg/L N.

Những yếu tố gây nhiễu

Các chất trong Bảng 2 có thể gây ảnh hưởng khi xuất hiện. Các chất trong Bảng 3 sẽ không gây ảnh hưởng nếu dưới mức quy định.

Bảng 2 Các chất gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Canxi	Gây nhiễu dương tại 1000 mg/L dưới dạng $CaCO_3$
Mangan (IV)	Gây nhiễu âm ở 3 mg/L
Magiê	Gây nhiễu dương tại 1000 mg/L dưới dạng $CaCO_3$
Sulfua	Gây nhiễu âm ở 3 mg/L
Sulfat	Gây nhiễu âm ở 250 mg/L

Bảng 3 Các chất không gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Al^{3+}	8 mg/L
Ba^{2+}	40 mg/L
Cu^{2+}	40 mg/L
Fe^{3+}	8 mg/L
Zn^{2+}	80 mg/L
F^-	40 mg/L
PO_4^{3}-P	8 mg/L
SiO_2	80 mg/L
EDTA	80 mg/L

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm chuẩn (mẫu tăng chuẩn)

Sử dụng phương pháp thêm chuẩn (áp dụng với các thiết bị phù hợp) để xác minh quy trình thử nghiệm, hóa chất và thiết bị, đồng thời phát hiện có chất gây nhiễu trong mẫu hay không. Chuẩn bị các vật dụng sau:

- Chuẩn Nitrat Nito PourRite Ampule, 500-mg/L NO_3^-–N
- Dụng cụ mở ống ampule
- Ống pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL và đầu tip
- Ba ống trộn 25 mL

1. Thực hiện quy trình thử nghiệm để đo nồng độ của mẫu, sau đó giữ nguyên mẫu không tăng chuẩn trong thiết bị.
2. Truy cập tùy chọn Thêm Chuẩn trong menu thiết bị.
3. Chọn giá trị nồng độ chuẩn, thể tích mẫu và thể tích tăng chuẩn.
4. Mở dung dịch chuẩn.
5. Chuẩn bị ba mẫu tăng chuẩn: dùng ống pipet TenSette thêm lần lượt 0,1 mL, 0,2 mL và 0,3 mL dung dịch chuẩn vào ba phần mẫu tươi 25 mL. Trộn đều.
6. Thực hiện quy trình thử nghiệm để đo nồng độ từng mẫu tăng chuẩn. Bắt đầu với mẫu có lượng tăng chuẩn nhỏ nhất. Đo từng mẫu tăng chuẩn trên thiết bị.
7. Chọn **Biểu đồ** để so sánh kết quả dự kiến và kết quả thực tế.

Lưu ý: *Nếu kết quả thực tế khác biệt đáng kể so với kết quả dự kiến, hãy kiểm tra lại việc đo thể tích mẫu và lượng tăng chuẩn có chính xác không. Thể tích mẫu và lượng tăng chuẩn sử dụng phải khớp với các lựa chọn trong menu thêm chuẩn. Nếu kết quả nằm ngoài giới hạn cho phép, có thể mẫu đã bị nhiễu.*

Phương pháp dung dịch chuẩn

Dùng phương pháp dung dịch chuẩn để xác thực quy trình thử nghiệm, hóa chất và thiết bị.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn Nitrat Nito 10,0 mg/L

1. Tiến hành đo nồng độ của dung dịch chuẩn theo quy trình thử nghiệm.
2. So sánh kết quả mong đợi với kết quả thực tế.
   Lưu ý: *Có thể điều chỉnh hiệu chuẩn gốc bằng tùy chọn điều chỉnh chuẩn để thiết bị hiển thị đúng giá trị tiêu chuẩn. Sau khi điều chỉnh, các kết quả kiểm tra sẽ sử dụng hiệu chuẩn mới này. Việc điều chỉnh này giúp tăng độ chính xác của phép đo trong trường hợp hóa chất hoặc thiết bị có sai số nhỏ.*

Hiệu suất phương pháp

Dữ liệu về hiệu suất phương pháp dưới đây được thu thập từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm, thực hiện trên máy quang phổ trong điều kiện lý tưởng. Kết quả thực tế có thể khác nhau tùy vào điều kiện thử nghiệm cụ thể.

