Nitrat

DOC316.32.01066

Cadmium Reduction Method

0,3 đến 30,0 mg/L NO_3–N (HR)

Phương pháp 8039

Gói bột hoặc Ống Ampul AccuVac®

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

Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin thiết bị cụ thể

Bảng 1 trình bày yêu cầu về ống mẫu và hướng đặt cho các thử nghiệm thêm thuốc thử, như gói bột hoặc thuốc thử số lượng lớn. Bảng 2 trình bày yêu cầu về ống mẫu và bộ chuyển đổi cho các thử nghiệm với ống Ampul AccuVac. Các bảng cũng liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình cho thử nghiệm này.

Để sử dụng bảng, hãy chọn thiết bị, sau đó dò theo hàng để tìm thông tin phù hợp cho thử nghiệm này.

Bảng 1 Thông tin thiết bị cụ thể cho việc thêm thuốc thử

Thiết bị	Hướng đặt ống nghiệm	Ống nghiệm
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Vạch đổ đầy nằm bên phải.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Vạch đổ đầy hướng về phía người sử dụng.	
DR 900	Dấu định hướng hướng về phía người sử dụng.	2401906 

Bảng 2 Thông tin cụ thể về thiết bị cho ống AccuVac

Thiết bị	Bộ chuyển đổi	Ống nghiệm
DR 6000 DR 5000 DR 900	—	2427606 
DR 3900	LZV846 (A)	
DR 1900	9609900 hoặc 9609800 (C)	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)	2122800 

Trước khi bắt đầu

Hãy gắn nắp thiết bị vào giá đỡ ống nghiệm DR 900 trước khi nhấn nút 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 bằng nước khử ion trong quy trình thử để xác định giá trị mẫu trắng. Dùng chức năng điều chỉnh mẫu trắng để tự động trừ giá trị mẫu trắng khỏi kết quả mẫu.
Phương pháp này yêu cầu kỹ thuật chính xác. Thời gian và cách lắc ảnh hưởng đến quá trình tạo màu. Để kết quả đáng tin cậy nhất, hãy sử dụng dung dịch chuẩn nằm trong phạm vi thử nghiệm và thực hiện kiểm tra nhiều lần. Thay đổi thời gian lắc để đạt được kết quả mong muốn, và sử dụng thời gian lắc đã điều chỉnh cho các mẫu tiếp theo.
Các hóa chất sử dụng trong thử nghiệm này có chứa cadimi. Sau khi sử dụng, cần tráng rửa ống mẫu ngay để loại bỏ hết hạt cadimi. Thu gom các mẫu đã phản ứng để xử lý an toàn.
Sau khi thuốc thử tan hết, một lớp kim loại chưa bị oxy hóa có thể lắng lại ở đáy ống mẫu. Lớp lắng này không ảnh hưởng đến kết quả đo.
Hãy xem lại Bảng Dữ liệu An toàn Hóa chất (MSDS/SDS) của các loại hóa chất sử dụng và trang bị đầy đủ dụng cụ bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.
Xử lý các dung dịch đã phản ứng theo đúng quy định của địa phương, cơ quan và quốc gia. Thông tin về xử lý thuốc thử chưa sử dụng có thể xem trong Bảng Dữ liệu An toàn Hóa chất. Nếu cần thêm thông tin, hãy liên hệ với bộ phận an toàn môi trường của đơn vị hoặc cơ quan quản lý tại địa phương.

Các vật tư cần chuẩn bị

Gói bột thử nghiệm

Mô tả	Số lượng
NitraVer® 5 Gói bột thuốc thử Nitrate, 10 mL	1
Ống nghiệm mẫu. (Để biết thêm về ống nghiệm, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy xem Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.)	2

Xem Vật tư tiêu hao và sản phẩm thay thế ở trang 7 để biết thông tin đặt hàng.

