Tổng nitơ (TN)

DOC316.32.01085

Phương pháp phân hủy bằng persulfat **Phương pháp 10072**

2 đến 150 mg/L N (HR) **Ống nghiệm Test 'N Tube™**

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

Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin theo từng thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình cho phép thử này. Bảng cũng cho biết yêu cầu về bộ chuyển đổi và tấm chắn sáng đối với các thiết bị có sử dụng chúng. Để dùng bảng này, hãy chọn một thiết bị, sau đó đọc ngang để tìm thông tin áp dụng cho phép thử này.

Bảng 1 Thông tin riêng theo thiết bị cho ống nghiệm thử

Thiết bị	Bộ chuyển đổi	Tấm chắn sáng
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D[1])	—
DR 900	4846400	Nắp che đi kèm theo thiết bị

Trước khi bắt đầu

Lắp nắp che thiết bị lên giá giữ cuvet của DR 900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ.
DR 3900, DR 3800, DR 2800 và DR 2700: Lắp tấm chắn sáng vào ngăn đo số 2 trước khi bắt đầu phép thử này.
Phải thực hiện phân hủy khi xác định tổng nitơ.
Các ống nghiệm phải được trộn kỹ để đảm bảo kết quả chính xác. Bắt đầu mỗi lần đảo bằng cách giữ ống nghiệm thẳng đứng, nắp ở phía trên. Lật ngược ống nghiệm và chờ toàn bộ dung dịch chảy xuống phía nắp. Sau đó đưa ống nghiệm về vị trí thẳng đứng và chờ toàn bộ dung dịch chảy xuống đáy ống. Cách trộn này được tính là 1 lần đảo.
Nếu kết quả vượt thang đo, hãy pha loãng một phần mẫu mới và lặp lại toàn bộ quy trình. Bước phân hủy phải được thực hiện lại để có kết quả chính xác.
Dùng nước khử ion được cung cấp trong bộ thuốc thử hoặc nước không chứa chất hữu cơ cho ống nghiệm mẫu trắng và để pha dung dịch chuẩn.
Ánh sáng UV có thể làm mẫu đã chuẩn bị chuyển sang màu vàng. Giữ mẫu đã chuẩn bị tránh ánh nắng trực tiếp.
Xem Phiếu An toàn Hóa chất (SDS/MSDS) của các hóa chất sử dụng. Dùng trang bị bảo hộ cá nhân theo khuyến cáo.
Xử lý các dung dịch đã phản ứng theo các quy định của địa phương, bang/tỉnh và liên bang. Tham khảo Phiếu An toàn Hóa chất để biết thông tin xử lý đối với thuốc thử chưa sử dụng. Liên hệ bộ phận an toàn, sức khỏe, môi trường (EHS) của cơ sở và/hoặc cơ quan quản lý địa phương để biết thêm thông tin về việc xử lý.

[1] The D adapter is not available with all instrument versions.

Vật tư cần chuẩn bị

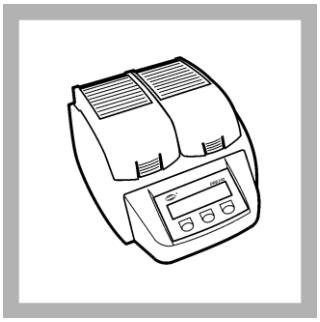
Mô tả	Số lượng
Bộ thuốc thử Test 'N Tube HR Total Nitrogen Reagent Set	1
Bộ gia nhiệt DRB200	1
Bao ngón tay	2
Phễu vi	1
Tấm chắn sáng hoặc bộ chuyển đổi (Xem Thông tin theo từng thiết bị ở trang 1 để biết về cuvet, adapter hoặc chắn sáng.)	1
Pipet TenSette® 0,1 - 1,0 mL, kèm đầu típ	1
Pipet TenSette® 1.0 – 10.0 mL, kèm đầu típ	1
Giá đỡ ống nghiệm	1

Tham khảo mục Vật tư tiêu hao và vật tư thay thế ở trang 7 để đặt hàng..

