Nitơ, Amoniac

DOC316.32.01079

Phương pháp salicylat

0.4 đến 50.0 mg/L NH_3–N (HR)

Phương pháp 10031

Ống nghiệm Test ‘N Tube™

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

Chuẩn bị phép thử

Thông tin theo từng thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình đo cho phép thử này. Bảng cũng cho biết yêu cầu về bộ chuyển đổi (adapter) và tấm chắn sáng đối với các thiết bị phù hợp có thể sử dụng ống nghiệm Test ‘N Tube.

Để sử dụng bảng: chọn thiết bị bạn đang dùng, sau đó đọc theo hàng ngang để tìm các thông tin áp dụng cho phép thử này.

Bảng 1. Thông tin theo từng thiết bị cho ống nghiệm Test ‘N Tube™

Thiết bị	Bộ chuyển đổi	Tấm chắn sáng
DR6000, DR5000	—	—
DR3900	—	LZV849
DR3800, DR2800, DR2700	—	LZV646
DR1900	9609900 (D[1])	—
DR900	4846400	Nắp che đi kèm máy

Trước khi bắt đầu

Lắp nắp thiết bị lên giá giữ cuvet của DR900 trước khi bấm ZERO hoặc READ.
Với DR3900, DR3800, DR2800 và DR2700: lắp tấm chắn sáng vào khoang cuvet số 2 trước khi bắt đầu phép thử.
Cỡ mẫu nhỏ (ví dụ 0,1 mL) có thể không đại diện cho toàn bộ mẫu. Lắc trộn đều mẫu trước khi thử hoặc lấy phần mẫu khác để làm lại phép thử.
Thuốc thử sử dụng trong phép thử này có chứa natri nitroferrocyanid. Giữ các dung dịch xyanua ở pH > 11 để ngăn phơi nhiễm với khí hydro xyanua (HCN). Thu gom mẫu đã phản ứng để xử lý an toàn.
Luôn đậy kín mẫu để tránh nhiễm bẩn amoniac từ không khí.
Để tránh nhiễm chéo qua không khí vào mẫu trắng, hãy chuẩn bị mẫu trắng xong trước khi mở mẫu và chuẩn. Nếu đang mở chai mẫu/chuẩn, hãy chuyển sang khu vực khác trong phòng thí nghiệm để chuẩn bị mẫu trắng.
Xem Phiếu dữ liệu an toàn hoá chất (MSDS/SDS) cho các hoá chất sử dụng. Dùng phương tiện bảo hộ cá nhân theo khuyến cáo.
Thải bỏ dung dịch sau phản ứng theo quy định địa phương/tỉnh bang/liên bang. Tham khảo SDS để biết cách thải bỏ thuốc thử chưa dùng. Tham khảo bộ phận Môi trường–Sức khoẻ–An toàn (EHS) của đơn vị và/hoặc cơ quan quản lý địa phương để biết thêm hướng dẫn.

Vật tư cần chuẩn bị

Mô tả	Số lượng
Tấm chắn sáng (xem “Thông tin theo từng thiết bị” trang 1 để chọn đúng loại)	1
Bộ thuốc thử Amoniac–Nitơ dải cao cho ống nghiệm Test ‘N Tube™ AmVer® 3	2

[1] Bộ chuyển đổi (adapter) loại D không có sẵn/không tương thích trên tất cả các phiên bản thiết bị.

Items to collect (continued)

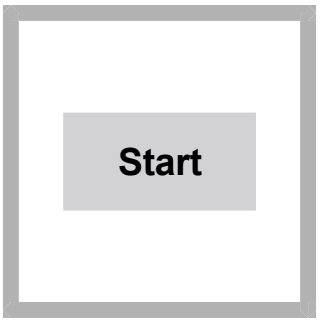
Mô tả	Số lượng
Phễu vi mô (phễu nhỏ) (dùng để thêm thuốc thử)	1
Pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL kèm đầu tip	varies

Tham khảo mục “Vật tư tiêu hao và vật tư thay thế” ở trang 5 để biết thông tin đặt hàng.

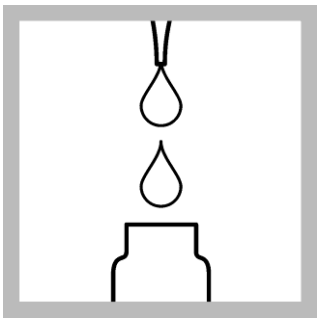
Lấy mẫu và bảo quản

- Lấy mẫu trong chai thủy tinh sạch hoặc chai nhựa sạch.
- Phân tích mẫu càng sớm càng tốt để có kết quả tốt nhất.
- Nếu nghi có clo dư, thêm 1 giọt dung dịch natri thiosunfat 0,1 N vào 1 L mẫu.
- Nếu bảo quản mẫu để phân tích sau: điều chỉnh pH mẫu < 2. Nếu thử ngay thì không cần thêm axit.
- Bảo quản mẫu đã xử lý ở ≤ 6 °C (43 °F) tối đa 28 ngày.
- Để mẫu tăng nhiệt về nhiệt độ phòng trước khi phân tích.
- Trước khi phân tích, điều chỉnh pH về 7 bằng dung dịch chuẩn NaOH 5,0 N.
- Hiệu chỉnh kết quả theo độ pha loãng do việc thêm thể tích (nếu có).

