

Phương pháp s-TKN™

Phương pháp

1 đến 16 mg/L TKN

10242_{1,2} TNTplus® 880

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho nước và nước thải. Cần tiến hành phân hủy mẫu.

- 1 Phiên bản 1.2, Tháng 3 năm 2022
- 2 Phương pháp này tương đương với tiêu chuẩn USEPA theo 40 CFR 136.6 với Phương pháp EPA 351.2 và Hach 10242, Phiên bản 1.1, ngày 10 tháng 1 năm 2013 như đã công bố tại 40 CFR phần 136.



Chuẩn bị kiểm tra

Thông tin theo từng thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả thiết bị có chương trình cho phép thực hiện kiểm tra này. Bảng cũng ghi chú yêu cầu về bộ chuyển đổi và tấm chắn sáng đối với các thiết bị có thể sử dụng ống TNTplus.

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

Bảng 1 Thông tin thiết bị cho ống TNTplus

| Thiết bị | Bộ chuyển đổi | Tấm chắn ánh sáng |
|----------------|--------------------------|-------------------|
| DR6000, DR5000 | — | — |
| DR3900 | — | LZV849 |
| DR3800, DR2800 | — | LZV646 |
| DR1900 | 9609900 hoặc 9609800 (A) | — |

Trước khi bắt đầu

DR3900, DR3800, DR2800: Hãy lắp tấm chắn ánh sáng vào khoang chứa số 2 trước khi tiến hành thử nghiệm này.

Vui lòng kiểm tra thông tin an toàn và ngày hết hạn trên bao bì.

Nhiệt độ mẫu phải nằm trong khoảng 15–25 °C (59–77 °F) để đảm bảo kết quả chính xác.

Đặt nhiệt độ lò phản ứng ở 120 °C (248 °F). Giữ ống phản ứng trong lò 30 phút để thực hiện quá trình phân hủy. Nếu nhiệt độ thấp hơn hoặc thời gian phân hủy ngắn hơn sẽ cho kết quả không chính xác.

Nhiệt độ bảo quản hóa chất nên giữ ở mức 15–25 °C (59–77 °F).

Mẫu cần được bảo quản bằng axit theo hướng dẫn tại Thu thập và lưu trữ mẫu trang 2. Đảm bảo điều chỉnh pH và nhiệt độ trước khi phân tích. Lưu ý: Mẫu đã bảo quản không thể dùng để xác định nồng độ nitrit. Nitrit có thể bị oxi hóa thành nitrat trong mẫu đã bảo quản.

pH mẫu phải nằm trong khoảng 3–10 để đảm bảo kết quả chính xác.

Độ đục nhẹ sẽ không ảnh hưởng.

Nếu mẫu có độ đục cao, nên để lắng hoặc lọc qua màng lọc 0,45 µm.

Dung dịch Natri Hydroxide A và Viên Ôxy hóa B—Hãy đóng nắp mỗi chai ngay sau khi sử dụng.

Ống phản ứng 20 mm có thể dùng cho 7 lần kiểm tra. Sau mỗi lần sử dụng, cần vệ sinh ống kỹ bằng bàn chải và nước, sau đó rửa lại bằng nước cất chất lượng cao và để khô.

Nồng độ nitrit có thể xác định bằng thuốc thử nitrit trên mẫu chưa bảo quản. Xác định nồng độ nitrit (TNT839/TNT840) rồi trừ giá trị này khỏi kết quả s-TKN.

Nồng độ tổng nitơ phải trong khoảng 1 đến 16 mg/L N. Nồng độ kết hợp nitrat/nitrit phải nằm trong khoảng 0,23 đến 13,5 mg/L N. Nếu cần, hãy pha loãng mẫu.

DR1900: Vào All Programs>LCK hoặc TNTplus Methods>Options để chọn số TNTplus cho phép kiểm tra. Các thiết bị khác sẽ tự động nhận phương pháp từ mã vạch trên ống nghiệm.

Hãy xem kỹ Bảng Dữ liệu An toàn Hóa chất (MSDS/SDS) của các hóa chất sử dụng. Đảm bảo trang bị đầy đủ thiết bị bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.

