Nitrat

DOC316.32.01067

Phương pháp khử cadimi

Phương pháp 8192

0,01 đến 0,50 mg/L NO_3^-–N (LR)

Gói thuốc thử dạng bột

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

Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin theo từng thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình cho phép thực hiện thử nghiệm này. Bảng cũng cung cấp thông tin về loại ống mẫu và cách đặt, cũng như yêu cầu cho các phép thử thêm thuốc thử, ví dụ như dùng gói bột hoặc thuốc thử rời.

Để sử dụng bảng, chọn thiết bị, sau đó xem các thông tin liên quan đến thử nghiệm này ở cùng hàng.

Bảng 1 Thông tin theo thiết bị

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

Trước khi bắt đầu

Hãy lắp nắp che vào giá giữ ống DR 900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ.

Để kết quả chính xác nhất, hãy đo giá trị trắng thuốc thử cho mỗi lô mới. Thay mẫu thử bằng nước đã khử ion trong quy trình kiểm tra để xác định giá trị trắng thuốc thử. Dùng chức năng hiệu chỉnh trắng thuốc thử để tự động trừ giá trị này khỏi kết quả mẫu.

Phương pháp này đòi hỏi kỹ thuật chính xác. Thời gian và cách lắc sẽ ảnh hưởng đến sự phát triển màu. Để thu được kết quả tin cậy, hãy sử dụng dung dịch chuẩn nằm trong thang đo và thực hiện kiểm tra nhiều lần. Tăng hoặc giảm thời gian lắc để đạt kết quả mong muốn, và dùng thời gian lắc đã điều chỉnh cho các phép đo mẫu.

Các hóa chất trong thử nghiệm này có chứa cadimi. Rửa sạch ống mẫu ngay sau khi sử dụng để loại bỏ hết các hạt cadimi. Thu gom các mẫu đã phản ứng để xử lý an toàn.

Sau khi thuốc thử tan, sẽ còn lại cặn kim loại chưa bị oxy hóa ở đáy ống mẫu. Cặn này không ảnh hưởng đến kết quả.

Ánh sáng UV sẽ làm mẫu đã chuẩn bị chuyển sang màu vàng. Hãy giữ mẫu tránh ánh nắng trực tiếp.

Hãy đọc Bảng Dữ liệu An toàn Hóa chất (MSDS/SDS) cho các hóa chất sử dụng. Sử dụng đầy đủ trang thiết bị bảo hộ cá nhân được khuyến nghị.

Xử lý dung dịch đã phản ứng theo quy định của địa phương, bang và liên bang. Xem Bảng Dữ liệu An toàn Hóa chất để biết cách xử lý thuốc thử chưa sử dụng. Tham khảo bộ phận môi trường, an toàn và sức khỏe tại cơ sở của bạn hoặc các cơ quan quản lý địa phương để biết thêm thông tin về xử lý.

Các vật dụng cần chuẩn bị

Mô tả	Số lượng
Gói bột phản ứng NitraVer® 6 Nitrate, 10 mL	1
Gói bột phản ứng NitriVer® 3 Nitrite, 10 mL	1
Xy lanh chia vạch, 25 mL	1
Ống chứa mẫu (Để biết thêm về ống, bộ chuyển đổi hoặc chắn sáng, vui lòng xem Thông tin thiết bị cụ thể trang 1.)	2

Xem Vật tư tiêu hao và sản phẩm thay thế ở trang 6 để biết thông tin đặt hàng.

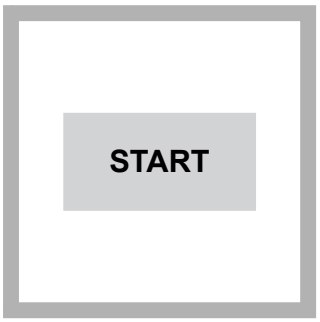
Lấy mẫu và bảo quản mẫu

- Hãy thu mẫu vào chai thủy tinh hoặc nhựa sạch.
- Phân tích mẫu càng sớm càng tốt để có kết quả chính xác nhất.
- Nếu không thể phân tích ngay, hãy lọc mẫu ngay lập tức và giữ ở nhiệt độ không quá 6 °C (43 °F), tối đa 48 giờ.
- Để bảo quản mẫu đến 28 ngày, điều chỉnh pH xuống 2 hoặc thấp hơn bằng axit sulfuric đậm đặc (khoảng 2 mL mỗi lít) và giữ ở nhiệt độ không quá 6 °C (43 °F). Khi đó, kết quả sẽ bao gồm cả nitrat và nitrit.
- Để mẫu trở về nhiệt độ phòng trước khi phân tích.
- Trước khi phân tích, điều chỉnh pH về 7 bằng dung dịch natri hydroxit 5 N.
- Hiệu chỉnh kết quả xét nghiệm theo sự pha loãng do thêm thể tích hóa chất.