Bình Ampul AccuVac

Mô tả	Số lượng
NitraVer® 5 Gói thuốc thử Nitrate AccuVac® Ống Ampul	1
Cốc thủy tinh, 50 mL	1
Ống nghiệm (Để biết thêm thông tin về ống nghiệm, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn ánh sáng, tham khảo Thông tin về thiết bị ở trang 1.)	1
Nút đậy cho ống 18 mm và ống Ampul AccuVac	1

Xem Vật tư tiêu hao và sản phẩm thay thế ở trang 7 để biết thông tin 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 đạt kết quả tối ưu.
- Nếu không thể phân tích ngay, hãy lọc và giữ mẫu ở nhiệt độ tối đa 6 °C (43 °F) trong vòng 48 giờ.
- Để bảo quản mẫu tối đa 28 ngày, điều chỉnh pH xuống 2 hoặc thấp hơn bằng axit sulfuric đậm đặc (khoảng 2 mL trên mỗi lít) và giữ ở nhiệt độ tối đa 6 °C (43 °F). Kết quả thử nghiệm sẽ bao gồm cả nitrate và nitrite.
- Để mẫu về nhiệt độ phòng trước khi phân tích.
- Trước khi phân tích, điều chỉnh pH về 7 bằng dung dịch natri hydroxit 5 N.
- Điều chỉnh kết quả thử nghiệm cho phù hợp với việc pha loãng do thêm thể tích.

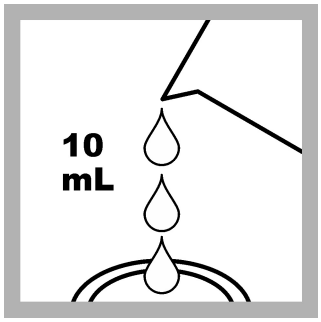
Quy trình sử dụng gói bột thử

⚠ LƯU Ý

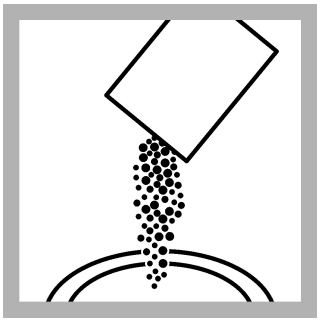
Cảnh báo nguy cơ tiếp xúc chất thải nguy hại. Mẫu chuẩn bị có chứa cadimi. Vui lòng tham khảo Bảng Dữ Liệu An Toàn (SDS) để biết hướng dẫn xử lý và thải bỏ an toàn. Tuân thủ đầy đủ các quy định địa phương và khu vực về việc xử lý chất thải.



1. Khởi động chương trình **355 N, Nitrate HR PP**. Để biết chi tiết về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc chắn sáng, hãy xem Thông tin thiết bị cụ thể trang 1.



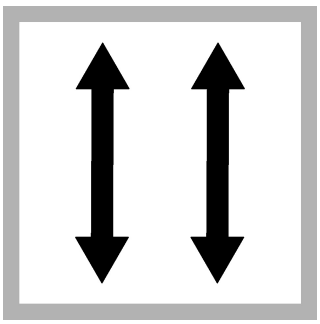
2. Chuẩn bị mẫu: Đổ 10 mL mẫu vào ống nghiệm.



3. Thêm toàn bộ gói bột thử NitraVer 5 vào mẫu. Đậy kín ống nghiệm lại.



4. Bắt đầu hẹn giờ trên thiết bị. Quá trình phản ứng sẽ diễn ra trong 1-phút.

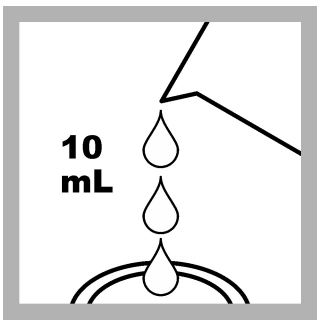


5. Đậy kín nắp ống mẫu. Lắc mạnh ống cho đến khi hết thời gian hẹn giờ. Một ít bột có thể không tan hết, nhưng phần bột còn lại sẽ không ảnh hưởng đến kết quả.

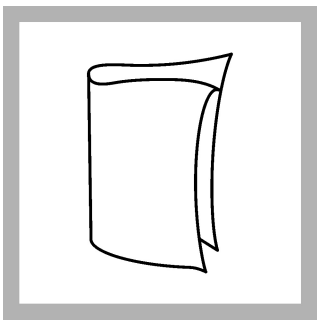


6. Khởi động bộ hẹn giờ của thiết bị. Đợi phản ứng diễn ra trong 5 phút.

Màu vàng hổ phách sẽ xuất hiện nếu có nitrat trong mẫu.



