Ni-tơ, Amoniac

DOC316.32.01077

Salicylate Method[1]

Phương pháp 8155

0,01 đến 0,50 mg/L NH_3–N

Gói bột thử

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

1 Chuyển thể từ Clin. Chim. Acta., 14, 403 (1966).

Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin về thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình cho thử nghiệm này. Bảng cũng chỉ ra thông tin về ống mẫu và yêu cầu xoay hướng khi thêm thuốc thử, như khi dùng gói bột hoặc thuốc thử số lượng lớn.

Để sử dụng bảng, hãy chọn thiết bị và đọc ngang để tìm thông tin phù hợp cho phép thử này.

Bảng 1 Thông tin về thiết bị

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

Chuẩn bị trước khi thực hiện

Lắp nắp thiết bị vào giá giữ ống DR 900 trước khi nhấn nút ZERO hoặc READ.
Các hóa chất sử dụng trong thử nghiệm này chứa natri nitroferricyanide. **Giữ dung dịch xyanua ở pH > 11 để tránh phát sinh khí hydro xyanua.** Thu thập các mẫu đã phản ứng để xử lý an toàn.
Luôn giữ kín các mẫu để tránh nhiễm amoniac từ không khí.
Đọc kỹ Bảng Dữ Liệu An Toàn (MSDS/SDS) của các hóa chất sử dụng. Sử dụng đầy đủ trang thiết bị bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.
Xử lý các dung dịch đã phản ứng theo đúng quy định của địa phương, bang và quốc gia. Tham khảo Bảng Dữ Liệu An Toàn để biết cách xử lý hóa chất thừa. Đối với thông tin xử lý chi tiết, hãy tham khảo bộ phận môi trường, an toàn sức khỏe của cơ sở hoặc các cơ quan quản lý địa phương.

Các vật tư cần chuẩn bị

Mô tả	Số lượng
Gói bột hóa chất Ammonia Cyanurate, 10 mL	2
Gói bột hóa chất Ammonia Salicylate, 10 mL	2

Các vật dụng cần thu thập (tiếp theo)

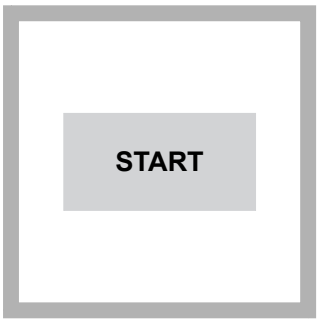
Mô tả	Số lượng
Nút đậy cho ống nghiệm 18 mm và ống AccuVac	2
Ống chứa mẫu (Để biết thêm thông tin về ống chứa mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn ánh sáng, xem Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.)	2

Vui lòng tham khảo Vật tư tiêu hao và phụ kiện thay thế ở trang 5 để biết thông tin đặt hàng.

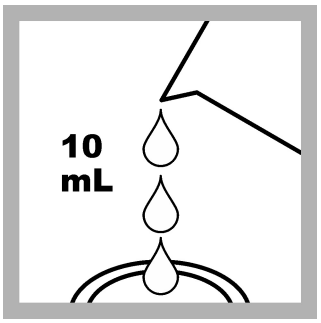
Thu thập và bảo quản mẫu

- Lấy mẫu vào các chai thủy tinh hoặc nhựa sạch.
- Nếu mẫu có chứa clo, nhỏ một giọt natri thiosunfat 0,1 N vào 1 lít mẫu để loại bỏ mỗi 0,3 mg/L clo.
- Để bảo quản mẫu phân tích sau, điều chỉnh pH mẫu xuống dưới 2 bằng axit sunfuric đậm đặc (khoảng 2 mL cho mỗi lít). Nếu phân tích ngay thì không cần thêm axit.
- Bảo quản mẫu ở nhiệt độ không quá 6 °C (43 °F) trong tối đa 28 ngày.
- Trước khi phân tích, để mẫu về nhiệt độ phòng.
- Trước lúc đo, điều chỉnh pH về 7 bằng dung dịch natri hydroxit 5 N.
- Bù trừ kết quả cho sự pha loãng do việc thêm dung dịch vào mẫu.