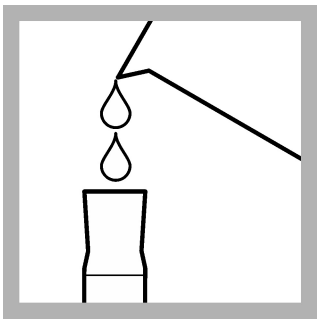
Quy trình sử dụng gói bột thử

⚠ LƯU Ý

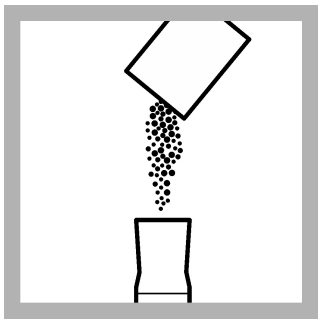
Tiếp xúc với chất thải nguy hại. Mẫu đã chuẩn bị có chứa cadimi. Hãy tham khảo bảng dữ liệu an toàn hóa chất (SDS) để biết hướng dẫn xử lý an toàn và tiêu hủy. Tuân thủ mọi quy định về xử lý chất thải tại địa phương và khu vực.



1. Khởi động chương trình **351 N, Nitrate LR**. Để biết thông tin về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy tham khảo Thông tin cụ thể về thiết bị ở trang 1.



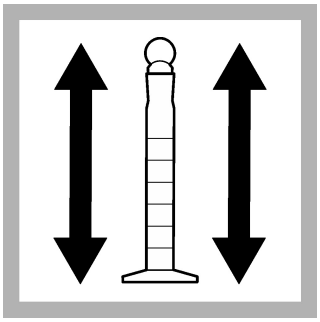
2. Rót 15 mL mẫu vào ống trộn.



3. Thêm toàn bộ một gói bột thuốc thử NitraVer 6 vào ống, rồi đậy nắp lại.



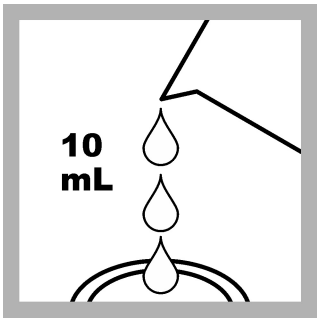
4. Bắt đầu hẹn giờ trên thiết bị. Thời gian phản ứng sẽ diễn ra trong 3 phút.



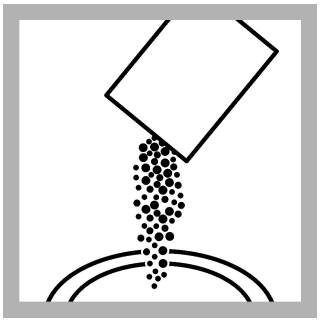
5. Lắc mạnh ống nghiệm trong suốt quá trình phản ứng. Có thể sẽ còn một ít bột không tan hết.



6. Khi hết thời gian, hãy khởi động lại bộ đếm giờ. Thời gian phản ứng 2 phút bắt đầu.



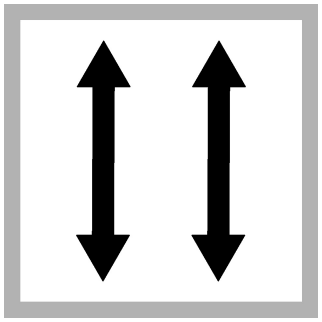
7. Chuẩn bị mẫu: Khi hết thời gian đếm, hãy cẩn thận rót 10 mL mẫu vào ống nghiệm. Không để các hạt cadmium lẫn vào ống nghiệm mẫu.



