

Phương pháp tiêu hóa bằng persulfat
0,5 đến 25,0 mg/L N (LR)

Phương pháp 10071
Ống nghiệm Test 'N Tube™

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

Chuẩn bị xét nghiệm

Thông tin cụ thể về thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình cho phép thực hiện xét nghiệm này. Bảng cũng nêu rõ yêu cầu về bộ chuyển đổi và chắn sáng đối với các thiết bị cần sử dụng.

Để sử dụng bảng, hãy chọn thiết bị và xem theo hàng 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	Chắn sáng
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D1)	—
DR 900	4846400	Nắp che được cung cấp cùng thiết bị

¹ Bộ chuyển đổi D không hỗ trợ cho mọi phiên bản thiết bị.

Trước khi bắt đầu

Lắp nắp thiết bị vào giá đỡ tế bào DR 900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ.

DR 3900, DR 3800, DR 2800 và DR 2700: Gắn tấm chắn sáng vào Khoang Tế bào số 2 trước khi tiến hành kiểm tra này.

Bước tiêu hóa là bắt buộc khi xác định tổng nitơ.

Cần lắc ống nghiệm nhẹ nhàng để đảm bảo kết quả chính xác. Khi đảo ống, hãy giữ ống thẳng đứng với nắp ở trên, sau đó lật ngược ống và chờ dung dịch chảy hết xuống nắp. Đưa ống trở lại vị trí thẳng đứng và đợi dung dịch chảy xuống đáy ống. Mỗi lần đảo như vậy được tính là một lần.

Nếu kết quả vượt quá giới hạn đo, hãy pha loãng một mẫu mới và thực hiện lại toàn bộ quy trình kiểm tra. Quá trình tiêu hóa cũng cần được lặp lại để đảm bảo độ chính xác.

Sử dụng nước đã khử ion có sẵn trong bộ thuốc thử hoặc nước sạch không chứa chất hữu cơ cho ống trắng và pha dung dịch chuẩn.

Vui lòng xem Bảng Dữ Liệu An Toàn Hóa Chất (MSDS/SDS) của các hóa chất sử dụng và trang bị đầy đủ bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.

Xử lý dung dịch sau phản ứng theo đúng quy định của địa phương, quốc gia và liên bang. Tham khảo bảng dữ liệu an toàn hóa chất để biết cách xử lý hóa chất chưa dùng. Đối với thông tin chi tiết về xử lý, xin liên hệ bộ phận an toàn môi trường hoặc cơ quan chức năng tại địa phương.

Những vật dụng cần chuẩn bị

Mô tả	Số lượng
Bộ thuốc thử tổng nitơ Test 'N Tube LR	1
Thiết bị phản ứng DRB200	1
Găng tay nòn	2

Các vật dụng cần thu thập (tiếp theo)

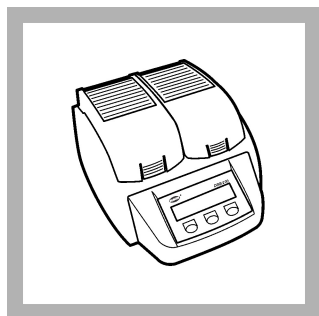
Mô tả	Số lượng
Phiếu nhỏ	1
Tấm chắn sáng hoặc bộ chuyển đổi (Để biết thêm thông tin về ống nghiệm, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, vui lòng tham khảo Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.)	1
Pipet TenSette®, 0,1 đến 1,0 mL, kèm đầu pipet	1
Giá đỡ ống nghiệm	1 đến 3

Xem thêm [Vật tư tiêu hao và vật dụng thay thế](#) trang 7 để biết thông tin đặt hàng.