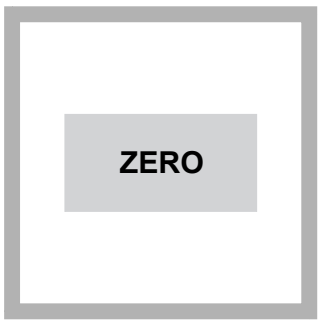
7. Chuẩn bị mẫu trắng: Khi bộ hẹn giờ thứ hai kết thúc, đổ 10 mL mẫu vào ống mẫu thứ hai.



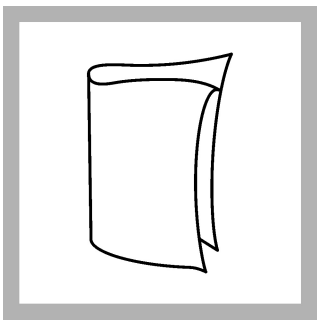
8. Vệ sinh ống mẫu trắng.



9. Đặt ống mẫu trắng vào giá đỡ.



10. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị 0,0 mg/L NO_3^-–N.



11. Làm sạch ống mẫu đã chuẩn bị.



12. Trong vòng 1 phút sau khi hết giờ, cho ống mẫu đã chuẩn bị vào giá đỡ.



13. Nhấn **READ**. Kết quả hiển thị theo mg/L NO_3–N.

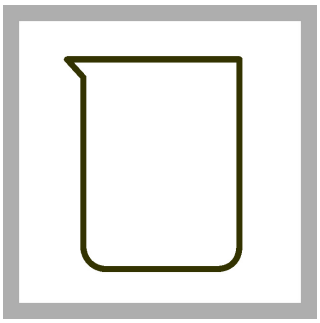
Quy trình sử dụng ống AccuVac

⚠ LƯU Ý

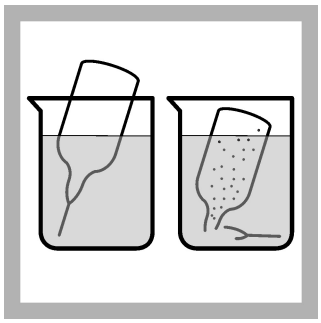
Tiếp xúc với chất thải nguy hại. Mẫu đã chuẩn bị chứa cadimi. Xem bảng dữ liệu an toàn hóa chất (SDS) để biết hướng dẫn xử lý và tiêu hủy an toàn. Tuân thủ các quy định xử lý rác thải tại địa phương và khu vực.



1. Khởi động chương trình **361 N, Nitrate HR AV**. Để biết thêm thông tin về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc chắn sáng, tham khảo Thông tin dành riêng cho thiết bị ở trang 1.



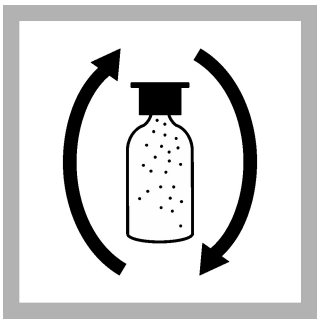
2. Chuẩn bị mẫu: Lấy ít nhất 40 mL mẫu vào cốc 50-mL.



3. Gõ nhẹ đáy ống NitraVer 5 Nitrate AccuVac để làm tơi bột. Sau đó, lấy mẫu vào ống. Đảm bảo đầu ống luôn nằm trong mẫu khi châm đầy.



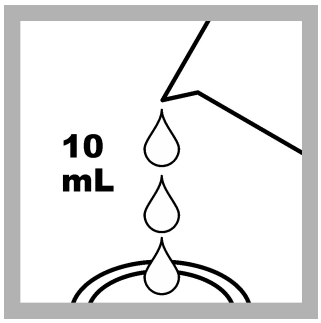
4. Bật chế độ hẹn giờ trên thiết bị. Thời gian phản ứng 1 phút bắt đầu.



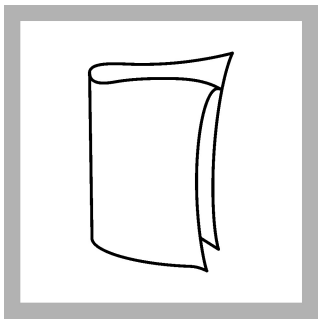
5. Lắc đảo ống từ 48 đến 52 lần trong khi đồng hồ đếm ngược.