8. Thêm toàn bộ gói bột NitriVer 3 vào ống nghiệm mẫu đã chuẩn bị.



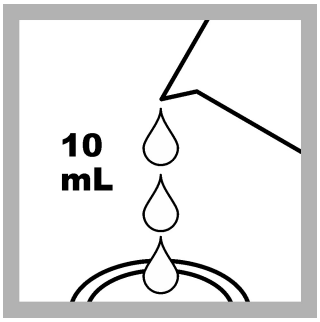
9. Bắt đầu bộ đếm thời gian của thiết bị. Thời gian phản ứng 30 giây sẽ bắt đầu.



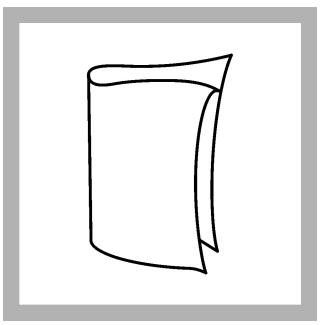
10. Đậy nắp ống mẫu lại. Nhẹ nhàng lắc đều trong suốt 30 giây. Nếu trong mẫu có nitrat, dung dịch sẽ chuyển sang màu hồng.



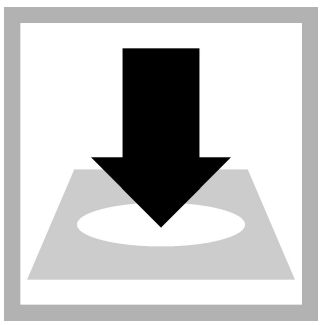
11. Bắt đầu bộ đếm thời gian trên thiết bị. Thời gian phản ứng kéo dài 15 phút.



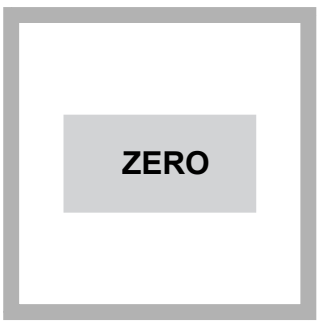
12. Chuẩn bị mẫu trắng: Khi bộ đếm thời gian kết thúc, rót 10 mL mẫu gốc vào ống mẫu thứ hai.



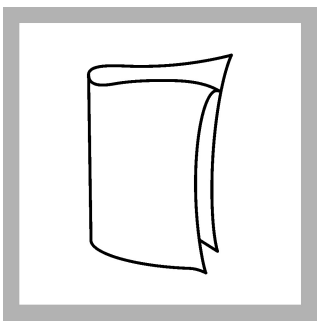
13. Vệ sinh ống mẫu trắng.



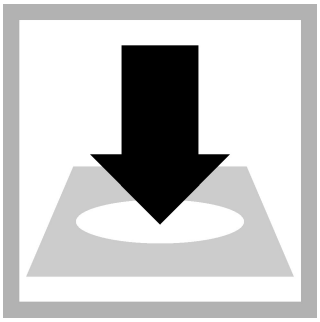
14. Đặt ống mẫu trắng vào giá giữ mẫu.



15. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị 0,00 mg/L NO_3^-–N.



16. Vệ sinh sạch ống mẫu đã chuẩn bị.



17. Đặt mẫu đã chuẩn bị vào giá đỡ tế bào.



18. Nhấn **READ**. Kết quả hiển thị bằng mg/L NO_3^-–N.

Những yếu tố gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Canxi	100 mg/L
Clorua	Nồng độ clorua vượt quá 100 mg/L sẽ cho kết quả thấp. Có thể sử dụng xét nghiệm ở nồng độ clorua cao (nước biển) nếu hiệu chuẩn bằng các mẫu chuẩn có cùng nồng độ clorua như mẫu thử (xem Hiệu chuẩn nước biển ở trang 4).
Sắt ba	Gây nhiễu ở mọi mức độ
Nitrit	Gây nhiễu ở mọi mức độ Khắc phục ảnh hưởng của nitrit theo hướng dẫn sau: 1. Nhỏ từng giọt dung dịch Bromine Water 30 g/L vào mẫu cho đến khi xuất hiện màu vàng. 2. Tiếp tục thêm 1 giọt dung dịch Phenol 30 g/L để loại bỏ màu. 3. Làm theo quy trình kiểm tra để xác định nồng độ mẫu đã xử lý. Báo cáo kết quả là tổng nitrat và nitrit.
Mẫu có độ đệm cao hoặc pH mẫu vượt ngưỡng	Có thể làm các hóa chất không điều chỉnh được pH mẫu chính xác. Có thể cần tiền xử lý mẫu.
Chất oxy hóa mạnh và chất khử mạnh	Gây nhiễu ở mọi mức độ
Ảnh hưởng từ ánh sáng mặt trời trực tiếp	Ánh sáng UV làm đổi màu mẫu đã chuẩn bị sang vàng. Giữ mẫu tránh ánh sáng mặt trời trực tiếp.