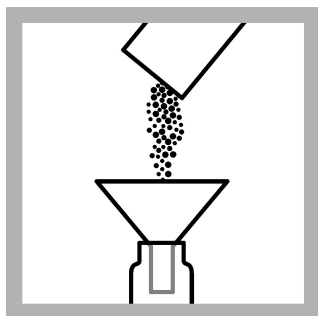
Thu thập và bảo quản mẫu

- Thu mẫu vào chai thủy tinh hoặc nhựa sạch.
- Phân tích mẫu càng sớm càng tốt để đảm bảo kết quả tối ưu.
- Để bảo quản mẫu cho phân tích sau này, điều chỉnh pH mẫu xuống dưới 2 bằng axit sulfuric đậm đặc (khoảng 2 mL cho mỗi lít). Nếu phân tích ngay, không cần thêm axit.
- Bảo quản mẫu đã xử lý ở nhiệt độ không quá 6 °C (43 °F) trong tối đa 28 ngày.
- Trước khi phân tích, để mẫu trở về nhiệt độ phòng.
- Sau đó, điều chỉnh pH về 7 bằng dung dịch natri hydroxit 5 N.
- Kết quả kiểm tra cần được hiệu chỉnh theo sự pha loãng do bổ sung thể tích.

Tiến hành phân hủy persulfate cho Test 'N Tubes



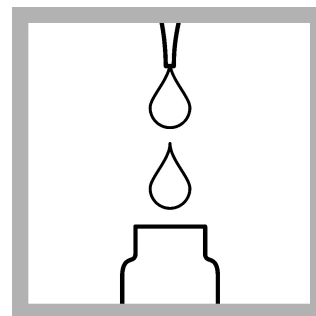
1. Khởi động thiết bị DRB200. Cài đặt nhiệt độ ở mức 105 °C.



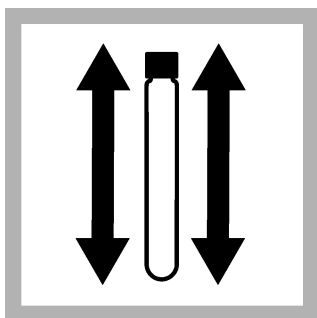
2. Dùng phiếu để cho toàn bộ bột thuốc thử Persulfate Nitơ Tổng vào từng ống nghiệm chứa thuốc thử Tiêu Hóa Hydroxit Nitơ Tổng. Đảm bảo làm sạch mọi hóa chất bám trên miệng hoặc ren của ống nghiệm.



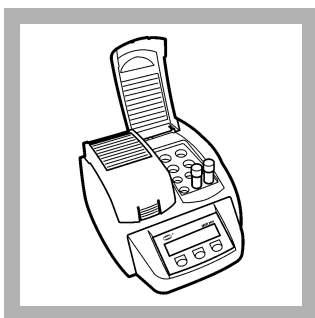
3. **Chuẩn bị mẫu:** Thêm 2 mL mẫu thử vào một trong các ống nghiệm.



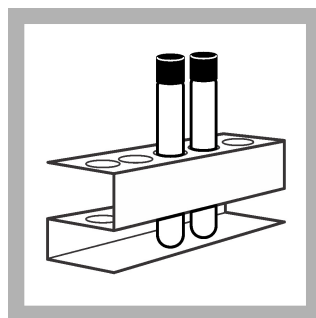
4. **Chuẩn bị mẫu trắng:** Cho 2 mL nước cất (đi kèm trong bộ kit) vào ống nghiệm thứ hai. Chỉ sử dụng nước không chứa bất kỳ hợp chất nitơ nào thay thế cho nước cất đã cung cấp.



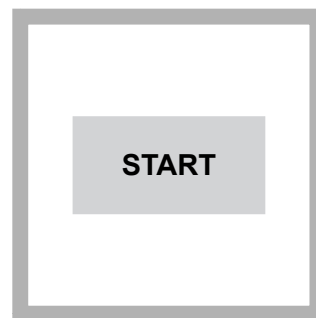
5. Đậy nắp cả hai ống nghiệm lại. Lắc mạnh ít nhất 30 giây để hòa trộn đều. Bột chưa tan hoàn toàn sẽ không ảnh hưởng đến độ chính xác của kết quả kiểm tra.



