Nito, Tổng Kjeldahl

DOC316.32.01091

Nessler Method[1]

Phương pháp 8075

1 đến 150 mg/L TKN

Dung dịch thuốc thử

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho nước, nước thải và bùn; cần thực hiện quá trình phân hủy.

1 Chuyển thể từ Hach, et. al., Journal of Association of Official Analytical Chemists, 70(5) 783-787 (1987); Hach, et. al., Journal of Agricultural and Food Chemistry, 33(6) 1117-1123 (1985); Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.

Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin cụ thể về thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình cho bài kiểm tra này. Bảng cũng nêu rõ yêu cầu về ống mẫu và hướng đặt ống cho các thử nghiệm thêm thuốc thử, như thử nghiệm với gối bột hoặc thuốc thử dạng số lượng lớn.

Để sử dụng bảng, chọn thiết bị rồi đọc ngang để tìm thông tin áp dụng cho bài kiểm tra này.

Bảng 1 Thông tin cụ thể về thiết bị

Thiết bị	Hướng đặt ống mẫu	Ống mẫu
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Dòng chia đầy nằm bên phải.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Dòng chia đầy hướng về phía người sử dụng.	
DR 900	Dấu hướng dẫn đặt về phía người sử dụng.	2401906 

Trước khi bắt đầu

Hach hiện không còn cung cấp Bộ thiết bị phân hủy Digesdahl. Tuy nhiên, Hach vẫn có phương pháp TKN đã được EPA phê duyệt dựa trên phương pháp sTKN sử dụng TNT880.
Đặt nắp thiết bị vào giá đỡ ống đo DR 900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ.
Để đạt kết quả tối ưu, hãy xác định giá trị mẫu trắng của thuốc thử cho mỗi lô mới. Thay mẫu thử bằng nước khử ion trong quy trình để xác định mẫu trắng. Tự động trừ giá trị mẫu trắng khỏi kết quả mẫu bằng chức năng điều chỉnh mẫu trắng.
Nếu sử dụng ống đo rót (áp dụng cho một số thiết bị), hãy vệ sinh định kỳ. Cho vài hạt tinh thể natri thiosunfat pentahydrat vào phễu hoặc rửa bằng dung dịch natri thiosunfat. Xả tinh thể qua phễu và ống đo bằng nước khử ion cho tan hết, rồi tráng lại bằng nước khử ion.
Thuốc thử Nessler có chứa iodua thủy ngân. Cả mẫu sau phản ứng và mẫu trắng đều chứa thủy ngân. Không được đổ các dung dịch này xuống cống. Hãy thu gom mẫu đã phản ứng và mẫu trắng để xử lý đúng quy trình.
Khi nhỏ thuốc thử, hãy giữ bình nhỏ và chai dung dịch thẳng đứng, không nghiêng.
Sử dụng chức năng Điều chỉnh Chuẩn với mỗi lô thuốc thử mới để có kết quả tốt nhất. Tham khảo phương pháp dung dịch tiêu chuẩn trong Kiểm tra độ chính xác ở trang 6.

Hãy xem qua các Bảng Dữ Liệu An Toàn Hóa Chất (MSDS/SDS) cho các hóa chất được sử dụng. Sử dụng đầy đủ trang thiết bị bảo hộ cá nhân như được khuyến cáo.

Xử lý các dung dịch đã phản ứng theo quy định của địa phương, bang và liên bang. Tham khảo Bảng Dữ Liệu An Toàn Hóa Chất để biết thông tin về việc xử lý các hóa chất chưa dùng đến. Liên hệ với bộ phận môi trường, an toàn và sức khỏe tại cơ sở của bạn hoặc các cơ quan quản lý địa phương để được hướng dẫn thêm về việc xử lý.