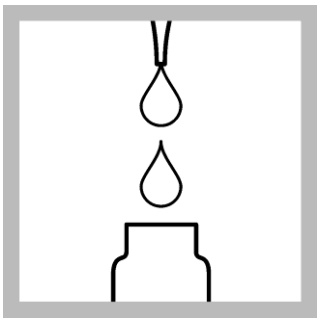
Quy trình ống nghiệm Test ‘N Tube™



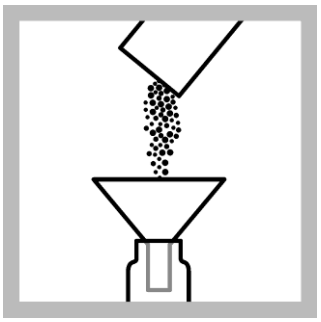
1. Khởi chạy chương trình 343, N, Ammonia HR TNT. Thông tin về cuvet/giá giữ cuvet/bộ chuyển đổi/tấm chắn sáng xem phần “Thông tin theo từng thiết bị” trang 1.



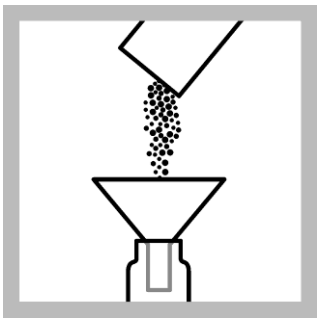
2. Chuẩn bị mẫu trắng: Thêm 0,1 mL amoniac vào một ống nghiệm chứa thuốc thử AmVer™ Diluent cho bộ thuốc thử Test ‘N Tube™ dải cao – amoniac–nitơ.



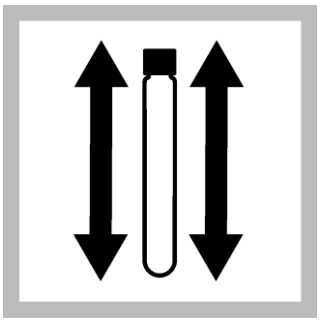
3. Chuẩn bị mẫu: Thêm 0,1 mL mẫu vào một ống nghiệm chứa thuốc thử AmVer™ Diluent cho bộ thuốc thử Test ‘N Tube™ dải cao – amoniac–nitơ.



4. Thêm 1 gói bột thuốc thử salicylat amoniac (Ammonia Salicylate Reagent Powder Pillow)



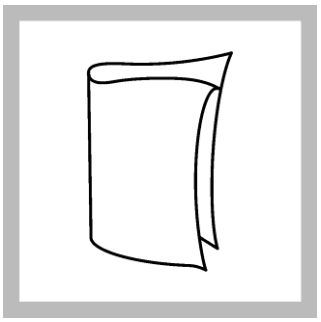
5. Thêm 1 gói bột thuốc thử xyanurat amoniac vào mỗi ống nghiệm..



6. Đậy nắp ống nghiệm ở cả hai ống. Lắc trộn kỹ để hoà tan bột.



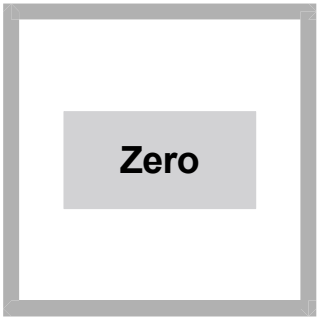
7. Bấm hẹn giờ trên máy. Thời gian phản ứng 20 phút bắt đầu.



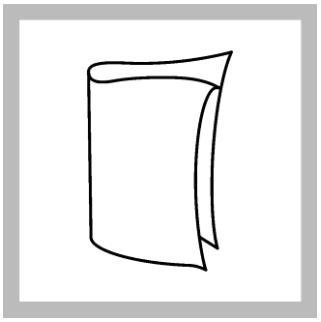
8. Làm sạch ống nghiệm mẫu trắng (lau sạch bên ngoài ống nghiệm).



9. Đặt ống nghiệm mẫu trắng vào giá giữ cuvet 16 mm.



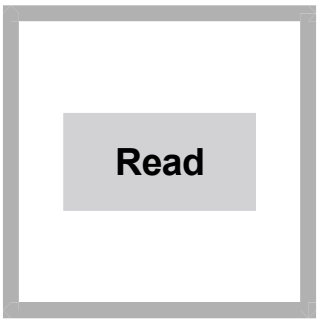
10. Bấm ZERO (đặt 0). Màn hình hiển thị 0,0 mg/L NH_3–N.



