Ni-tơ, Amoniac

DOC316.32.01078

USEPA[1] Nessler Method[2]

0,02 đến 2,50 mg/L NH_3–N

Phương pháp 8038

Dung dịch thuốc thử

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho nước, nước thải và nước biển. Cần chưng cất đối với nước thải và nước biển.

1 Được USEPA chấp nhận cho phân tích nước thải (yêu cầu chưng cất), Phương pháp 350.2.
2 Chuyển thể từ *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater,* 4500-NH_3 B & C, Ấn bản lần thứ 15.

Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin theo thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình cho thử nghiệm này. Bảng cũng chỉ rõ yêu cầu về ô mẫu và vị trí ô mẫu cho từng thiết bị cụ thể.

Để sử dụng bảng, hãy chọn thiết bị, sau đó đọc ngang để tìm thông tin phù hợp cho phép thử này.

Bảng 1 Thông tin theo thiết bị

Thiết bị	Hướng đặt ô mẫu	Ống mẫu
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Vạch mức nằm bên phải.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Vạch mức hướng về phía người sử dụng.	

Trước khi bắt đầu

Khi nhỏ hóa chất hoặc rót từ chai, hãy giữ dụng cụ thẳng đứng, tránh nghiêng khi thêm hóa chất.
Các hóa chất sử dụng trong phép thử này có chứa thủy ngân. Thu gom mẫu đã phản ứng để xử lý an toàn.
Nếu sử dụng Ô rót mẫu, hãy vệ sinh định kỳ. Để làm sạch, thả vài tinh thể natri thiosunfat ngậm nước vào phễu ô mẫu, thêm nước khử ion để hòa tan và rửa kỹ lại bằng nước khử ion.
Hãy xem qua Phiếu Dữ liệu An toàn hóa chất (MSDS/SDS) của các hóa chất sử dụng. Đeo đầy đủ thiết bị bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.
Xử lý các dung dịch đã phản ứng theo quy định của địa phương, tiểu bang và quốc gia. Tham khảo Phiếu Dữ liệu An toàn hóa chất để biết thông tin về việc xử lý hóa chất chưa sử dụng. Liên hệ với nhân viên môi trường, sức khỏe và an toàn của cơ sở hoặc cơ quan quản lý địa phương để biết thêm thông tin về xử lý.

Những vật dụng cần chuẩn bị

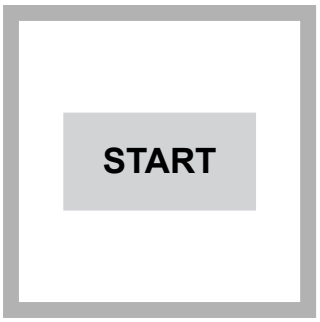
Mô tả	Số lượng
Bộ thuốc thử Nitơ Amoni	1
Nước đã loại ion	25 mL
Ống hút định lượng, 1 mL	1
Xilanh trộn, chia vạch, 25 mL, nắp thủy tinh	2
Ống nghiệm mẫu (Để biết thêm thông tin về ống nghiệm mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy xem Thông tin cụ thể về thiết bị ở trang 1.)	2

Tham khảo Vật tư tiêu hao và các linh kiện thay thế ở trang 5 để biết thông tin đặt hàng.