6. Đặt các ống nghiệm vào thiết bị phản ứng rồi đóng nắp lại. Để các ống nghiệm trong thiết bị đúng 30 phút.

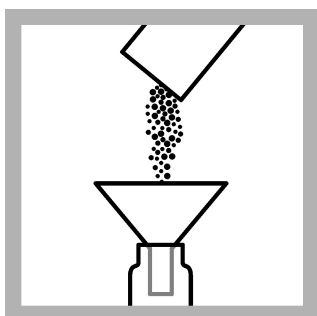


7. Sau 30 phút, dùng bao ngón tay lấy ngay các ống nghiệm ra khỏi thiết bị. Để các ống nguội về nhiệt độ phòng.

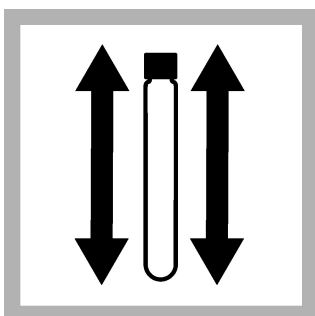


8. Khởi động chương trình **350 N, Tổng LR TNT**. Để biết thêm thông tin về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy xem [Thông tin cụ thể về thiết bị](#) ở trang 1.

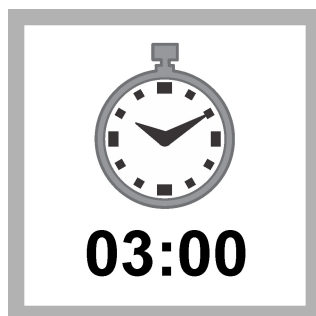
Lưu ý: Dù tên chương trình có thể khác nhau giữa các thiết bị, số chương trình sẽ không thay đổi.



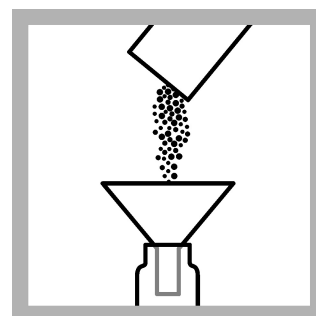
9. Cho toàn bộ gói bột Thuốc thử A Tổng Nitơ (TN) vào mỗi ống nghiệm.



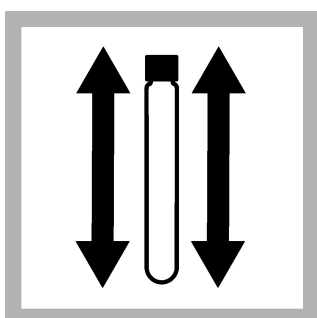
10. Đậy nắp cả hai ống nghiệm lại. Lắc đều trong 15 giây.



11. Khởi động bộ đếm giờ trên thiết bị. Thời gian phản ứng 3 phút sẽ bắt đầu.



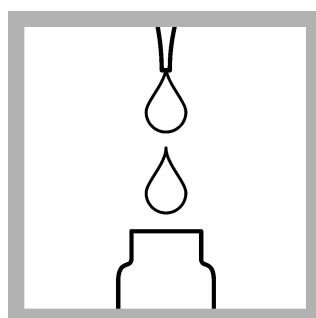
12. Khi đồng hồ đếm giờ kết thúc, tháo nắp các ống nghiệm. Thêm một gói bột Thuốc thử B TN vào từng ống.



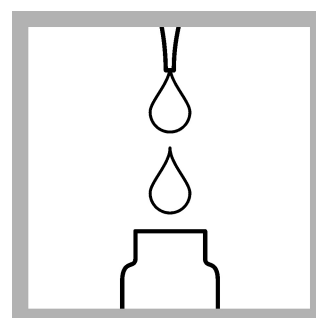
13. Đậy nắp cả hai ống nghiệm lại. Lắc mạnh trong 15 giây để trộn đều. Chất thử sẽ không tan hoàn toàn. Bột chưa hòa tan sẽ không ảnh hưởng đến độ chính xác của phép thử. Dung dịch sẽ bắt đầu chuyển sang màu vàng.