Xử lý dung dịch đã phản ứng theo đúng quy định của địa phương, bang và liên bang. Để biết thông tin xử lý cho hóa chất chưa sử dụng, hãy tham khảo Bảng Dữ liệu An toàn Hóa chất. Nếu cần thêm thông tin về việc xử lý, hãy liên hệ bộ phận quản lý môi trường, an toàn và sức khỏe tại cơ sở của bạn hoặc các cơ quan quản lý địa phương.

Vật dụng cần chuẩn bị

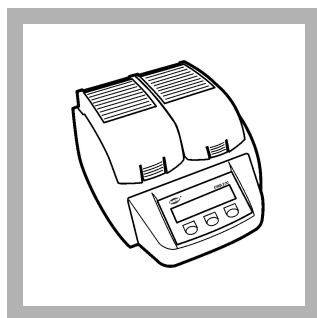
| Mô tả | Số lượng |
|--|----------|
| Bộ thuốc thử s-TKN TNTplus® | 1 |
| Thiết bị phản ứng DRB200 với giếng 20 mm | 1 |
| Ống hút thể tích thay đổi, 1.0–5.0 mL | 1 |
| Pipet điều chỉnh thể tích, 0,1–1,0 mL | 1 |
| Đầu pipet | 1 |
| Giá ống nghiệm | 1 |

Xem mục [Vật tư tiêu hao và linh kiện thay thế](#) ở trang 5 để biết thông tin đặt hàng.

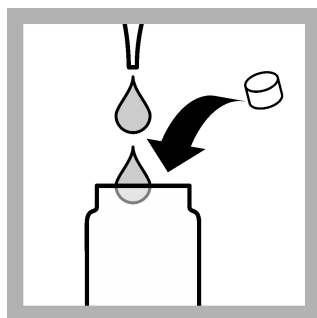
Thu thập và bảo quản mẫu

- Thu mẫu vào chai thủy tinh hoặc nhựa sạch.
- Điều chỉnh pH mẫu xuống dưới 2 bằng axit sulfuric đậm đặc (khoảng 2 mL cho mỗi lít).
- Bảo quản mẫu ở nhiệt độ không quá 6 °C (43 °F) tối đa 28 ngày.
- Trước khi phân tích, để mẫu về nhiệt độ phòng.
- Trước khi phân tích, điều chỉnh pH về 7 bằng dung dịch natri hydroxit 5 N.
- Hiệu chỉnh kết quả kiểm tra theo lượng pha loãng do thêm thể tích.

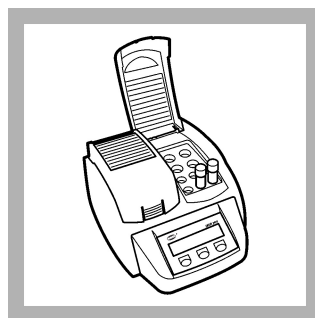
Quy trình phân tích



1. Bật nguồn cho thiết bị phản ứng DRB200. Đặt nhiệt độ ở 120 °C (248 °F).



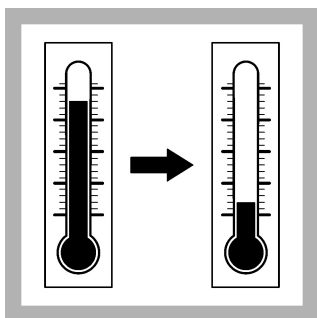
2. Thêm 1,3 mL mẫu, 1,3 mL Dung dịch A và 1 viên Reagent B liên tiếp vào ống phản ứng 20 mm khô. Đóng nắp ống phản ứng ngay lập tức. Không lắc đảo ống.



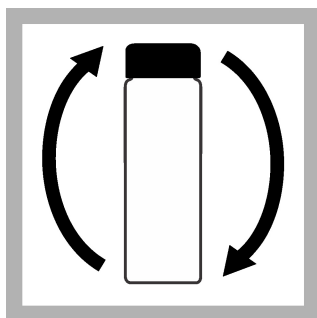
3. Đặt ống phản ứng vào lò phản ứng DRB200 đã được làm nóng trước. Đóng nắp thiết bị lại.