Các vật dụng cần chuẩn bị

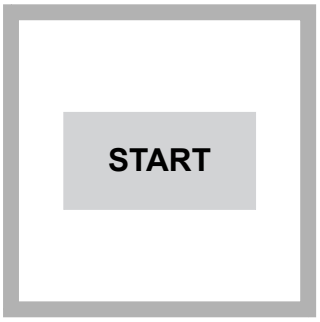
Mô tả	Số lượng
Hạt sôi, cacbua silic	2-3
Xy lanh chia vạch, 25 mL	2
Ống bảo vệ ngón tay	2
Bộ tiêu hóa Digesdahl (Đã ngưng sản xuất, không có thiết bị thay thế)	1
Tấm chắn an toàn	1
Hydro Peroxit, 50%	20 mL
Chất ổn định khoáng	6 giọt
Thuốc thử Nessler	2 mL
Chất phân tán polyvinyl alcohol	6 giọt
Dung dịch chuẩn Kali Hydroxit (KOH) 1.0 N	thay đổi
Dung dịch chuẩn Kali Hydroxit (KOH) 8.0 N	thay đổi
Axit sunfuric, ACS, đậm đặc	6 mL
Dung dịch chỉ thị TKN	2 giọt
Pipet TenSette 0,1–1,0 mL kèm đầu hút	1
Ống nghiệm mẫu (Để biết thêm về ống nghiệm, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, xem Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.)	2

Vui lòng xem Vật tư tiêu hao và vật tư thay thế ở trang 7 để biết thông tin đặt hàng.

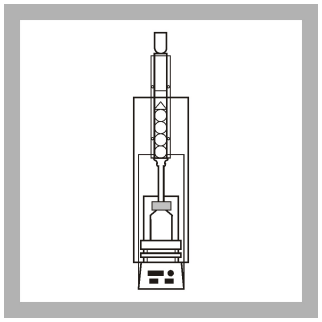
Thu thập và bảo quản mẫu

- Lấy mẫu bằng chai thủy tinh hoặc nhựa sạch.
- Để bảo quản mẫu phân tích sau, điều chỉnh pH mẫu xuống dưới 2 bằng axit sulfuric đậm đặc (khoảng 2 mL trên mỗi lít). Nếu phân tích ngay thì không cần thêm axit.
- Bảo quản mẫu đã xử lý ở nhiệt độ tối đa 6 °C (43 °F) trong vòng 28 ngày.
- Trước khi tiến hành phân tích, để mẫu trở về nhiệt độ phòng.
- Trước khi đo, điều chỉnh pH về khoảng 3–5 bằng dung dịch chuẩn natri hydroxit 5,0 N.
- Hiệu chỉnh kết quả kiểm tra nếu có sự pha loãng do thêm dung dịch.

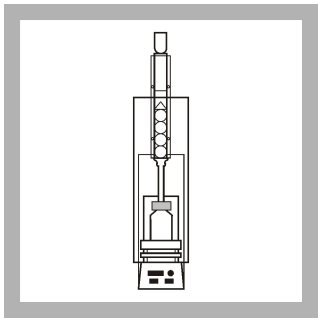
Phương pháp Nessler



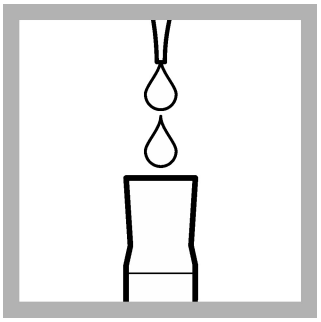
1. Khởi động chương trình **399 Nitơ, TKN**. Để biết thông tin về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy xem Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.



2. Chuẩn bị mẫu: Sử dụng Sổ tay Hướng dẫn Thiết bị Phân hủy Digesdahl[1] để phân hủy lượng mẫu thích hợp. Tham khảo Thể tích mẫu đã phân hủy ở trang 5.



3. Chuẩn bị mẫu trắng: Tiến hành phân hủy một lượng nước cất tương đương để làm mẫu trắng.



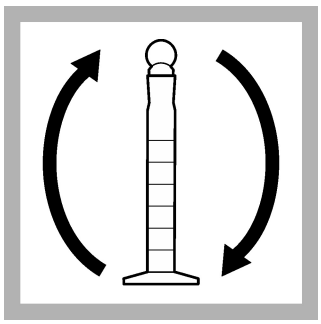
4. Dùng pipet chuyển thể tích mẫu đã phân hủy cần phân tích vào ống chia độ. Tham khảo Thể tích mẫu đã phân hủy ở trang 5.