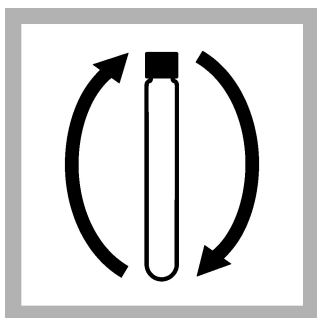
14. Khởi động bộ đếm thời gian của thiết bị. Thời gian phản ứng 2 phút bắt đầu.



15. **Mẫu đã chuẩn bị:** Khi hết thời gian, dùng pipet lấy 2 mL mẫu đã được tiêu hóa và xử lý cho vào một ống nghiệm TN Reagent C. **mẫu** vào một ống nghiệm TN Reagent C.



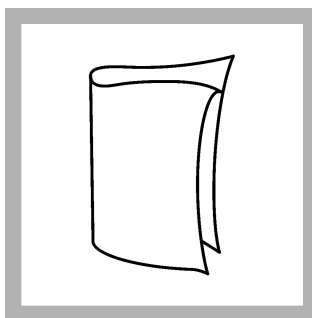
16. **Mẫu trắng:** Khi hết thời gian, dùng pipet lấy 2 mL mẫu trắng đã được tiêu hóa và xử lý cho vào ống nghiệm TN Reagent C thứ hai. **mẫu trắng** vào ống nghiệm TN Reagent C thứ hai.



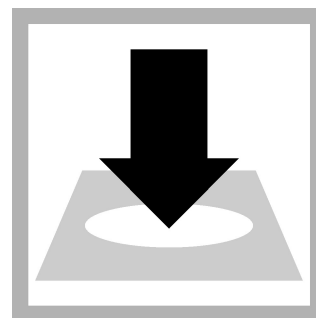
17. Đậy nắp cả hai ống nghiệm. Lắc nhẹ và chậm 10 lần để trộn đều. Lật ống từ tốn để đảm bảo chất bên trong được hòa trộn hoàn toàn. Các ống nghiệm sẽ có cảm giác ấm khi chạm vào.



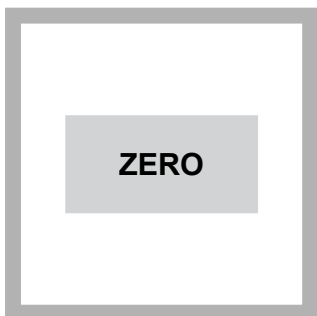
18. Bắt đầu cài đặt thời gian trên thiết bị. Thời gian phản ứng kéo dài 5 phút sẽ bắt đầu. Màu vàng sẽ trở nên đậm hơn.



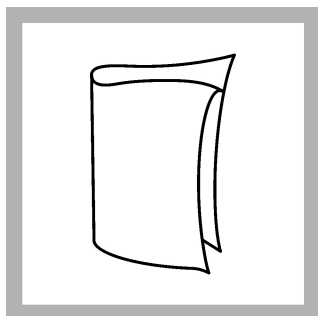
19. Khi hết thời gian, vệ sinh ống nghiệm trắng.



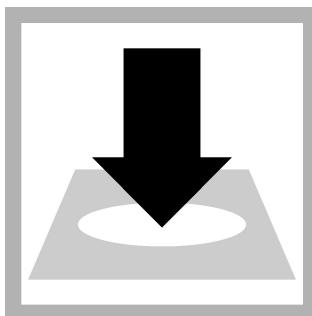
20. Đặt ống nghiệm trắng vào giá đỡ 16mm.