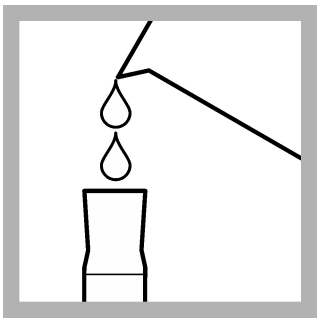
Thu thập và bảo quản mẫu

- Lấy mẫu vào chai thủy tinh hoặc nhựa sạch.
- Nếu mẫu chứa clo, nhỏ một giọt natri thiosunfat 0,1 N cho mỗi 0,3 mg/L clo trong 1 lít mẫu.
- Để bảo quản mẫu cho phân tích về sau, điều chỉnh pH mẫu xuống dưới 2 bằng axit sunfuric đậm đặc (khoảng 2 mL cho mỗi lít). Không cần thêm axit nếu kiểm tra ngay.
- Bảo quản mẫu đã xử lý ở nhiệt độ không quá 6 °C (43 °F) và không quá 28 ngày.
- Để mẫu về nhiệt độ phòng trước khi phân tích.
- Trước khi phân tích, hiệu chỉnh pH về khoảng 7 bằng dung dịch natri hydroxit 5 N.
- Chỉnh kết quả thử nghiệm cho phù hợp với lượng pha loãng do thêm dung dịch.

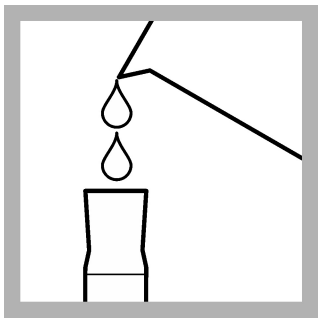
Quy trình thử nghiệm



1. Khởi động chương trình **380 N, Ammonia, Ness**. Để biết thông tin về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy xem Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.



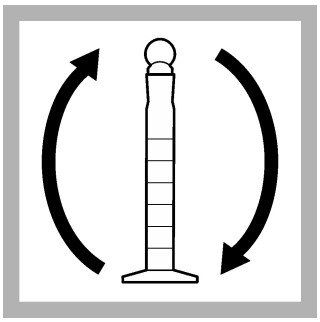
2. Chuẩn bị mẫu thử: Đổ mẫu vào ống trộn đến vạch 25 mL.



3. Chuẩn bị mẫu trắng: Đổ nước đã khử ion vào ống trộn đến vạch 25-mL.



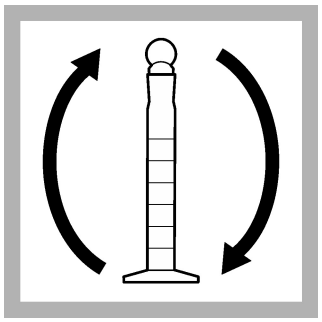
4. Nhỏ 3 giọt Chất ổn định khoáng vào mỗi ống trộn.



5. Đậy kín các ống trộn, lắc đều vài lần để hỗn hợp trộn đều.



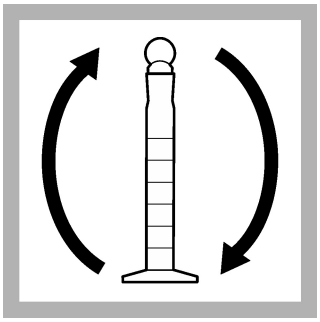
6. Nhỏ 3 giọt chất phân tán Polyvinyl Alcohol vào mỗi ống trộn.



7. Đậy kín các ống trộn, lắc đều vài lần để hỗn hợp trộn đều.



8. Dùng pipet lấy 1,0 mL thuốc thử Nessler cho vào từng ống trộn.



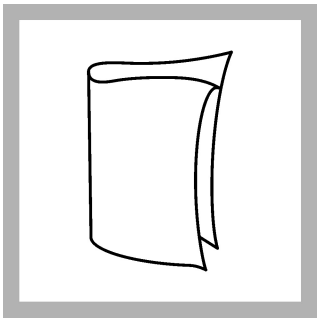
9. Đặt nút đậy lên các ống trộn, sau đó lắc nhẹ nhiều lần để hòa đều dung dịch.



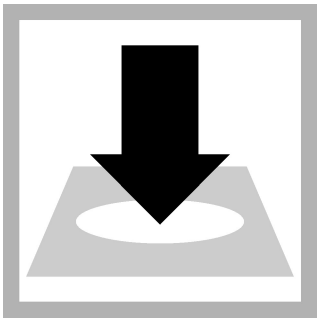
10. Khởi động bộ đếm thời gian của thiết bị. Quá trình phản ứng sẽ kéo dài trong 1 phút.