5. Dùng pipet chuyển cùng lượng nước cất đã phân hủy sang một ống chia độ thứ hai.



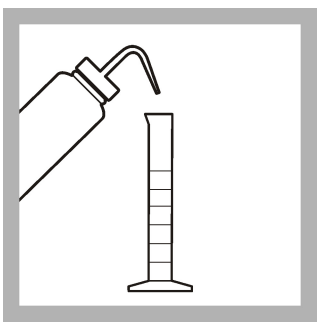
6. Nhỏ một giọt Chỉ thị TKN vào mỗi ống chia.



7. Nếu phần chia nhỏ hơn 1 mL, chuyển sang bước 8. Nếu lớn hơn 1 mL, nhỏ từng giọt dung dịch 8.0 KOH vào từng ống cho đến khi xuất hiện ánh xanh đầu tiên. Đậy kín và đảo ngược ống sau mỗi lần thêm.



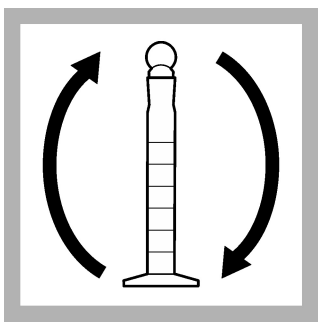
8. Nhỏ từng giọt KOH 1.0 N vào mỗi ống, trộn đều sau mỗi lần nhỏ. Tiếp tục cho đến khi màu xanh dương ổn định xuất hiện.



9. Đổ nước đã khử ion vào cả hai ống đến vạch 20 mL.



10. Nhỏ ba giọt Chất ổn định khoáng vào mỗi ống.

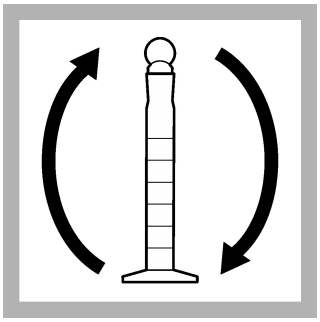


11. Đậy kín các ống nghiệm rồi lắc đều để trộn dung dịch.

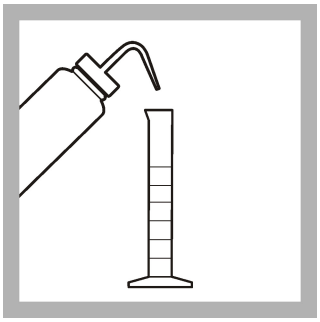


12. Nhỏ 3 giọt Chất phân tán Polyvinyl Alcohol vào mỗi ống chia.

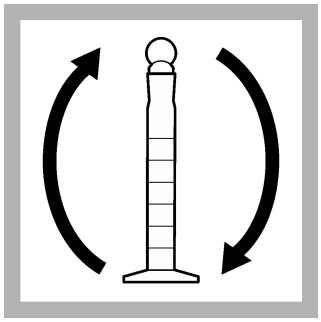
[1] Hach không còn cung cấp Thiết bị xử lý Digesdahl.



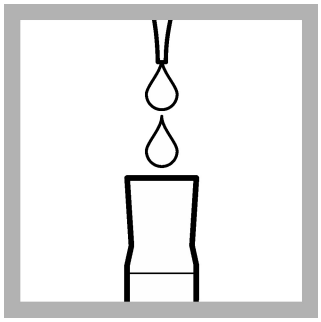
13. Đậy nút các ống đong, sau đó lật ngược để trộn đều.



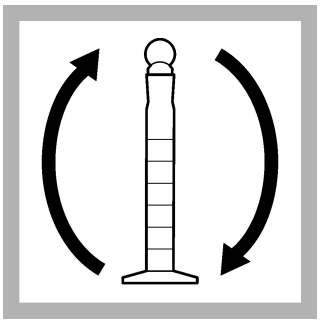
14. Đổ nước khử ion vào cả hai ống đong đến vạch 25 mL.