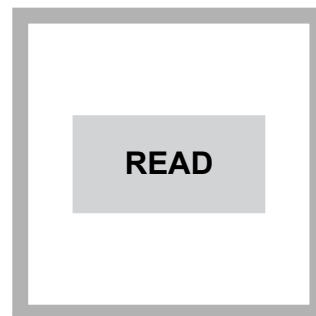
21. Nhấn **ZERO**. Màn hình sẽ hiển thị 0,0 mg/L N. Có thể đo nhiều mẫu khác sau khi đã thiết lập "điểm không" bằng ống trắng.



22. Làm sạch ống nghiệm chứa mẫu.



23. Đặt ống nghiệm chứa mẫu vào khay giữ tế bào 16mm.



24. Nhấn **READ**. Kết quả sẽ hiển thị theo đơn vị mg/L N.

Mẫu trắng dùng cho phép đo màu

Mẫu trắng có thể sử dụng tối đa 7 ngày cho các phép đo dùng cùng lô hóa chất. Bảo quản mẫu trắng ở nơi tối và nhiệt độ phòng (18–25 °C). Nếu xuất hiện cặn trắng nhỏ trong vòng một tuần, hãy loại bỏ mẫu trắng và chuẩn bị mẫu mới.

Các yếu tố gây nhiễu

Các chất liệt kê trong [Bảng 2](#) đã được kiểm tra và không gây nhiễu đến nồng độ chỉ định (tính theo mg/L). Những chất làm thay đổi nồng độ $\pm 10\%$ được trình bày trong [Bảng 3](#).

Bảng 2 Các chất không gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Bari	2,6 mg/L
Canxi	300 mg/L
Crôm (3+)	0,5 mg/L
Sắt	2 mg/L
Chì	6,6 µg/L
Magiê	500 mg/L
Carbon hữu cơ	150 mg/L
Phốt pho	100 mg/L

Bảng 2 Các chất không gây nhiễu (tiếp theo)

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Silica	150 mg/L
Bạc	0,9 mg/L
Thiếc	1,5 mg/L

Bảng 3 Các chất gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Bromide	> 60 mg/L; gây nhiễu dương tính
Clorua	> 1000 mg/L; gây nhiễu dương

Thử nghiệm này được thực hiện với các dung dịch nitơ tiêu chuẩn được pha từ các hợp chất sau và đạt tỷ lệ thu hồi 95%:

- Amoni clorua
- Amoni sunfat
- Amoni axetat
- Glycine
- Ure

Việc thêm amoni clorua hoặc nicotinic-PTSA vào nước thải đầu vào, đầu ra và mẫu tiêu chuẩn ASTM cho nước thải thay thế (D 5905-96) cũng cho tỷ lệ thu hồi $\geq 95\%$.

Lượng lớn các hợp chất hữu cơ không chứa nitơ trong một số mẫu có thể làm giảm hiệu quả phân hủy do tiêu hao một phần thuốc thử persulfat. Những mẫu được biết có nhiều hợp chất hữu cơ nên được pha loãng và kiểm tra lại để xác nhận hiệu quả phân hủy.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp phân hủy

Để kiểm chứng độ chính xác, hãy sử dụng chuẩn chính cho Nitơ Kjeldahl. Phương pháp này thường đạt tỷ lệ thu hồi 95–100% đối với các chuẩn nitơ hữu cơ. Các nhà phân tích nhận thấy Nicotinic acid-PTSA (p-Toluenesulfonate) là hợp chất khó phân hủy nhất. Các hợp chất khác có thể cho tỷ lệ thu hồi khác nhau.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Chuẩn chính cho Nitơ Kjeldahl (Ammonia-PTSA, Glycine-PTSA hoặc Nicotinic-PTSA)
- Bình định mức 1 lít, loại Class A
- Nước đã loại ion (có thể sử dụng nước deion hóa đi kèm trong bộ thuốc thử hoặc nước không chứa bất kỳ hợp chất hữu cơ hay hợp chất chứa nitơ nào)

1. Chuẩn bị dung dịch chuẩn nitơ tương đương 25 mg/L.

a. Cân lượng tiêu chuẩn phù hợp:

- Ammonia-PTSA: 0,3379 g
- Glycine-PTSA: 0,4416 g
- Nicotinic-PTSA: 0,5274 g

b. Dùng phễu để cho chất chuẩn vào bình định mức.

c. Thêm nước đã loại ion vào bình và khuấy để hòa tan hoàn toàn.

d. Pha loãng đến vạch định mức bằng nước đã loại ion. Lắc đều.