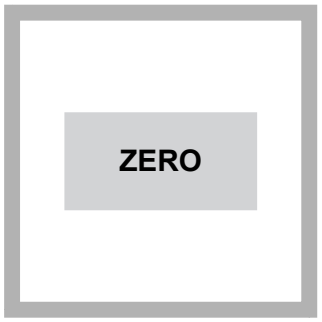
11. Rót 10 mL từ ống trắng vào ô mẫu.



12. Khi hết thời gian, làm sạch ô mẫu trắng.



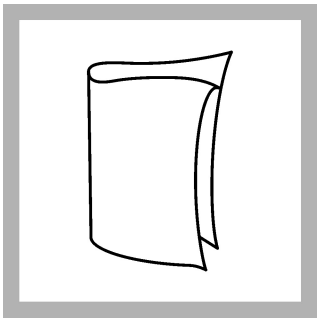
13. Đặt ô mẫu trắng vào giá đỡ.



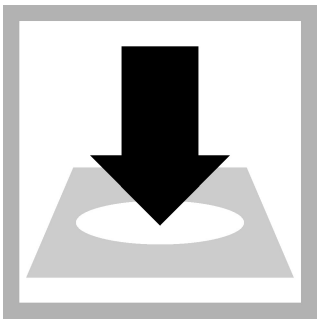
14. Nhấn **ZERO**. Màn hình sẽ hiển thị 0.00 mg/L NH_3–N.



15. Rót 10 mL từ bình mẫu vào ống nghiệm thứ hai.



16. Vệ sinh ống nghiệm mẫu đã chuẩn bị.



17. Đặt mẫu đã chuẩn bị vào giá giữ ống nghiệm.



18. Nhấn **READ**. Kết quả sẽ hiển thị đơn vị mg/L NH_3–N.

Nhiễu

Bảng 2 Các chất gây nhiễu

Chất gây ảnh hưởng	Mức độ ảnh hưởng
Clor	Loại bỏ lượng clor dư trong mẫu 250 mL bằng cách nhỏ 1 giọt natri thiosulfat cho mỗi mg/L clor (Cl2). Có thể thay thế natri thiosulfat bằng natri arsenit. Xem thêm Thu thập và bảo quản mẫu ở trang 2.
Độ cứng	Dung dịch chứa hỗn hợp 500 mg/L CaCO3 và 500 mg/L Mg dưới dạng CaCO3 không gây ảnh hưởng. Nếu nồng độ độ cứng vượt quá các mức này, hãy bổ sung thêm Chất ổn định khoáng.
Sắt	Ảnh hưởng ở mọi mức, gây đục khi dùng thuốc thử Nessler.

Bảng 2 Các chất gây nhiễu (tiếp tục)

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Nước biển	Trước khi phân tích, thêm 1,0 mL (27 giọt) chất ổn định khoáng vào mẫu. Việc này giúp kết hợp các hàm lượng magiê cao có trong nước biển, tuy nhiên độ nhạy của phép thử sẽ giảm khoảng 30% do nồng độ clorua cao. Để đạt kết quả tối ưu, hãy chuẩn hóa bằng các mẫu tiêu chuẩn có nồng độ clorua tương đương với nước biển hoặc chưng cất mẫu trước.
Sunfua	Gây nhiễu ở mọi mức độ do tạo độ đục khi dùng thuốc thử Nessler.
Glycine, nhiều loại amin aliphatic và aromatic, chloramine hữu cơ, acetone, aldehyde và rượu	Có thể làm mẫu chuyển sang màu xanh hoặc các màu lạ khác hoặc gây đục. Nếu các hợp chất này có trong mẫu, hãy chưng cất mẫu trước khi phân tích.

Phòng ngừa ô nhiễm và quản lý chất thải

Thuốc thử Nessler chứa iodide thủy ngân. Các mẫu đã phản ứng và mẫu trắng sẽ có chứa thủy ngân và cần được xử lý như chất thải nguy hại. Hãy xử lý dung dịch sau phản ứng theo quy định của địa phương, quốc gia và liên bang.