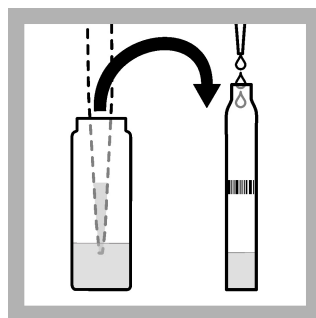
4. Giữ ống phản ứng trong lò phản ứng trong vòng 30 phút.



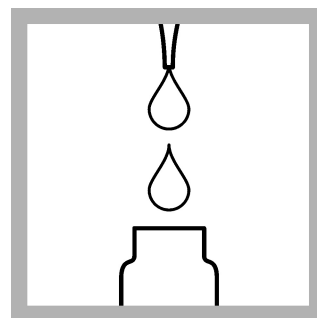
5. Khi hết thời gian, nhẹ nhàng lấy ống phản ứng ra khỏi thiết bị phản ứng. Để ống phản ứng nguội về nhiệt độ phòng.



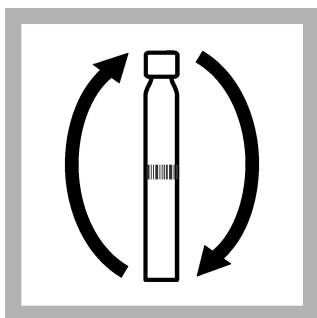
6. Lật ngược ống phản ứng 2-3 lần.



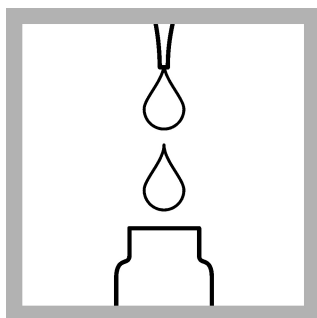
7. Dùng pipet để từ từ lấy 0,5 mL mẫu đã phân giải từ ống phản ứng 20 mm cho vào ống nghiệm số 1 (nhãn đỏ).



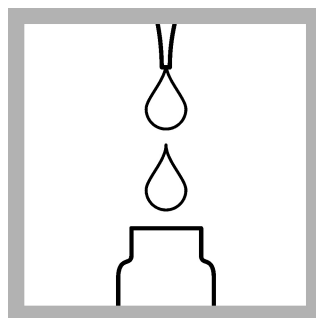
8. Dùng pipet để nhỏ chậm 0,2 mL dung dịch D vào ống nghiệm số 1 (nhãn đỏ).



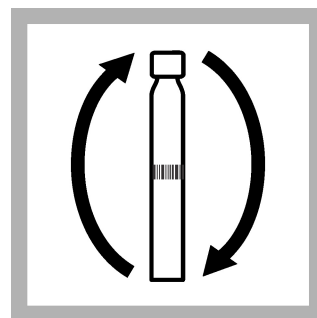
9. Nhanh tay vặn chặt nắp ống nghiệm và lắc đều cho đến khi hòa tan hoàn toàn. Tiếp tục ngay sang bước tiếp theo.



10. Dùng pipet để từ từ lấy 1,0 mL mẫu chưa phân giải cho vào ống nghiệm số 2 (nhãn xanh lá).



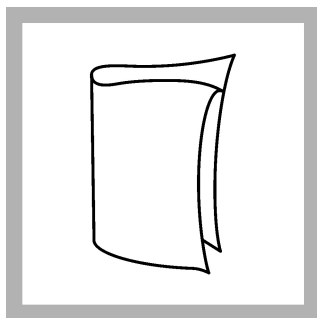
11. Dùng pipet để nhỏ chậm 0,2 mL dung dịch D vào ống nghiệm số 2 (nhãn xanh lá).