15. Đậy nút các ống đong rồi lật ngược vài lần để trộn kỹ.



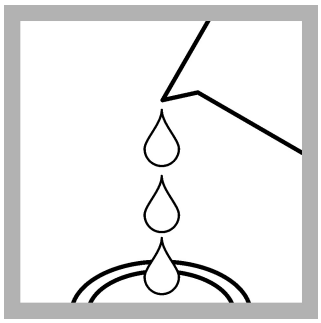
16. Sử dụng pipet để thêm 1,00 mL thuốc thử Nessler vào từng ống đo.



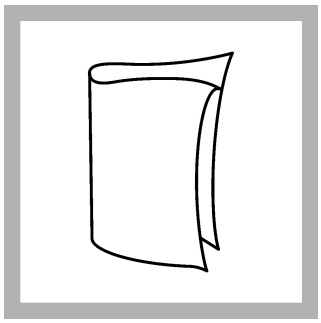
17. Đậy nút các ống đong rồi lật ngược để hòa trộn. Dung dịch cần trong, không được có vẩn đục. Nếu xuất hiện cặn hay mờ, kết quả sẽ không chính xác.



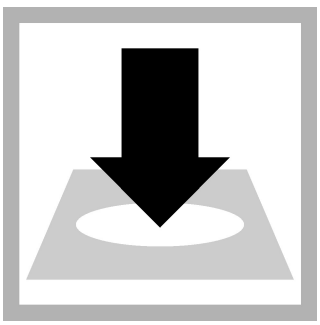
18. Khởi động đồng hồ trên thiết bị. Quá trình phản ứng kéo dài 2 phút bắt đầu.



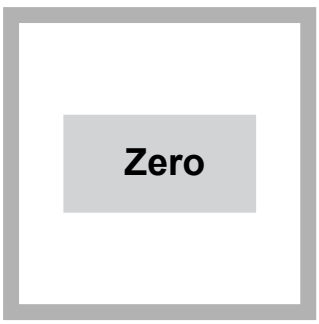
19. Khi hết thời gian, đổ dung dịch trong từng ống đo vào các ống mẫu riêng biệt.



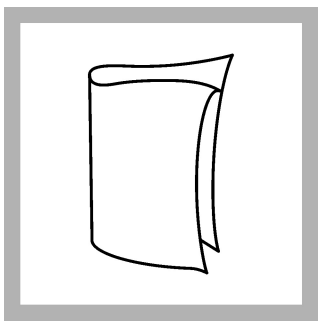
20. Vệ sinh ống nghiệm trắng.



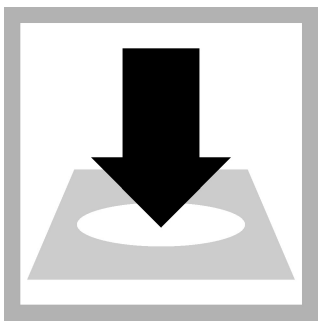
21. Đặt ống mẫu trắng vào giá giữ mẫu.



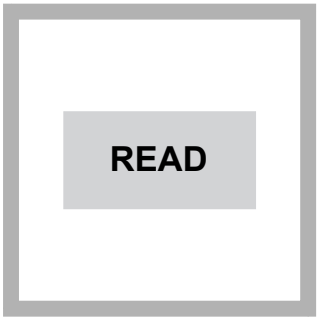
22. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị 0 mg/L TKN.



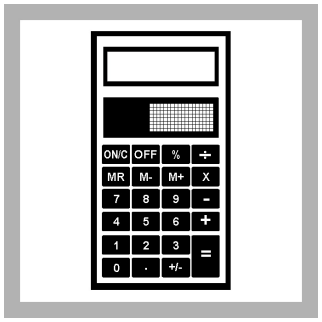
23. Vệ sinh ống mẫu đã chuẩn bị.