Chưng cất

Để loại bỏ phần lớn các yếu tố gây nhiễu, hãy chưng cất mẫu và sử dụng mẫu đã chưng cất trong quy trình kiểm tra.

1. Chuẩn bị bộ dụng cụ chưng cất để thực hiện chưng cất chung. Vui lòng tham khảo hướng dẫn lắp ráp trong tài liệu hướng dẫn Bộ Dụng Cụ Chưng Cất.
2. Đong 250 mL mẫu vào ống đong 250 mL.
3. Chuyển mẫu sang cốc 400 mL. Nếu mẫu có chứa clo, hãy thêm 1 giọt dung dịch natri thiosulfat 0.1 N cho mỗi 1 mg/L Cl2 để loại bỏ clo.
4. Thêm 25 mL dung dịch đệm borat rồi khuấy đều. Điều chỉnh pH đến khoảng 9,5 bằng dung dịch natri hydroxit 1 N. Sử dụng máy đo pH để kiểm tra pH.
5. Rót dung dịch vào bình chưng cất.
6. Đặt thanh khuấy từ và 5 viên bi thủy tinh vào trong.
7. Dùng ống đong để lấy 25 mL nước khử ion cho vào bình Erlenmeyer 250 mL. Thêm toàn bộ gói bột axit boric vào bình. Khuấy đều đến khi hòa tan hoàn toàn.
8. Đặt bình dưới ống nhỏ giọt của bộ dụng cụ chưng cất. Nâng bình lên để đầu ống ngập trong dung dịch.
9. Bật nguồn máy khuấy. Điều chỉnh mức khuấy đến số 5.
10. Gắn nhiệt kế vào, chỉnh mức nhiệt đến số 10. Đèn báo màu vàng cho biết bộ gia nhiệt đang hoạt động.
11. Bật nước và điều chỉnh để đảm bảo dòng chảy đều qua bộ ngưng tụ.
12. Khi đã thu được 150 mL dịch chưng cất, tắt bộ gia nhiệt. Ngay lập tức tháo bình hứng. Đong lại dịch chưng cất để đảm bảo đã thu đủ 150 mL (tổng thể tích = 175 mL).
13. Điều chỉnh pH của dung dịch về khoảng 7 bằng dung dịch natri hiđroxit 1 N. Sử dụng máy đo pH để kiểm tra giá trị pH.
14. Chuyển toàn bộ dịch cất vào bình định mức 250 mL. Thêm nước khử ion đến vạch, lắc đều. Sử dụng dung dịch sau khi pha loãng để thực hiện quy trình kiểm tra.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm chuẩn (mẫu bổ sung)

Sử dụng phương pháp thêm chuẩn (áp dụng cho các thiết bị phù hợp) để kiểm chứng quy trình phân tích, thuốc thử và thiết bị, đồng thời xác định xem mẫu có bị nhiễu hay không.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn Nitơ-Amoniac 50 mg/L, phương pháp Nessler (2,50 mg/L)

- Xy lanh trộn, 25 mL (3 chiếc)
- Pipet TenSette và đầu pipet

1. Thực hiện theo quy trình kiểm tra để xác định nồng độ mẫu, sau đó để mẫu chưa được thêm chuẩn trong thiết bị.
2. Vào mục Thêm chuẩn trong menu của thiết bị.
3. Chọn các giá trị cho nồng độ chuẩn, thể tích mẫu và thể tích chuẩn thêm.
4. Mở dung dịch chuẩn.
5. Chuẩn bị ba mẫu đã thêm chuẩn: dùng pipet TenSette thêm lần lượt 0,1 mL, 0,2 mL và 0,3 mL dung dịch chuẩn vào ba phần mẫu tươi, mỗi phần 25 mL. Trộn đều.
6. Tiếp tục quy trình kiểm tra để đo nồng độ từng mẫu đã được thêm chuẩn. Bắt đầu với mẫu có lượng chuẩn thêm ít nhất. Đo từng mẫu trên 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 khác biệt nhiều so với dự kiến, hãy kiểm tra lại độ chính xác khi đo thể tích mẫu và chuẩn thêm. Các giá trị này phải khớp với lựa chọn trong menu thêm chuẩn. Nếu kết quả nằm ngoài giới hạn cho phép, có thể mẫu bị ảnh hưởng bởi yếu tố gây 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.