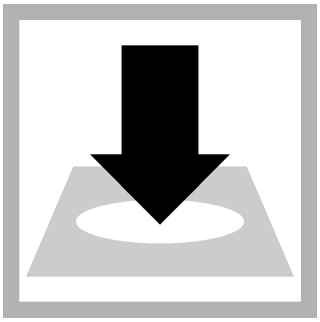
6. Bắt đầu bộ hẹn giờ của thiết bị. Thời gian phản ứng sẽ kéo dài 5 phút. Giữ nguyên mẫu trong khi bộ hẹn giờ đếm ngược. Nếu có nitrat, màu vàng hổ phách sẽ xuất hiện.



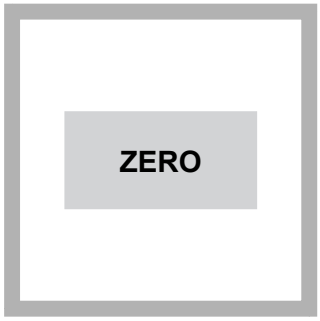
7. Chuẩn bị mẫu trắng: Khi bộ hẹn giờ thứ hai kết thúc, đổ 10 mL mẫu vào ống nghiệm.



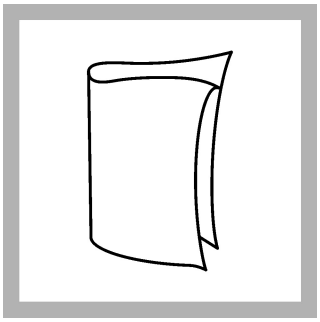
8. Vệ sinh ống nghiệm mẫu trắng.



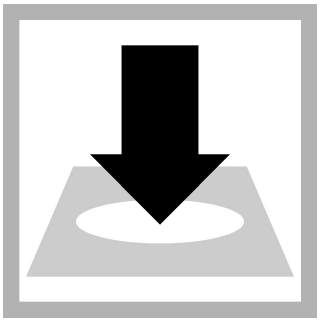
9. Đặt ống trắng vào giá đỡ tế bào.



10. Nhấn **ZERO**. Màn hình sẽ hiển thị 0.0 mg/L NO_3^-–N.



11. Làm sạch ống AccuVac.



12. Trong vòng 1 phút sau khi hết giờ, cho ống AccuVac mẫu đã chuẩn bị vào giá đỡ tế bào.



13. Nhấn **READ**. Kết quả sẽ hiển thị bằng đơn vị mg/L NO_3^-–N.

Can thiệp

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Clorua	Nồng độ clorua trên 100 mg/L sẽ cho kết quả thấp. Phép thử vẫn có thể sử dụng với mẫu có nồng độ clorua cao (nước biển) nếu đã hiệu chuẩn bằng dung dịch tiêu chuẩn có cùng hàm lượng clorua như mẫu (xem Hiệu chuẩn cho nước biển ở trang 5).
Sắt (III)	Gây nhiễu ở mọi mức độ
Nitrit	Gây nhiễu ở mọi mức độ. Để khắc phục ảnh hưởng của nitrit, hãy làm theo các bước sau: **1.** Nhỏ từng giọt Nước Bromine 30 g/L vào mẫu cho đến khi xuất hiện màu vàng. **2.** Thêm 1 giọt Dung dịch Phenol 30 g/L để loại bỏ màu. **3.** Tiến hành đo nồng độ mẫu đã xử lý theo quy trình kiểm tra. Báo cáo kết quả là tổng lượng nitrat và nitrit.
Mẫu có độ đệm cao hoặc pH mẫu quá lớn/nhỏ	Có thể khiến hóa chất không điều chỉnh được pH mẫu một cách chính xác. Có thể cần xử lý mẫu trước khi thử nghiệm.
Các chất oxy hóa và khử mạnh	Gây nhiễu ở mọi mức độ

Hiệu chuẩn cho mẫu nước biển

Nồng độ chloride trên 100 mg/L làm kết quả thấp hơn. Để áp dụng phương pháp này cho các mẫu có hàm lượng chloride cao, hãy hiệu chuẩn thiết bị với dung dịch chuẩn nitrat chứa lượng chloride tương đương với mẫu thử.