Lấy mẫu và bảo quản

- Lấy mẫu vào chai thủy tinh hoặc nhựa sạch.
- Phân tích càng sớm càng tốt để có kết quả tốt nhất.
- Để bảo quản mẫu cho phân tích sau: điều chỉnh pH mẫu < 2 bằng axit sulfuric đậm đặc (khoảng 2 mL cho mỗi lít). Không cần thêm axit nếu phân tích ngay.
- Bảo quản mẫu đã được axit hóa ở ≤ 6 °C (43 °F) tối đa 28 ngày.
- Để nhiệt độ mẫu tăng lên 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 hệ số pha loãng do các lần thêm thể tích (axit/kiềm).

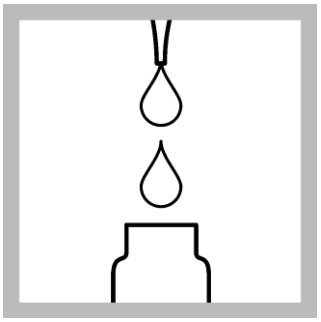
Phân hủy bằng persulfat cho vial Test 'N Tube™



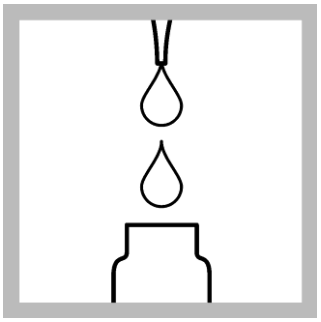
1. Khởi động bộ tiêu hủy DRB200 (DRB200 Reactor). Cài đặt nhiệt độ 105 °C.



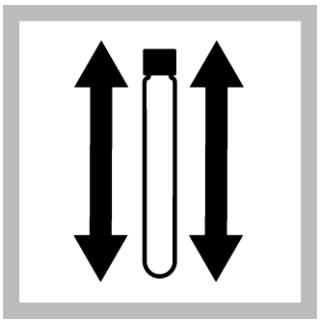
2. Dùng phễu cho toàn bộ bột trong gói thuốc thử Persulfate Tổng Nitơ vào mỗi ống nghiệm Thuốc thử tiêu hủy TN (HR) – dạng hiđroxit
Lưu ý: Lau sạch thuốc thử nếu dính trên miệng vial hoặc ren nắp.



3. Chuẩn bị mẫu: Thêm 0,5 mL mẫu vào một vial.



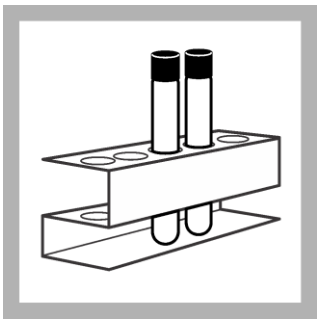
4. Chuẩn bị mẫu trắng:Thêm 0,5 mL nước khử ion (có sẵn trong bộ kit) vào ống nghiệml thứ hai.
Có thể dùng nước chỉ chứa không có dạng nitơ thay cho nước khử ion đi kèm.



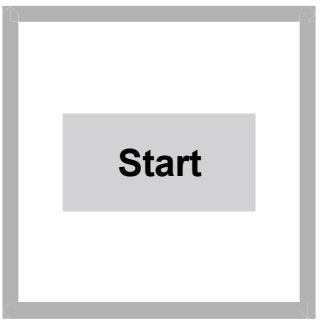
5. Đậy nắp cả hai ống nghiệm. Lắc mạnh ít nhất 30 giây để trộn.
Bột chưa tan không ảnh hưởng độ chính xác phép thử.



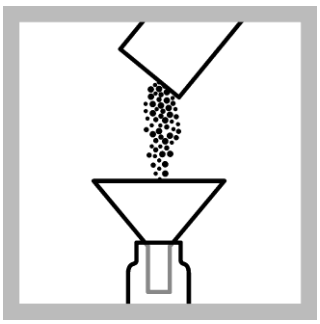
6. Đặt các ống nghiệm vào bộ gia nhiệt và đóng nắp. Giữ trong reactor đúng 30 phút.



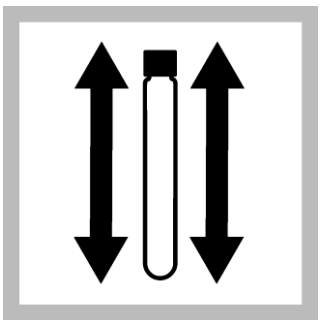
7. Sau 30 phút, dùng bao ngón tay để lấy vial ra ngay khỏi bộ gia nhiệt. Để ống nghiệm nguội về nhiệt độ phòng.