Vật tư cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn Nitơ-Amôni 1 mg/L

1. Thực hiện quy trình kiểm tra để đo nồng độ dung dịch chuẩn.

2. So sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế.

Lưu ý: *Có thể hiệu chỉnh lại thiết bị một chút bằng chức năng điều chỉnh chuẩn để thiết bị hiển thị đúng giá trị mong muốn của dung dịch chuẩn. Sau khi hiệu chỉnh, tất cả kết quả kiểm tra sẽ sử dụng giá trị này. Việc điều chỉnh này giúp tăng độ chính xác khi hóa chất hoặc thiết bị có sự thay đổi nhỏ.*

Hiệu suất phương pháp

Dữ liệu hiệu suất phương pháp dưới đây được thu thập từ các thử nghiệm trong phòng lab bằng máy quang phổ trong điều kiện lý tưởng. Người dùng có thể thu được kết quả khác nhau tùy vào điều kiện kiểm tra thực tế.

Chương trình	Tiêu chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Biến đổi nồng độ khi thay đổi 0,010 độ hấp thụ
380	1,00 mg/L NH_3–N	0,99–1,01 mg/L NH_3–N	0,02 mg/L NH_3–N

Tóm tắt phương pháp

Chất Ổn định Khoáng kết hợp độ cứng trong mẫu. Chất phân tán Polyvinyl Alcohol hỗ trợ quá trình tạo màu khi thuốc thử Nessler phản ứng với amoniac và một số amin khác. Sắc vàng xuất hiện tỷ lệ thuận với nồng độ amoniac. Bước sóng đo là 425 nm.

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 Nitơ-Ammonia gồm:	—	—	2458200
Thuốc thử Nessler	2 mL	500 mL	2119449
Chất ổn định khoáng	6 giọt	50 mL SCDB	2376626

Vật tư tiêu hao và vật tư thay thế (tiếp theo)

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Chất phân tán Polyvinyl Alcohol	6 giọt	50 mL SCDB	2376526
Nước khử ion	thay đổi	4 L	27256

Thiết bị bắt buộc

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Xy lanh trộn có chia vạch, 25 mL kèm nút đậy	1	cái	2088640
Pipet huyết thanh, 1 mL, thủy tinh	1	50 chiếc/gói	2093135
Bóng bơm pipet an toàn	1	cái	1465100

Tiêu chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch chuẩn Amoniac Nitơ, 1.0 mg/L NH_3–N	500 mL	189149
Dung dịch chuẩn Amoniac Nitơ, ống Voluette® 10 mL, 50 mg/L NH_3–N	16 ống/gói	1479110
Dung dịch chuẩn nước thải tổng hợp, tham số hỗn hợp cho NH_3–N , NO_3-N, PO_4^{3-}, COD, SO_4^{2-}, TOC	500 mL	2833249

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dụng cụ mở ống Voluette® 10 mL	cái	2196800
Bộ thiết bị chưng cất đa năng	cái	2265300
Bộ gia nhiệt và giá đỡ cho thiết bị chưng cất, tùy chọn 115 VAC	cái	2274400
Bộ gia nhiệt và giá đỡ cho bộ dụng cụ chưng cất, tùy chọn 230 VAC	cái	2274402
Pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL	cái	1970001
Đầu pipet cho Pipet TenSette® , 0,1–1,0 mL	50 chiếc/gói	2185696
Dung dịch chuẩn Natri Hydroxide, 5.0 N	100 mL MDB	245032
Natri Thiosulfat, 0.1 N	100 mL	32332
Axít sulfuric, ACS	500 mL	97949

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, 2007, 2010, 2012, 2014, 2017. All rights reserved.

04/2017, Edition 9