Hiệu chuẩn nước biển

Nồng độ clorua trên 100 mg/L sẽ cho kết quả thấp. Để sử dụng phương pháp này cho mẫu có hàm lượng clorua cao, hãy hiệu chuẩn thiết bị bằng dung dịch chuẩn nitrat chứa cùng lượng clorua như mẫu. Chuẩn bị các dung dịch chuẩn có chứa clorua và 0,05; 0,1; 0,25 và 0,50 mg/L nitrat (tính theo NO_3^-–N) như sau:

1. Chuẩn bị 1 lít nước clorua có cùng nồng độ clorua như mẫu phân tích.
   a. Cân lượng natri clorua loại ACS phù hợp: (nồng độ clorua trong mẫu tính bằng g/L) x (1.6485) = số gam NaCl cần cho mỗi lít.
      Lưu ý: *18,8 g/L là nồng độ clorua điển hình của nước biển.*
   b. Cho natri clorua vào bình định mức 1 lít.
   c. Pha loãng đến vạch bằng nước khử ion. Khuấy đều. Dùng nước này làm nước pha loãng để chuẩn bị các dung dịch chuẩn nitrat.
2. Dùng pipet nhỏ lần lượt 0,5; 1,0; 2,5 và 5,0 mL dung dịch chuẩn nitrat-nitơ (NO_3^-–N) 10 mg/L vào bốn bình định mức 100 mL loại A khác nhau.
3. Pha loãng đến vạch bằng nước clorua đã chuẩn bị. Khuấy đều. Phương pháp khử cadmium để xác định nitrat (0,50 mg/L)

4. Tiến hành quy trình kiểm tra cho từng dung dịch chuẩn và nước clorua đã pha (áp dụng cho 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 nồng độ clorua cao.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm chuẩn (thêm mẫu chuẩn)

Sử dụng phương pháp thêm chuẩn (với các thiết bị phù hợp) để xác minh quy trình kiểm tra, hóa chất và thiết bị, đồng thời phát hiện có hiện tượng nhiễu trong mẫu hay không.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn Nitrat Nitơ, 100-mg/L NO3 —N
- Bình định mức 50 mL, loại A
- Dụng cụ hút mẫu 6 mL, loại A và quả bóp hút mẫu
- Nước khử ion
- Pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL và đầu pipet
- Xy lanh trộn, 25 mL (3 chiếc)

1. Pha dung dịch chuẩn nitrat nitơ 12 mg/L như sau:
   a. Dùng pipet lấy 6,0 mL dung dịch chuẩn 100 mg/L NO3—N cho vào bình định mức 50 mL.
   b. Bổ sung nước khử ion đến vạch, lắc đều. Chuẩn bị dung dịch này mỗi ngày.
2. Dùng quy trình kiểm tra để xác định nồng độ mẫu, sau đó giữ mẫu (chưa thêm chuẩn) trong thiết bị.
3. Vào mục Thêm Chuẩn trong menu thiết bị.
4. Chọn các giá trị cho nồng độ chuẩn, thể tích mẫu và lượng mẫu chuẩn thêm vào.
5. Chuẩn bị ba mẫu đã thêm chuẩn: sử dụng pipet TenSette thêm lần lượt 0,1 mL, 0,2 mL và 0,3 mL dung dịch chuẩn đã chuẩn bị vào ba phần mẫu tươi, mỗi phần 15 mL. Lắc đều.
6. Dùng quy trình kiểm tra để đo nồng độ từng mẫu đã thêm chuẩn. Bắt đầu với mẫu có lượng chuẩn thêm nhỏ nhất. Đo lần lượt 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 đảm bảo các thể tích mẫu và lượng chuẩn thêm được đo chính xác. Các giá trị này cần phù hợp với lựa chọn trong mục thêm chuẩn của thiết bị. Nếu kết quả nằm ngoài giới hạn cho phép, mẫu có thể bị nhiễu.*