8. *Khởi chạy chương trình 394 N, Total HR TNT. Thông tin về cuvet/ô đo, tấm chắn sáng, hoặc chắn sáng, xem phần Thông tin theo từng thiết bị ở trang 1. Ghi chú: Tên chương trình có thể khác nhau giữa các máy, nhưng mã chương trình không đổi.*



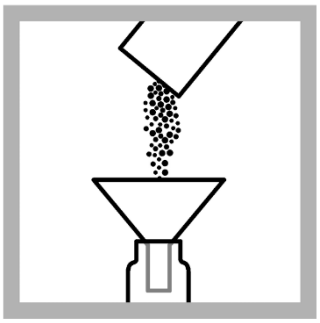
9. Thêm toàn bộ bột của 1 gói thuốc thử Tổng Nitơ (TN) - Gói bột thuốc thử A vào mỗi ống nghiệm.



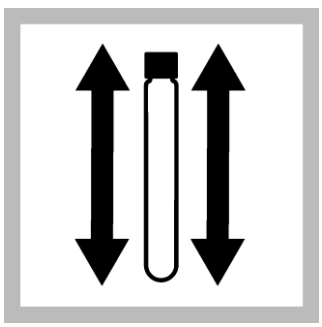
10. Đậy nắp cả hai ống nghiệm. Lắc 30 giây.



11. Bấm đồng hồ. Bắt đầu thời gian phản ứng 3 phút.



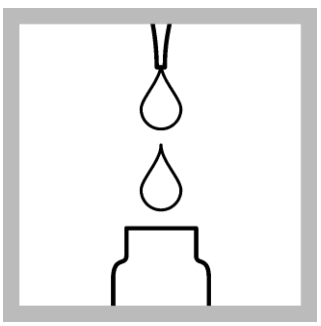
12. Khi hết giờ, mở nắp hai vial. Thêm 1 Gói bột thuốc thử B vào mỗi ống nghiệm.



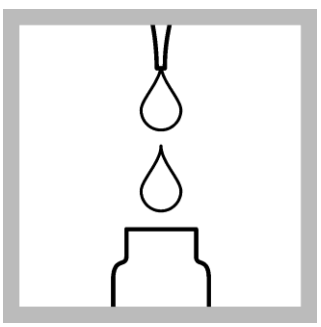
13. Đậy nắp cả hai ống nghiệm. Lắc mạnh 15 giây để trộn. Thuốc thử không tan hoàn toàn; bột chưa tan không ảnh hưởng độ chính xác. Dung dịch sẽ bắt đầu ngả vàng.
.



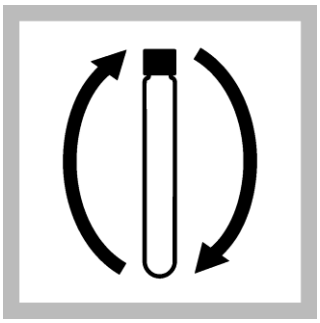
14. Bấm TIMER. Bắt đầu thời gian phản ứng 2 phút.



15. Mẫu đã chuẩn bị: Khi hết giờ, dùng pipet lấy 2 mL dung dịch mẫu đã tiêu hủy và đã xử lý cho vào 1 ống thuốc thử C



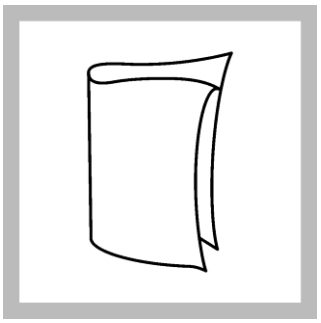
16. Mẫu trắng: Khi hết giờ, dùng pipet cho 2 mL dung dịch mẫu trắng đã phân hủy và đã xử lý vào ống thuốc thử C thứ hai.



17. Đậy nắp cả hai ống nghiệm. Đảo 10 lần để trộn. Thực hiện đảo chậm, dứt khoát để hồi phục hoàn toàn. Ống nghiệm sẽ ấm khi chạm.