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



25. Nhấn **READ**. Kết quả sẽ hiển thị dưới đơn vị mg/L TKN.



26. Tính toán hàm lượng TKN của mẫu (đơn vị ppm):

TKN = (75 x A) ÷ (B x C)

Trong đó:

- A = mg/L lấy từ màn hình hiển thị
- B = gam (hoặc mL nước) mẫu dùng để phân hủy
- C = mL thể tích phân tích của mẫu đã phân hủy

Thể tích mẫu đã phân hủy

Bảng 2 Mẫu nước (dung dịch hoặc huyền phù trong nước—dưới 1% chất rắn)

Nồng độ nitơ dự kiến (mg/L)	Thể tích phân tích (mL)
0,5–28	10
2–112	5
11–560	2
45–2250	1
425–22500	0,5

Bảng 3 Mẫu khô

Nồng độ nitơ dự kiến (mg/L)	Thể tích phân tích (mL)
42–2200	10
106–5600	5
350–18.000	2
1.000–56.000	1
4.200–220.000	0,5

Bảng 4 Dầu và mỡ

Nồng độ nitơ dự kiến (mg/L)	Thể tích phân tích (mL)
85–4.500	10
210–11.000	5
2.100–110.000	1

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp phân giải

Để xác minh phương pháp phân giải, hãy sử dụng các chuẩn chính cho Nitơ Kjeldahl được trình bày trong mục Kiểm tra độ chính xác của *Hướng dẫn sử dụng thiết bị phân giải Digesdahl*®.2 Hãy thực hiện quy trình kiểm tra độ chính xác để xác định hiệu quả phân giải và lượng nitơ liên kết được giải phóng trong quá trình phân giải.

Sử dụng mẫu chuẩn Kjeldahl đã phân giải trong quy trình kiểm tra Nessler để đo TKN của mẫu chuẩn chính. Giá trị TKN đo được cần nằm trong phạm vi ± 3% so với giá trị của mẫu chuẩn Kjeldahl đã chuẩn bị.

Phương pháp dung dịch chuẩn

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn NH3–N 1,0 mg/L
- Chỉ thị TKN
- Ống nhỏ giọt
- Ống trộn chia vạch 25 mL (2 cái)
- Nước khử ion
- Chất ổn định khoáng
- Chất phân tán Polyvinyl Alcohol

1. Nhỏ một giọt chỉ thị TKN vào mỗi ống trộn 25 mL.
2. Đổ nước khử ion vào một ống tới vạch 20 mL. Đổ dung dịch chuẩn NH3–N 1,0 mg/L vào ống còn lại đến vạch 20 mL.
3. Thêm 3 giọt chất ổn định khoáng vào từng ống. Lắc đều vài lần để trộn.
4. Thêm 3 giọt chất phân tán Polyvinyl Alcohol vào từng ống. Lắc đều vài lần để trộn.
5. Tiếp tục thực hiện quy trình đo TKN để xác định nồng độ dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn chính xác sẽ cho kết quả 26–27 mg/L TKN.

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

Hiệu suất phương pháp

Dữ liệu về hiệu suất phương pháp dưới đây được thu thập từ các thí nghiệm trong phòng lab với điều kiện lý tưởng, sử dụng máy quang phổ để đo. Kết quả có thể thay đổi khi thực hiện trong các điều kiện kiểm tra khác nhau.

Chương trình	Tiêu chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Thay đổi nồng độ trên mỗi 0,010 thay đổi độ hấp thụ
399	76 mg/L NH_3–N	70–82 mg/L NH_3–N	1 mg/L NH_3–N

Tóm tắt phương pháp

Thuật ngữ Nitơ Kjeldahl tổng chỉ hợp chất gồm amoniac và nitơ hữu cơ. Tuy nhiên, chỉ những hợp chất nitơ hữu cơ ở trạng thái ba âm mới được xác định trong thử nghiệm này. Nitơ ở dạng này sẽ chuyển thành muối amoni nhờ tác động của axit sulfuric và hydroperoxit. Amoniac sau đó được phân tích bằng phương pháp Nessler đã chỉnh sửa. Đo bước sóng là 460 nm với máy quang phổ hoặc 420 nm với máy đo màu.