Phương pháp dung dịch chuẩn

Sử dụng phương pháp dung dịch chuẩn để xác thực quy trình thử nghiệm, hóa chất và thiết bị đo.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn Nitrat Nitơ, 10 mg/L NO3—N
- Bình định mức 100 mL, loại A
- Pipet 4 mL, loại A và bóng hút pipet
- Nước khử ion

1. Chuẩn bị dung dịch chuẩn nitrat nitơ 0,40 mg/L như sau:
   a. Dùng pipet lấy 4,00 mL dung dịch chuẩn nitrat nitơ 10 mg/L cho vào bình định mức.
   b. Bổ sung nước khử ion đến vạch mức, lắc đều. Chuẩn bị dung dịch này mỗi ngày.

2. Thực hiện quy trình kiểm tra để đo nồng độ của dung dịch chuẩn đã chuẩn bị.
3. So sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế.
Lưu ý: *Có thể điều chỉnh hiệu chuẩn gốc của thiết bị bằng tùy chọn hiệu chỉnh chuẩn để đồng hồ hiển thị đúng giá trị mong muốn của dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn đã điều chỉnh này sẽ được áp dụng cho tất cả kết quả kiểm nghiệm. Việc điều chỉnh này giúp nâng cao độ chính xác khi có sự thay đổi nhỏ về hóa chất hoặc thiết bị.*

Hiệu suất của phương pháp

Các dữ liệu về hiệu suất phương pháp bên dưới được thu thập từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm với điều kiện lý tưởng bằng máy quang phổ. Kết quả có thể khác nhau tùy theo điều kiện thực tế của người dùng.

Chương trình	Tiêu chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Sự thay đổi nồng độ cho mỗi 0,010 thay đổi Abs
351	0 mg/L NO_3–N	0,35–0,45 mg/L NO_3^-–N	0 mg/L NO_3–N^-

Tóm tắt phương pháp

Kim loại 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 chromotropic tạo thành sản phẩm màu hồng. Bước sóng đo là 507 nm với máy quang phổ hoặc 520 nm với máy đo màu.

Phòng ngừa ô nhiễm và quản lý chất thải

Các mẫu sau khi phản ứng chứa cadimi và phải được xử lý như chất thải nguy hại. Hãy xử lý dung dịch sau phản ứng theo đúng quy định của địa phương, bang và quốc gia.

Vật tư tiêu hao và các phụ kiện thay thế

Thuốc thử cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bộ thuốc thử Nitrat, thang thấp, 10 mL	1	100/gói	2429800
Gồm có:			
Gối bột thuốc thử NitraVer® 6 Nitrat, 10 mL	1	100/gói	2107249
Gối bột thuốc thử NitriVer® 3 Nitrit, 10 mL	1	100/gói	2107169

Dụng cụ cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Xy lanh trộn chia vạch, 25 mL có nút đậy	1	cái	2088640
Nút đậy cho ống nghiệm 18 mm và ống AccuVac Ampuls	2 chiếc	6 cái/hộp	173106

Tiêu chuẩn và thiết bị khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bình định mức Class A, 100 mL, thủy tinh	cái	1457442
Dung dịch chuẩn Nitrate Nitơ, 10.0 mg/L NO3–N	500 mL	30749
Dung dịch chuẩn Nitrate Nitơ, 100 mg/L NO3–N	500 mL	194749
Nước tinh khiết đã khử ion	4 Lít	27256

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Nước Brom, 30 g/L	29 mL	221120
Pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL	cái	1970001
Đầu pipet cho Pipet TenSette® , 0,1–1,0 mL	50/bao	2185696
Đầu pipet cho Pipet TenSette® , 0,1–1,0 mL	1000 cái/gói	2185628
Ống pipet định mức, loại A, 4,00 mL	cái	1451504
Bình định mức, 50 mL	cái	1457441
Bóng bóp an toàn cho pipet	cái	1465100
Dung dịch phenol, 30 g/L	29 mL	211220
Dung dịch chuẩn natri hydroxit, 5,0 N	1 L	245053
Axit sulfuric, đậm đặc, ACS	500 mL	97949
Natri clorua, ACS	454 g	18201H
Pipet TenSette®, 1.0–10.0 mL	cái	1970010
Đầu pipet cho pipet TenSette® loại 1.0–10.0 mL	50/bao	2199796

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, 2019. All rights reserved.

01/2019, Edition 11