Chuẩn bị các dung dịch chuẩn có chứa clorua và 1,0; 3,0; 10,0 và 30,0 mg/L nitrat (tính theo NO_3^-–N) theo hướng dẫn sau:

1. Chuẩn bị 1 lít nước clorua với nồng độ clorua bằng với mẫu thử.
   a. Cân lượng natri clorua loại ACS phù hợp: (nồng độ clorua của mẫu, g/L) x (1,6485) = số gam NaCl trên mỗi lít.
      Lưu ý: *18,8 g/L là nồng độ clorua điển hình trong nước biển.*
   b. Cho natri clorua vào bình định mức 1 lít.
   c. Thêm nước cất đến vạch định mức, lắc đều. Dùng nước này làm dung môi pha loãng để chuẩn bị các dung dịch chuẩn nitrat.
2. Sử dụng pipet để lấy lần lượt 1,0; 3,0; 10 và 30,0 mL dung dịch chuẩn nitrat-nitơ 100 mg/L (NO_3^-–N) vào bốn bình định mức 100 mL loại A khác nhau.
3. Thêm nước clorua đã chuẩn bị đến vạch định mức, lắc đều dung dịch.
4. Thực hiện quy trình kiểm tra cho từng dung dịch chuẩn và nước có chứa clorua đã chuẩn bị (dùng làm dung dịch chuẩn 0 mg/L).
5. Đo độ hấp thụ của các dung dịch chuẩn và nhập hiệu chuẩn người dùng vào thiết bị.
6. Sử dụng chương trình người dùng để đo các mẫu có hàm lượng clorua cao.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm chuẩn (bổ sung mẫu)

Dùng phương pháp thêm chuẩn (áp dụng cho các thiết bị phù hợp) để xác thực quy trình kiểm tra, hóa chất và thiết bị, đồng thời xác định có sự can nhiễu nào trong mẫu không.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn Nitrat Nitơ (NO_3^-–N) 1000 mg/L
- Bình định mức 100 mL, loại A
- Dụng cụ hút mẫu 25 mL, loại A và bóng hút
- Nước khử ion
- Bơm mẫu TenSette®, dải 0,1–1,0 mL và đầu bơm

1. Chuẩn bị dung dịch chuẩn nitrate-nitơ 250 mg/L theo hướng dẫn sau:
   a. Dùng pipet lấy 25 mL dung dịch chuẩn nitrate-nitơ 1000 mg/L cho vào bình định mức 100 mL.
   b. Thêm nước khử ion đến vạch, lắc đều. Dung dịch này nên được chuẩn bị mới mỗi ngày.
2. Tiến hành đo nồng độ mẫu theo quy trình kiểm tra, sau đó giữ nguyên mẫu chưa thêm chuẩn trong thiết bị.
3. Chọn chức năng Standard Additions trong menu thiết bị.
4. Thiết lập giá trị nồng độ chuẩn, thể tích mẫu và thể tích spike theo yêu cầu.
5. Chuẩn bị ba mẫu đã thêm chuẩn: sử dụng bơm TenSette để thêm lần lượt 0,1 mL, 0,2 mL và 0,3 mL dung dịch chuẩn vào ba phần mẫu tươi 10 mL. Lắc đều.
   Lưu ý: *Đối với ống AccuVac®, thêm lần lượt 0,4 mL, 0,8 mL và 1,2 mL dung dịch chuẩn vào ba phần mẫu tươi 50 mL.*
6. Đo nồng độ của từng mẫu đã thêm chuẩn theo quy trình kiểm tra. Bắt đầu với mẫu spike nhỏ nhất. Đo từng mẫu đã thêm 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 khác biệt rõ rệt so với dự kiến, hãy kiểm tra lại thể tích mẫu và phần thêm chuẩn đã đo chính xác chưa. Các giá trị này cần phù hợp với lựa chọn trong menu Standard Additions. Nếu kết quả ngoài phạm vi chấp nhận, mẫu có thể bị ảnh hưởng bởi chất gây nhiễu.*

Phương pháp dung dịch chuẩn

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

Những vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn Nitơ Nitrat, 10.0 mg/L NO_3^-–N

1. Tiến hành đo nồng độ dung dịch chuẩn theo quy trình thử nghiệm.
2. So sánh kết quả dự đoán với kết quả thực tế.
   Lưu ý: *Có thể điều chỉnh hiệu chuẩn của nhà máy bằng tùy chọn hiệu chỉnh chuẩn để thiết bị hiển thị đúng giá trị mong muốn của dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn đã điều chỉnh sẽ áp dụng cho tất cả các kết quả thử nghiệm. 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 lấy từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm với điều kiện lý tưởng bằng máy quang phổ. Kết quả thực tế có thể khác nhau tùy thuộc vào điều kiện thử nghiệm.