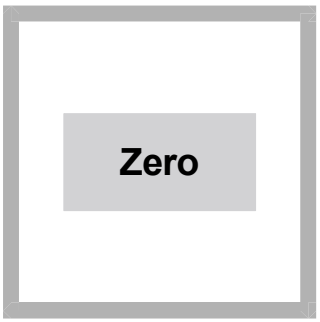
18. Bấm TIMER. Bắt đầu thời gian phản ứng 5 phút. Màu vàng sẽ đậm dần.



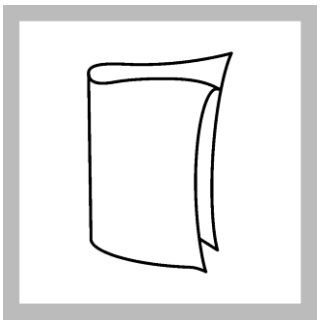
19. Khi hết giờ, lau sạch ống nghiệm mẫu trắng (lau khô bề mặt ngoài).



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



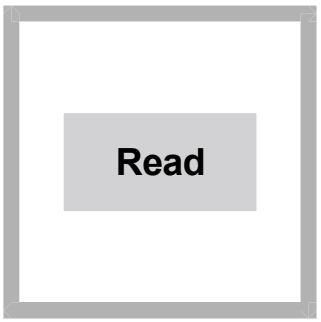
21. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị 0 mg/L N.



22. Lau sạch ống nghiệm mẫu.



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



24. Nhấn READ. Kết quả hiển thị theo mg/L N.

Mẫu trắng cho phép đo màu

Mẫu trắng thuốc thử có thể dùng tối đa 7 ngày cho các phép đo dùng cùng một lô thuốc thử. Bảo quản mẫu trắng trong bóng tối, ở nhiệt độ phòng (18-25 °C). Nếu trong vòng 1 tuần xuất hiện một lượng nhỏ cặn trắng dạng bông, hãy loại bỏ mẫu trắng này và pha mẫu trắng mới.

Nhiễu

Các chất trong Bảng 2 đã được kiểm tra và được xác nhận không gây nhiễu đến mức nêu (mg/L). Các chất gây nhiễu làm thay đổi nồng độ ±10% được liệt kê trong Bảng 3.

Bảng 2 Các chất không gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức không gây nhiễu
Bari	10.4 mg/L
Canxi	1200 mg/L
Crom ($^{3+}$)	2 mg/L
Sắt	8 mg/L
Chì	26.4 µg/L
Magiê	2000 mg/L
Cacbon hữu cơ	600 mg/L
Photpho	400 mg/L
Silic	600 mg/L

Bảng 2 Các chất không gây nhiễu (tiếp theo)

Chất gây nhiễu	Mức không gây nhiễu
Bạc	3.6 mg/L
Thiếc	6 mg/L

Bảng 3 Các chất gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức gây nhiễu
Bromua	> 240 mg/L; gây nhiễu dương
Clorua	> 3000 mg/L; gây nhiễu dương
Nhiễu do ánh nắng trực tiếp	Tia UV làm mẫu đã chuẩn bị chuyển sang màu vàng. Giữ mẫu đã chuẩn bị tránh ánh nắng trực tiếp.

Phép thử này được thực hiện với dung dịch chuẩn nitơ pha từ các hợp chất sau và đạt hiệu suất thu hồi 95%:

- Amoni clorua
- Amoni sunfat
- Amoni axetat
- Glycin
- Urê

Việc thêm chuẩn (spike) bằng amoni clorua hoặc nicotinic-PTSA trong nước thải sinh hoạt đầu vào, nước thải sau xử lý, và trong mẫu nước thải thay thế theo tiêu chuẩn ASTM (D 5905-96) cũng cho hiệu suất thu hồi ≥ 95%.

Lượng lớn hợp chất hữu cơ không chứa nitơ trong một số mẫu có thể làm giảm hiệu quả tiêu hủy do tiêu hao một phần thuốc thử persulfat. Với các mẫu được biết có hàm lượng hữu cơ cao, nên pha loãng và chạy lại để kiểm tra hiệu quả tiêu hủy.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp phân hủy

Để chứng minh độ chính xác, dùng chuẩn gốc cho Nitơ Kjeldahl. Phương pháp này thường cho hiệu suất thu hồi 95–100% với chuẩn nitơ hữu cơ. Các nhà phân tích nhận thấy axit nicotinic-PTSA là chất khó tiêu hủy nhất. Các hợp chất khác có thể cho % thu hồi khác nhau.