Chương trình	Tiêu chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Thay đổi nồng độ trên mỗi 0,010 Abs
346	2 mg/L NO_3^-–N	19,6–20,4 mg/L NO_3^-–N	0 mg/L NO_3^-–N

Khả năng thu hồi các dạng nitơ

Phép thử nitơ vô cơ tổng được thiết kế để ước lượng tổng lượng nitrit, nitrat và amoniac trong mẫu nước hoặc nước thải. Phép thử này đặc biệt phù hợp cho việc theo dõi các mẫu lấy từ dòng quy trình công nghiệp hoặc dòng xử lý nước thải, nơi cần theo dõi hàm lượng nitơ vô cơ khi nước đi qua quá trình xử lý. Phép thử thể hiện khả năng thu hồi khác nhau đối với từng dạng

trong ba dạng nitơ, như thể hiện ở Bảng 4. Phương pháp thử này không khuyến khích sử dụng khi chỉ định lượng một trong ba dạng nitơ nói trên. Trong trường hợp đó, nên áp dụng quy trình riêng biệt phù hợp cho từng chất cần phân tích.

Bảng 4 Hiệu suất thu hồi các dạng nitơ

Dạng nitơ	Tỷ lệ thu hồi (%)
NH_3–N	112%
NO_3^-–N	100%
NO_2^-–N	77%

Tóm tắt phương pháp

Ion titan (III) sẽ khử nitrat và nitrit thành amoniac trong môi trường kiềm. Sau khi ly tâm loại bỏ cặn, amoniac được kết hợp với clo tạo thành monocloramin. Monocloramin tiếp tục phản ứng với salicylat để sinh ra 5-aminosalicylat. Chất này được oxy hóa với sự có mặt của chất xúc tác natri nitroprussid hình thành hợp chất có màu xanh dương. Màu xanh này sẽ bị màu vàng của lượng thuốc thử dư che phủ, tạo ra dung dịch có màu xanh lá. Đo quang được thực hiện ở bước sóng 655 nm đối với máy quang phổ hoặc 610 nm đối với máy đo màu.

Vật tư tiêu hao và phụ kiện thay thế

Thuốc thử cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bộ thuốc thử tiền xử lý tổng nitơ vô cơ (phương pháp khử $TiCl_3$)	—	25 lần thử	2604945
Bộ thuốc thử Nitơ Amoniac, Dải thấp, Kiểm tra 'N Tube™ AmVer™	2	25 lần thử	2604545
Nước, đã khử ion	thay đổi	100 mL	27242

Thiết bị cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Máy ly tâm, 115 VAC, 6 x 15 mL	1	cái	2676500
HOẶC			
Máy ly tâm, 220 VAC, 6 x 15 mL	1	cái	2676502
Phễu nhỏ, nhựa	1	cái	2584335
Pipet, TenSette®, 0,1–1,0 mL	1	cái	1970001
Đầu pipet cho pipet TenSette® , 0,1–1,0 mL	2	50/cái	2185696
Giá đỡ ống nghiệm	1	cái	1864100
Găng tay nitrile, cỡ lớn (có các kích cỡ khác)	1 đôi	100/cái	2550503

Tiêu chuẩn và dụng cụ khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bình định mức, 50 mL	cái	1457441
Dung dịch chuẩn Nitrat-Nitơ, 10.0 mg/L NO3–N	500 mL	30749
Dung dịch chuẩn Nitrat-Nitơ, ống ampule PourRite® 2 mL, 500 mg/L	20/ống	1426020
Bóng bơm hút pipet an toàn	cái	1465100
Pipet, TenSette®, 0,1–1,0 mL	cái	1970001

Tiêu chuẩn và thiết bị đề xuất (tiếp theo)

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Đầu pipet dùng cho pipet TenSette® , 0,1–1,0 mL	50/hộp	2185696
Đầu pipet dùng cho pipet TenSette® , 0,1–1,0 mL	1000/hộp	2185628
Đầu pipet dùng cho pipet TenSette® , 1,0–10,0 mL	250/hộp	2199725
Nước đã khử ion	4 L	27256

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Xy lanh trộn, có vạch chia, 25 mL	cái	2088640
Axit Hydrochloric đậm đặc	500 mL	13449
Dung dịch Natri Hydroxide, 5 N	50 mL	245026
Natri Thiosulfate, 0.1 N	100 mL	32332
Pipet định mức, loại A, 1.00 mL	cái	1451535
Dụng cụ bẻ ống ampule PourRite, 2 mL	cái	2484600
Dụng cụ bẻ ống ampule, dùng cho Voluette 10 mL® Ampules	cái	2196800
Dung dịch chuẩn nito dạng nitrat, 1 mg/L NH3-N	500 mL	204649
Dung dịch chuẩn nito dạng nitrat, 100 mg/L NH3-N	500 mL	194749
Dung dịch chuẩn nito dạng nitrat, 1000 mg/L NH3-N	500 mL	1279249
Dung dịch chuẩn nito dạng nitrat, 15 mg/L NH3-N	100 mL MDB	2415132

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING: In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224** Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.** On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014. All rights reserved.

01/2014, Edition 9