Phòng ngừa ô nhiễm và quản lý chất thải

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

2 Hach hiện không còn cung cấp thiết bị phân hủy Digesdahl

Vật tư tiêu hao và phụ kiện thay thế

Hóa chất cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bộ thuốc thử Nitơ, 0-150 mg/L, phương pháp Nessler	—	250 lần thử	2495300
Gồm có:			
Hydrogen Peroxide, 50%	20 mL	490 mL	2119649
Chất ổn định khoáng	6 giọt	50 mL SCDB	2376626
Thuốc thử Nessler	2 mL	500 mL	2119449
Chất phân tán Polyvinyl Alcohol	6 giọt	50 mL SCDB	2376526
Dung dịch chuẩn Kali Hydroxide, 1.0 N	thay đổi	50 mL SCDB	2314426
Dung dịch chuẩn Kali Hydroxide, 8.0 N	thay đổi	100 mL MDB	28232H
Axit sulfuric, tinh khiết, chuẩn ACS	thay đổi	500 mL	97949
Dung dịch chỉ thị TKN	2 giọt	50 mL SCDB	2251926

Thiết bị cần dùng

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Hạt sôi, cacbua silic	2–3	500 g	2055734
Xy lanh chia vạch, 25 mL, chứng nhận	2	cái	2636240
Găng ngón tay	2	2 cái/hộp	1464702
Micropipet TenSette, 0.1–1.0 mL	1	cái	1970001
Đầu côn cho micropipet TenSette, 0.1–1.0 mL	2	50 cái/hộp	2185696
Tấm chắn an toàn	1	cái	5003000

Tiêu chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bộ chuẩn nitơ Kjeldahl chính	bộ 3	2277800
Dung dịch chuẩn Nitơ Amoniac, 1.0 mg/L NH3–N	500 mL	189149
Dung dịch chuẩn Nitơ Amoniac, Ống Voluette 10 mL, 150 mg/L	16 ống/gói	2128410
Dung dịch chuẩn nước thải đầu vào, thông số tổng hợp, cho NH_3-N, NO_3-N, PO_4, COD, SO_4, TOC	500 mL	2833149

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Natri Thiosulfat, ngũ hydrat	454 g	46001
Bộ dụng cụ Pour-Thru Cell (DR 2700, DR 2800)	cái	5940400
Bộ dụng cụ Pour-Thru Cell (DR 5000)	cái	LZV479
Dụng cụ bẻ ống PourRite, 2 mL	cái	2484600
Dụng cụ bẻ ống, Ống Voluette 10 mL	cái	2196800
Giấy cân, 100 x 100 mm	500 giấy/gói	1473885
Ống micropipet TenSette, 1.0–10.0 mL	cái	1970010
Đầu tip cho micropipet TenSette, 1.0–10.0 mL	50 cái/hộp	2199796

Các hóa chất và thiết bị tùy chọn (tiếp theo)

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Đầu pipet cho pipet TenSette, dung tích 1.0–10.0 mL	250 chiếc/hộp	2199725
Đầu pipet cho pipet TenSette, dung tích 0.1–1.0 mL	1000 chiếc/hộp	2185628
Dung dịch chuẩn Nitơ-Ammonia, 10 mg/L NH_3-N	500 mL	15349
Dung dịch chuẩn Nitơ Amoniac, 100 mg/L dưới dạng NH_3-N	500 mL	2406549
Dung dịch chuẩn Nitơ, Amoniac, 1000 mg/L NH_3-N	1 L	2354153
Dung dịch chuẩn Nitơ Amoniac, Ampule Voluette 10 mL, 50 mg/L NH_3-N	16 cái/bao	1479110
Cân phân tích, 80 g x 0,1 mg 100–240 VAC	cái	2936701
Dung dịch chuẩn Nitơ Amoniac, Ống ampule PourRite 2 mL, 50 mg/L	20 cái/hộp	1479120

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, 1989–2019. All rights reserved.

03/2019, Edition 10