2. Làm theo quy trình thử nghiệm để xác định nồng độ chuẩn nitơ. Tính phần trăm thu hồi theo công thức sau:

$$\% \text{ thu hồi} = [(\text{nồng độ đo được})/25] \times 100$$

Lưu ý: Phần trăm thu hồi tối thiểu mong đợi cho mỗi loại chuẩn là 95%.

Phương pháp thêm chuẩn (mẫu bổ sung)

Áp dụng phương pháp thêm chuẩn (với thiết bị phù hợp) để xác thực quy trình xét nghiệm, hóa chất và thiết bị, đồng thời kiểm tra xem mẫu có bị nhiễu hay không.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn Nitơ amoni, 1000 mg/L dạng NH₃-N
 - Dụng cụ mở ampoule
 - Ống pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL và đầu pipet
 - Bình trộn 50 mL (3 chiếc)
1. Thực hiện quy trình xét nghiệm để đo nồng độ mẫu, sau đó để lại mẫu (chưa bổ sung chuẩn) trong thiết bị.
 2. Chọn mục Thêm chuẩn trong menu của thiết bị.
 3. Lựa chọn giá trị cho nồng độ chuẩn, thể tích mẫu và thể tích bổ sung chuẩn.
 4. Mở dung dịch chuẩn.
 5. Chuẩn bị ba mẫu đã được bổ sung chuẩn: sử dụng pipet TenSette để lần lượt thêm 0,1 mL, 0,2 mL và 0,3 mL dung dịch chuẩn vào ba phần mẫu tươi, mỗi phần 50 mL. Trộn đều các mẫu.
 6. Thực hiện quy trình kiểm tra để xác định nồng độ của từng mẫu đã bổ sung chuẩn. Bắt đầu với mẫu có lượng chuẩn thêm ít nhất. Đo từng mẫu đã bổ sung chuẩn trong thiết bị.
 7. Chọn **Biểu đồ** để so sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế.
Lưu ý: Nếu kết quả thực tế chênh lệch đáng kể so với kết quả dự kiến, hãy kiểm tra lại xem thể tích mẫu và lượng chuẩn thêm vào đã được đo chính xác chưa. Các thông số này cần đúng với lựa chọn trong menu chuẩn bổ sung. Nếu kết quả nằm ngoài giới hạn cho phép, mẫu có thể đã bị nhiễu.

Phương pháp dung dịch chuẩn

Sử dụng phương pháp dung dịch chuẩn để xác nhận quy trình kiểm tra, hóa chất và thiết bị.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn amoniac nitơ 10 mg/L
1. Thực hiện quy trình kiểm tra để xác định nồng độ của dung dịch chuẩn.
 2. So sánh kết quả mong đợi với kết quả thu được.

Lưu ý: Có thể điều chỉnh lại hiệu chuẩn tại nhà máy bằng tùy chọn điều chỉnh chuẩn để thiết bị hiển thị đúng giá trị mong muốn của dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn sau khi điều chỉnh sẽ áp dụng cho tất cả các kết quả kiểm tra. Việc này giúp tăng độ chính xác khi hóa chất hoặc thiết bị có sự thay đổi nhỏ.

Hiệu suất phương pháp

Dữ liệu về hiệu suất phương pháp dưới đây được lấy từ các thí nghiệm trong phòng lab với máy quang phổ, dưới điều kiện tối ưu. Kết quả thực tế có thể thay đổi tùy theo điều kiện kiểm tra của người sử dụng.