Dụng cụ - hóa chất cần chuẩn bị:

- Chuẩn gốc Nitơ Kjeldahl (Amoniac-PTSA, Glycin-PTSA hoặc Nicotinic-PTSA)
- Bình định mức 1 L, cấp A
- Nước khử ion (dùng nước khử ion đi kèm bộ thuốc thử hoặc nước không chứa chất hữu cơ và các dtơ)

1. Pha dung dịch chuẩn tương đương 120 mg/L N
   a. Cân chất chuẩn phù hợp:
      - Ammonia-PTSA: 1.6208 g
      - Glycine-PTSA: 2.1179 g
      - Nicotinic-PTSA: 2.5295 g
   b. Dùng phễu cho chất chuẩn vào bình định mức.
   c. Thêm nước khử ion vào bình và trộn để hòa tan chất chuẩn.
   d. Thêm nước khử ion đến vạch mức, trộn đều.
2. Dùng quy trình phép thử để đo nồng độ dung dịch chuẩn nitơ. Tính **%** thu hồi:

% thu hồi = [(nồng độ đo được)/120] x 100

Note: *% thu hồi tối thiểu kỳ vọng cho mỗi chuẩn là 95%.*

Phương pháp thêm chuẩn (làm giàu mẫu)

Dùng phương pháp thêm chuẩn (áp dụng cho các máy phù hợp) để xác nhận quy trình phép thử, thuốc thử và thiết bị, và để kiểm tra mẫu có nhiễu hay không.

Dụng cụ - hóa chất cần chuẩn bị

- Dung dịch chuẩn nitơ amoni, 1000 mg/L tính theo NH_3–N
- Dụng cụ bẻ ống ampul
- Pipet TenSette® 0,1–1,0 mL và đầu típ
- Ống đong trộn 25 mL (3 cái)

1. Dùng quy trình phép thử đo nồng độ mẫu, sau đó giữ mẫu chưa thêm chuẩn trong máy.
2. Vào mục Thêm chuẩn trong menu máy.
3. Chọn các giá trị: nồng độ chuẩn, thể tích mẫu, thể tích thêm chuẩn.
4. Mở dung dịch chuẩn.
   Chuẩn bị 3 mẫu thêm chuẩn: dùng pipet TenSette thêm lần lượt 0,1 mL; 0,2 mL; 0,3 mL dung dịch chuẩn vào ba phần 25 mL của mẫu mới. Trộn đều.
5. quy trình phép thử đo nồng độ từng mẫu đã thêm chuẩn. Bắt đầu từ mức thêm chuẩn nhỏ nhất. Đo các mẫu đã thêm chuẩn trên máy.
6. Chọn **Đồ thị** để so sánh kết quả kỳ vọng với kết quả thực tế.

   Ghi chú: *Nếu kết quả thực tế khác đáng kể so với kỳ vọng, hãy đảm bảo thể tích mẫu và thể tích thêm chuẩn được đo chính xác. Các giá trị dùng phải khớp với lựa chọn trong menu thêm chuẩn. Nếu kết quả không nằm trong giới hạn chấp nhận, mẫu có thể bị nhiễu.*

Phương pháp dung dịch chuẩn

Dùng phương pháp dung dịch chuẩn để xác nhận quy trình phép thử, thuốc thử và thiết bị.
Dụng cụ - hóa chất cần chuẩn bị

- Dung dịch chuẩn nitơ amoni 100 mg/L

1. Dùng quy trình phép thử đo nồng độ dung dịch chuẩn.
2. So sánh kết quả kỳ vọng với kết quả thực tế.

   Ghi chú: *Hiệu chuẩn nhà máy có thể được điều chỉnh nhẹ bằng tùy chọn điều chỉnh theo chuẩn để máy hiển thị đúng giá trị kỳ vọng của dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn đã điều chỉnh sẽ được dùng cho tất cả kết quả đo. Việc điều chỉnh này có thể tăng độ chính xác khi có biến thiên nhỏ ở thuốc thử hoặc thiết bị.*