11. Làm sạch ống nghiệm mẫu (lau sạch bên ngoài ống nghiệm).



12. Đặt ống nghiệm mẫu vào giá giữ cuvet 16 mm.



13. Bấm READ (đo/đọc). Kết quả hiển thị theo mg/L NH_3–N.

Nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức gây nhiễu
Canxi	50.000 mg/L tính theo $CaCO_3$
Sắt	Mọi mức. Hiệu chỉnh nhiễu sắt như sau: **1.** Dùng một quy trình “Sắt tổng” để đo nồng độ sắt của mẫu **2.** Dùng dung dịch chuẩn sắt thêm vào mẫu trắng nước khử ion để mẫu trắng có cùng nồng độ sắt như mẫu. Khi đó nhiễu sắt sẽ bị triệt trong kết quả phép thử.
Magiê	300,000 mg/L tính theo $CaCO_3$
Monocloramin	Monocloramin trong nước uống khử trùng bằng clo gây nhiễu trực tiếp ở mọi mức và cho kết quả cao. Hãy dùng phương pháp Amoniac tự do & Monocloramin để xác định amoniac tự do trong nền mẫu này.
Nitra	5000 mg/L tính theo NO_3^-–N
Nitrit	600 mg/L tính theo NO_2^-–N
pH	Điều chỉnh mẫu axit/kiềm về xấp xỉ pH 7. Dùng NaOH 1 N cho mẫu axit và HCl 1 N cho mẫu kiềm.
Photphat	5000 mg/L tính theo PO_4^{3-}–P
Sunfat	6000 mg/L tính theo SO_4^{2-}

Interfering substance	Interference level
Sunfua	Sunfua làm tăng cường màu. Loại nhiễu sunfua: **1.** Đong ~350 mL mẫu vào bình tam giác 500 mL. **2.** Thêm 1 gói thuốc thử ức chế sunfua dạng bột, lắc trộn. **3.** Lọc qua giấy lọc gấp nếp rồi lọc lại. **4.** Dùng mẫu đã xử lý để thử.
Các chất khác	Nhiễu ít gặp như hydrazin và glycin có thể làm tăng cường màu trong mẫu đã chuẩn bị. Độ đục và/hoặc màu cũng có thể cho kết quả cao. Mẫu nhiễu nặng có thể cần chưng cất theo quy trình kèm bộ chưng cất.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm chuẩn

Dùng phương pháp thêm chuẩn (đối với thiết bị phù hợp) để xác nhận quy trình, thuốc thử và thiết bị, đồng thời kiểm tra mẫu có nhiễu hay không.

Vật tư cần chuẩn bị

- Chuẩn amoniac–nitơ dạng ống ampul, 150 mg/L NH_3–N
- Dụng cụ bẻ ống ampul
- Pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL và đầu tip
- Ống đong trộn 25 mL (3 cái)

1. Dùng quy trình phép thử để đo nồng độ mẫu, sau đó giữ lại mẫu (chưa thêm chuẩn) trong thiết bị.
2. Vào mục Standard Additions (Thêm chuẩn) trên menu máy.
3. Chọn các giá trị: nồng độ chuẩn, thể tích mẫu, và thể tích thêm chuẩn.
4. Mở dung dịch chuẩn.
5. Chuẩn bị 3 mẫu thêm chuẩn: dùng pipet TenSette thêm lần lượt 0,2 mL; 0,4 mL; 0,8 mL dung dịch chuẩn vào 3 phần 25 mL của mẫu tươi. Trộn đều.
6. Dùng quy trình phép thử đo nồng độ từng mẫu đã thêm chuẩn. Bắt đầu từ mức thêm chuẩn nhỏ nhất. Đo từng mẫu trong thiết bị.

   Chọn Graph để so sánh kết quả kỳ vọng và kết quả thực tế.
7. ***Ghi chú:*** *Nếu kết quả thực lệch đáng kể, kiểm tra thao tác đo thể tích mẫu và thể tích thêm chuẩn có chính xác không. Nếu kết quả ngoài giới hạn chấp nhận, mẫu có thể có nhiễu.*

Phương pháp dung dịch chuẩn

Dùng dung dịch chuẩn để kiểm tra/đánh giá quy trình, thuốc thử và thiết bị.

Vật tư cần chuẩn bị:

- Chuẩn amoniac–nitơ 100 mg/L
- Bình định mức 50 mL, Class A
- Pipet định mức 20 mL, Class A và bóng hút pipet an toàn
- Nước khử ion

1. Chuẩn bị dung dịch chuẩn amoniac–nitơ 40 mg/L:
   a. Dùng pipet thêm 20,0 mL dung dịch chuẩn amoniac–nitơ 100 mg/L vào bình định mức.
   b. Thêm nước khử ion đến vạch, trộn đều. Chuẩn bị dung dịch này mỗi ngày.
2. Dùng quy trình phép thử để đo nồng độ dung dịch chuẩn đã chuẩn bị.