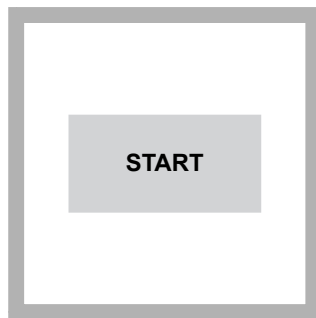
12. Đóng chặt nắp ống nghiệm, lắc đều cho đến khi dung dịch hòa quyện hoàn toàn.



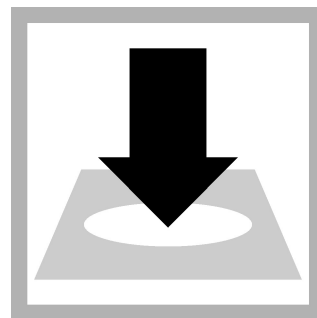
13. Bắt đầu thời gian phản ứng trong 15 phút.



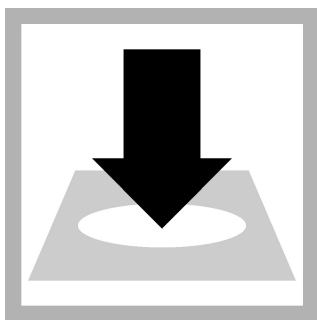
14. Khi hết thời gian, vệ sinh các ống nghiệm.



15. Chỉ dành cho DR1900: Chọn chương trình 880. Xem [Hướng dẫn trước khi bắt đầu](#) ở trang 1.



16. Đặt ống nghiệm số 1 (nhãn đỏ) vào giá đỡ. Chỉ dành cho DR1900: Nhấn **READ1**. Tiến hành ngay bước tiếp theo.



17. Đặt ống nghiệm số 2 (nhãn màu xanh lá) vào giá giữ ống. Chỉ dành cho DR1900: Nhấn **READ2**.
Kết quả hiển thị theo mg/L Tổng N, mg/L NO₃-N + NO₂-N và mg/L TKN.

Các yếu tố gây nhiễu

Nồng độ chất hữu cơ dễ oxy hóa (COD) cao có thể làm thay đổi màu thuốc thử và cho kết quả cao. Chỉ nên áp dụng quy trình thử nghiệm này cho nước thải khi chỉ số COD nhỏ hơn 500 mg/L. Trong phản ứng có thể xuất hiện màu hồng nhạt, nhưng màu này không ảnh hưởng đến kết quả phân tích.

Bảng 2 cho thấy các ion đã được kiểm tra riêng lẻ ở các nồng độ quy định và không gây nhiễu. Không phát hiện tác động cộng gộp hoặc ảnh hưởng từ các ion khác.

Bảng 2 Các chất không gây nhiễu

| Chất gây nhiễu | Mức độ gây nhiễu |
|------------------------------|------------------|
| Cd ²⁺ | 50 mg/L |
| Ca ²⁺ | 50 mg/L |
| Cl ⁻ | 500 mg/L |
| Cr ⁶⁺ | 5 mg/L |
| Co ²⁺ | 10 mg/L |
| Cu ²⁺ | 50 mg/L |
| Fe ²⁺ | 10 mg/L |
| Fe ³⁺ | 50 mg/L |
| Pb ²⁺ | 50 mg/L |
| Ni ²⁺ | 50 mg/L |
| NO ₂ ⁻ | 2 mg/L |
| K ⁺ | 500 mg/L |
| Ag ⁺ | 100 mg/L |
| Na ⁺ | 500 mg/L |
| Sn ²⁺ | 50 mg/L |
| Zn ²⁺ | 50 mg/L |

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp dung dịch chuẩn

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

Những vật dụng cần thu thập:

- Dung dịch tiêu chuẩn nước thải, thông số hỗn hợp (kết quả mong đợi: 7,56 mg/L Tổng N, 4 mg/L $\text{NO}_3\text{-N}$ + $\text{NO}_2\text{-N}$, 3,56 mg/L TKN)
 - Làm theo quy trình kiểm tra để xác định nồng độ của dung dịch tiêu chuẩn.
 - So sánh kết quả thực tế với giá trị mong đợi. Dung dịch tiêu chuẩn nước thải này có chứa thành phần bổ sung 1,56 mg/L N vào giá trị Tổng N và TKN. Đây là lượng bổ sung ngoài 2 mg/L $\text{NH}_3\text{-N}$ và 4 mg/L $\text{NO}_3\text{-N}$ đã ghi trên nhãn.