Chương trình	Tiêu chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Sự thay đổi nồng độ trên mỗi lần thay đổi 0,010 Abs
350	10 mg/L NH ₃ -N	9,6–10,4 mg/L N	0,5 mg/L N

Tóm tắt phương pháp

Phân huỷ bằng persulfat trong môi trường kiềm chuyển tất cả các dạng nitơ thành nitrat. Sau khi phân huỷ, thêm natri metabisulfite để loại bỏ nhiễu oxit halogen. Nitrat sau đó phản ứng với axit cromotropic trong môi trường axit mạnh tạo thành phức chất màu vàng. Đo ở bước sóng 410 nm đối với máy quang phổ hoặc 420 nm đối với máy đo màu.

Vật tư tiêu hao và phụ kiện thay thế

Hóa chất bắt buộc

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bộ thuốc thử Nitơ tổng, LR, Test 'N Tube™		50 lọ	2672245

Thiết bị yêu cầu

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Khối gia nhiệt DRB 200, nguồn 110 VAC, 15 giăng 16 mm	1	cái	LTV082.53.40001
HO AC Khối gia nhiệt DRB 200, nguồn 220 VAC, 15 giăng 16 mm	1	cái	LTV082.52.40001
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/hộp	2185696
Giá ống nghiệm	1	cái	1864100
Găng ngón tay	2	2 cái/gói	1464702

Tiêu chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch chuẩn Nitơ Amoniac, 1000 mg/L NH ₃ -N	1 Lít	2354153
Dung dịch chuẩn Nitơ Amoniac, 10 mg/L NH ₃ -N	500 mL	15349
Bộ tiêu chuẩn gốc Nitơ Kjeldahl	bộ 3 món	2277800
Dung dịch chuẩn nước thải đầu vào, nhiều chỉ tiêu, dùng cho NH ₃ -N, NO ₃ -N, PO ₄ , COD, SO ₄ , TOC	500 mL	2833149
Nước khử ion	500 mL	27249
Nước tinh khiết không chứa hữu cơ	500 mL	2641549

Thuốc thử và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Cân phân tích, 80 g x 0.1 mg, 100–240 VAC	cái	2936701
Xy lạnh trộn chia vạch, 50 mL	cái	2088641
Bình định mức thủy tinh loại A, 1000 mL	cái	1457453
Dung dịch Natri Hydroxide, 5 N	50 mL	245026
Axit Sulfuric, chuẩn ACS	500 mL	97949
Dụng cụ bẻ ống, cho ống mẫu 2 mL PourRite® Ống mẫu	cái	2484600
Dụng cụ bẻ ống, cho ống mẫu 10 mL Voluette® Ống mẫu	cái	2196800
Dung dịch chuẩn Nitơ Amoniac, 1.0 mg/L NH ₃ -N	500 mL	189149
Dung dịch chuẩn Nitơ, Amoniac, 100 mg/L NH ₃ -N	500 mL	2406549
Dung dịch chuẩn Nitơ, Amoniac, ống mẫu PourRite 2 mL, 50 mg/L	20/bao	1479120
Dung dịch chuẩn Nitơ, Amoniac, ống mẫu Voluette 10 mL, 50 mg/L	16/bao	1479110
Dung dịch chuẩn Nitơ, Amoniac, ống mẫu Voluette® 10 mL, 150 mg/L	16/bao	2128410
Pipet TenSette®, 1.0–10.0 mL	cái	1970010

Thuốc thử và thiết bị tùy chọn (tiếp theo)

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Đầu pipet cho pipet TenSette® , 1,0–10,0 mL	50 cái/hộp	2199796
Đầu pipet cho pipet TenSette® , 1,0–10,0 mL	250/cái	2199725
Đầu pipet dùng cho pipet TenSette® , 0,1–1,0 mL	1000/cái	2185628



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