3. So sánh kết quả kỳ vọng và kết quả thực.

Lưu ý: *có thể hiệu chỉnh nhẹ hiệu chuẩn nhà máy bằng tùy chọn standard adjust để máy hiển thị đúng giá trị kỳ vọng của chuẩn; sau đó hiệu chuẩn này sẽ được dùng cho mọi phép thử. Việc hiệu chỉnh có thể cải thiện độ đúng khi thuốc thử/thiết bị có sai khác nhỏ.*

Hiệu năng phương pháp

Dữ liệu về hiệu năng phương pháp dưới đây được xây dựng từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm, đo bằng máy quang phổ (spectrophotometer) trong điều kiện thử nghiệm lý tưởng. Người dùng có thể thu được kết quả khác nhau khi điều kiện thử nghiệm thay đổi.

Chương trình	Chuẩn	Độ chụm (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy (ΔC ứng với ΔAbs = 0,010)
343	40.00 mg/L NH_3–N	38.1–41.9 mg/L NH_3–N	0.312 mg/L NH_3–N

Tóm tắt nguyên lý

Các hợp chất amoniac kết hợp với clo tạo thành monocloramin. Monocloramin phản ứng với salicylat tạo 5-aminosalicylat. Natri nitroprussiat xúc tác tạo màu. Màu xanh được che lấp bởi màu vàng do thuốc thử dư gây ra để tạo màu xanh lục.

Bước sóng đo: 655 nm đối với máy quang phổ (spectrophotometer) hoặc 610 nm đối với máy so màu (colorimeter).

Phòng ngừa ô nhiễm & quản lý chất thải

Thuốc thử salicylat amoniac có chứa natri nitroferrocyanid; khi phân hủy/tiêu hủy, có thể chuyển thành xyanua tổng và có thể ảnh hưởng đến giới hạn xyanua tổng trong nước thải.

Thải bỏ dung dịch sau phản ứng theo quy định địa phương/tỉnh bang/liên bang.

Vật tư tiêu hao & vật tư thay thế

Thuốc thử bắt buộc

Mô tả	Lượng dùng/ phép thử	Đơn vị	Mã hàng
Bộ thuốc thử Amoniac–Nitơ, dải cao, ống nghiệm Test 'N Tube™ AmVer®	2	25 phép thử	2606945

Dụng cụ bắt buộc

Mô tả	Lượng dùng/ phép thử	Đơn vị	Mã hàng
Phễu vi mô (phễu nhỏ), nhựa	1	cái	2584335
Pipet, TenSette®, 0.1–1.0 mL	1	cái	1970001
Đầu tip cho pipet TenSette® 0,1–1,0 mL	2	50 cái/gói	2185696
Giá đặt ống nghiệm	1	cái	1864100

Chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã hàng
Dung dịch chuẩn Amoniac–Nitơ, 10 mg/L NH_3–N	500 mL	15349
Dung dịch chuẩn Amoniac–Nitơ, 100 mg/L NH_3–N	500 mL	2406549
Ống ampul Voluette® Amoniac–Nitơ 10 mL, 150 mg/L NH_3–N	16 ống/hộp	2128410
Ống ampul Voluette® Amoniac–Nitơ 10 mL, 50 mg/L NH_3–N	16 ống/hộp	1479110
Dung dịch chuẩn nước thải đầu ra, đa chỉ tiêu (NH_3–N, NO_3–N, PO_4^{3-}, COD, SO_4^{2-}, TOC)	500 mL	2833249
Nước khử ion	4 L	27256

Thuốc thử & dụng cụ tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã hàng
Ống đong chia độ 25 mL	cái	2088640
Bộ dụng cụ chưng cất, đa mục đích	cái	2265300
Giấy lọc gấp nếp 3–5 µm, 12,5 cm	100 tờ/gói	69257
Đầu tip cho pipet TenSette® 0,1–1,0 mL	1000 cái/hộp	2185628
Dụng cụ bẻ ống ampul Voluette® 10 mL	cái	2196800
Phễu nhựa, 65 mm	cái	108367
Dung dịch chuẩn HCl, 1 N	1000 mL	2321353
Dung dịch chuẩn NaOH, 1,0 N	100 mL MDB	104532
Gói bột thuốc thử ức chế sunfua	100 hộp/gói	241899
Dung dịch NaOH, 5 N	50 mL	245026
Natri thiosunfat 0,1 N	100 mL	32332

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, 1989–2015, 2024. All rights reserved.

11/2024, Edition 11