Chương trình	Chuẩn	Độ chính xác (Khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Sự thay đổi nồng độ trên mỗi 0.010 đơn vị hấp thụ
355	10 mg/L NO_3^-–N	9,3–10,7 mg/L NO_3^-–N	0.3 mg/L ở 0 ppm, 0,5 mg/L ở 10 ppm, 0,8 mg/L ở 30 ppm – NO_3^-–N
361	10 mg/L NO_3^-–N	9,3–10,7 mg/L NO_3^-–N	0.3 mg/L ở 0 ppm, 0,6 mg/L ở 10 ppm, 0,8 mg/L ở 30 ppm – NO_3^-–N

Tóm tắt phương pháp

Kẽm cadimi khử nitrat trong mẫu thành nitrit. Ion nitrit phản ứng trong môi trường axit với axit sulfanilic tạo thành muối diazoni trung gian. Muối này kết hợp với axit gentisic tạo thành dung dịch màu vàng hổ phách. Bước sóng đo là 500 nm cho máy quang phổ hoặc 520 nm cho máy đo màu.

Phòng ngừa ô nhiễm và quản lý chất thải

Các mẫu đã phản ứng chứa cadimi và phải được xử lý như chất thải nguy hại. Hãy tiêu hủy dung dịch đã sử dụng theo quy định của địa phương, quốc gia và liên bang.

Vật tư tiêu hao và phụ kiện thay thế

Thuốc thử cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã hàng
NitraVer® 5 Gói bột thuốc thử nitrat, 10 mL	1	100 gói/hộp	2106169
HOẶC			
NitraVer® 5 Gói Bột Thuốc Thử Nitrat AccuVac® Ampul	1	25 gói/hộp	2511025

Thiết bị cần thiết (gói bột)

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã hàng
Nút cao su Neoprene, đặc, cỡ số 1	2	12 cái/hộp	1480801
HOẶC			
Nút đậy cho ống nghiệm 18 mm và Ống Ampul AccuVac	2	6 cái/hộp	173106

Thiết bị cần thiết (AccuVac)

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã hàng
Cốc thủy tinh 50 mL	1	cái	50041H

Tiêu chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã hàng
Dung dịch chuẩn Nitrat Nitơ, 10.0 mg/L NO_3–N	500 mL	30749
Dung dịch chuẩn Nitrat Nitơ, 1000 mg/L NO_3–N	500 mL	1279249
Dung dịch chuẩn nước thải đầu vào, đa thông số cho NH_3-N, NO_3-N, PO_4, COD, SO_4, TOC	500 mL	2833149
Nước khử ion	4 L	27256

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã hàng
Nước Brom, 30 g/L	29 mL	221120
Xilanh trộn, có vạch chia, 50 mL	cái	2088641
Ống nhỏ giọt TenSette®, 0,1–1,0 mL	cái	1970001
Ống định mức, loại A, 0,5 mL	cái	1451534
Ống định mức, loại A, 1,00 mL	cái	1451535
Ống định mức, loại A, 2 mL	cái	1451536
Ống định mức, loại A, 3 mL	cái	1451503
Đầu típ thay cho ống nhỏ giọt TenSette® 0,1–1,0 mL	50 cái/hộp	2185696
Đầu típ thay cho ống nhỏ giọt TenSette® 0,1–1,0 mL	1000 cái/hộp	2185628
Dung dịch Phenol, 30 g/L	29 mL	211220
Bình định lượng, loại A, 25 mL	cái	1451540
Bóng hút pipet an toàn	cái	1465100
AccuVac® Dụng cụ bẻ ampul	cái	2405200
Dung dịch Natri Hydroxide, 5 N	50 mL	245026
Axit sulfuric, ACS	500 mL	97949
Bình định lượng, loại A, 100 mL, thủy tinh	cái	1457442

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, 2019. All rights reserved.

01/2019, Edition 10