Tóm tắt phương pháp

Tổng Nitơ Kjeldahl (TKN) là tổng của nitơ hữu cơ và amoniac. Ở phương pháp TKN đơn giản hóa, nitơ vô cơ và nitơ hữu cơ được oxy hóa thành nitrat nhờ quá trình phân hủy với peroxodisulfat. Các ion nitrat phản ứng với 2,6-dimethylphenol trong dung dịch axit sulfuric và axit phosphoric tạo thành nitrophenol. Các dạng nitơ oxy hóa có trong mẫu gốc (nitrit + nitrat do bảo quản mẫu) sẽ được xác định ở ống nghiệm thứ hai và sau đó lấy hiệu trừ để ra giá trị TKN.

Vật tư tiêu hao và linh kiện thay thế

Hóa chất cần thiết

| Mô tả | Số lượng/lần thử | Đơn vị | Mã sản phẩm |
|--|------------------|--------|-------------|
| Bộ thuốc thử TKN đơn giản (s-TKN) TNTplus® | 1 | 25/bộ | TNT880 |

Thiết bị cần thiết

| Mô tả | Số lượng/lần thử | Đơn vị | Mã sản phẩm |
|--|------------------|-------------|-------------|
| Bộ gia nhiệt DRB200, tùy chọn 115 VAC, 9 x 13 mm + 2 x 20 mm, 1 khối | 1 | cái | DRB200-01 |
| Bộ gia nhiệt DRB200, tùy chọn 230 VAC, 9 x 13 mm + 2 x 20 mm, 1 khối | 1 | cái | DRB200-05 |
| Micropipet điều chỉnh thể tích, 1,0–5,0 mL | 1 | cái | BBP065 |
| Đầu tip cho micropipet 1,0–5,0 mL | 1 | 75 cái/gói | BBP068 |
| Micropipet điều chỉnh thể tích, 0,1–1,0 mL | 1 | cái | BBP078 |
| Đầu tip cho micropipet 0,1–1,0 mL | 2 | 100 cái/gói | BBP079 |
| Giá để ống nghiệm cho lọ 20 mm, 20 vị trí | 1 | cái | 2497912 |
| Giá để ống nghiệm cho lọ 20 mm, 40 vị trí | 1 | cái | 2497902 |
| Tấm chắn sáng, dùng cho DR3800, DR2800, DR2700 | 1 | cái | LZV646 |
| Tấm chắn sáng, dùng cho DR3900 | 1 | cái | LZV849 |

Tiêu chuẩn khuyến nghị

| Mô tả | Đơn vị | Mã sản phẩm |
|---|--------|-------------|
| Dung dịch chuẩn nước thải, thông số tổng hợp, dành cho $\text{NH}_3\text{-N}$, $\text{NO}_3\text{-N}$, PO_4^{3-} , COD, SO_4^{2-} , TOC | 500 mL | 2833249 |

Thuốc thử và thiết bị tùy chọn

| Mô tả | Đơn vị | Mã sản phẩm |
|---|-------------|-------------|
| Màng lọc, 0,45 micron, 25 mm | 100 cái/gói | 2514101 |
| Giá đỡ màng lọc, 25 mm, dùng cho bơm tiêm loại Luer | cái | 246800 |
| Chai lấy mẫu có nắp, chất liệu polyethylene mật độ thấp, 500 mL | 12/cái | 2087079 |
| Dung dịch chuẩn Natri Hydroxit, 5.0 N | 1 L | 245053 |

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

| Mô tả | Đơn vị | Mã sản phẩm |
|--|---------------|--------------------|
| Axit Sunfuric, đậm đặc, tiêu chuẩn ACS | 500 mL | 97949 |
| Bơm tiêm 10 cc, đầu nối Luer-Lock | cái | 2202400 |
| Ống nghiệm phân hủy, 20 mm | 5/bao | LZP065 |



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