Hiệu năng phương pháp

Dữ liệu hiệu năng phương pháp dưới đây được rút ra từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm, đo bằng máy quang phổ trong điều kiện thử nghiệm lý tưởng. Người sử dụng 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 (mức thay đổi nồng độ khi Abs thay đổi 0,010)
394	100 mg/L NH_3–N	98–102 mg/L N	0.5 mg/L N

Tóm tắt phương pháp

Phân hủy bằng persulfat trong môi trường kiềm sẽ chuyển tất cả các dạng nitơ về nitrat. Sau khi tiêu hủy, bổ sung natri metabisulfit để loại bỏ nhiễu do oxit halogen. Sau đó, nitrat phản ứng với axit cromotropic trong điều kiện axit mạnh tạo thành phức màu vàng. Bước sóng đo: 410 nm đối với máy quang phổ hoặc 420 nm đối với máy đo màu.

Vật tư tiêu hao và vật tư thay thế

Thuốc thử bắt buộc

Mô tả	Số lượng/1 phép thử	Đơn vị	Mã hàng
Bộ thuốc thử Tổng nitơ – Test 'N Tube™		50 ống nghiệm	2714100

Thiết bị/dụng cụ bắt buộc

Mô tả	Số lượng/1 phép thử	Đơn vị	Mã hàng
Bộ tiêu hủy DRB200, tùy chọn 110 VAC, 15 vị trí giếng 16 mm	1	Cái	LTV082.53.40001
Hoặc			
Bộ tiêu hủy DRB200, tùy chọn 220 VAC, 15 vị trí giếng 16 mm	1	Cái	LTV082.52.40001
Phễu vi, nhựa	1	Cái	2584335
Pipet, TenSette®, 0.1 - 1.0 mL	1	Cái	1970001
Đầu típ pipet cho pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL	2	50 cái/gói	2185696
Pipet, TenSette® 1.0–10.0 mL	1	Cái	1970010
Đầu típ pipet cho pipet TenSette®, 1,0–10,0 mL	Thay đổi	50 cái/gói	2199796
Giá đỡ ống nghiệm	1	Cái	1864100
Bao ngón tay	2	2 cái/gói	1464702

Chuẩn và dụng cụ khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã hàng
Dung dịch chuẩn nitơ amoni, 1000 mg/L tính theo NH_3–N	1 L	2354153
Dung dịch chuẩn nitơ amoni, 100 mg/L tính theo NH_3–N	500 mL	2406549
Cân phân tích, 80 g × 0,1 mg; 100–240 VAC	Cái	2936701
Ống đong trộn có chia vạch, 25 mL	Cái	2088640
Bình định mức, cấp A, thủy tinh 1000 mL	Cái	1457453
Đầu típ pipet cho pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL	1000 cái/gói	2185628
Đầu típ pipet cho pipet TenSette®, 1,0–10,0 mL	250 cái/gói	2199725
Bộ chuẩn gốc Nitơ Kjeldahl	Bộ 3 cái	2277800
Dung dịch natri hiđroxit, 5 N	50 mL	245026
Axit sulfuric, cấp ACS	500 mL	97949
Dung dịch chuẩn nước thải đầu vào, đa chỉ tiêu (NH_3–N, NO_3–N, PO_4, COD, SO_4, TOC)	500 mL	2833149
Nước khử ion	500 mL	27249
Nước không chứa chất hữu cơ	500 mL	2641549
Giấy cân, 100 × 100 mm	500 cái/gói	1473885
Dụng cụ bẻ ống ampul PourRite®, 2 mL	Cái	2484600
Dụng cụ bẻ ống ampul, 10 mL ampul Voluette®	Cái	2196800
Dung dịch chuẩn nitơ amoni, ampul Voluette® 10 mL, 50 mg/L NH_3–N	16 cái/gói	1479110
Dung dịch chuẩn nitơ amoni, ampul Voluette® 10 mL, 150 mg/L NH_3–N	16 cái/gói	2128410

Chuẩn và dụng cụ khuyến nghị (tiếp theo)

Mô tả	Đơn vị	Mã hàng
Dung dịch chuẩn nitơ amoni, ampul PourRite® 2 mL, 50 mg/L	20 cái/gói	1479120
Dung dịch chuẩn nitơ amoni, 10 mg/L NH_3–N	500 mL	15349

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. All rights reserved.

01/2015, Edition 11