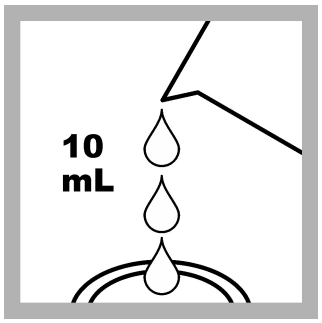
Quy trình sử dụng gói bột



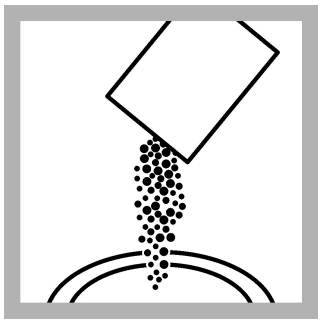
1. Khởi động chương trình **385 N, Ammonia, Salic**. Thông tin về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng xem tại Thông tin cụ thể về thiết bị ở trang 1.
Lưu ý: *Tên chương trình có thể khác nhau tùy thiết bị nhưng số chương trình luôn giữ nguyên.*



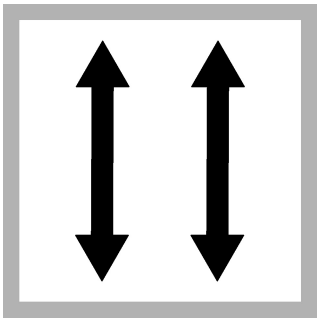
2. Chuẩn bị mẫu trắng: Đổ 10 mL nước cất vào ống nghiệm.



3. Chuẩn bị mẫu thử: Đổ 10 mL mẫu thử vào ống nghiệm thứ hai.



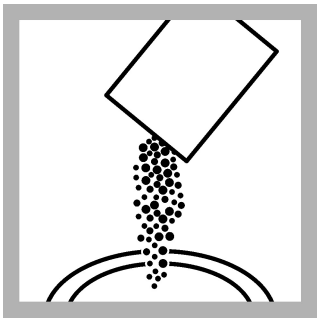
4. Thêm một gói bột Ammonia Salicylate vào mỗi ống nghiệm.



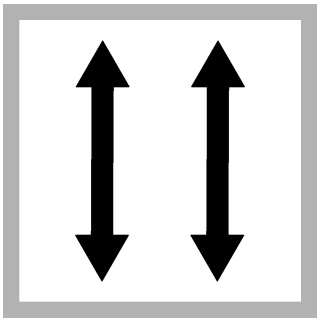
5. Đậy nắp vào ống mẫu. Lắc đều để hòa tan thuốc thử.



6. Khởi động bộ hẹn giờ của thiết bị. Quá trình phản ứng sẽ diễn ra trong 3 phút.



7. Sau khi hết thời gian, cho toàn bộ gói bột Ammonia Cyanurate vào từng ống mẫu.

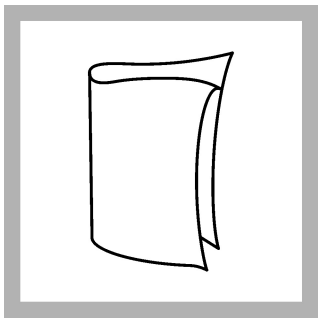


8. Đậy nắp vào ống mẫu. Lắc đều để hòa tan thuốc thử.



9. Khởi động bộ hẹn giờ của thiết bị. Quá trình phản ứng sẽ kéo dài 15 phút.

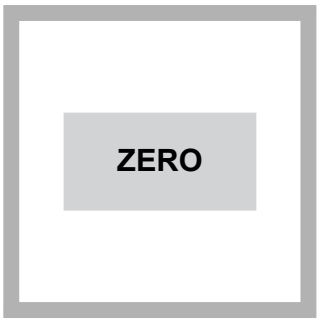
Khi có mặt amonia-nitơ, dung dịch sẽ chuyển sang màu xanh lá cây.



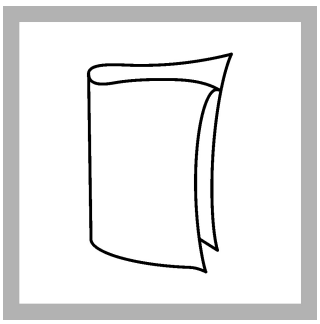
10. Khi kết thúc thời gian, làm sạch ống mẫu trắng.



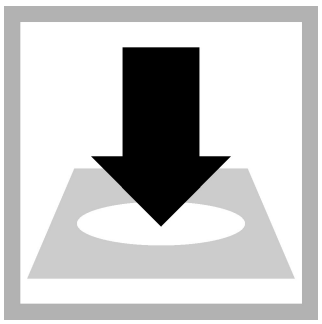
11. Đặt ống mẫu trắng vào giá giữ.



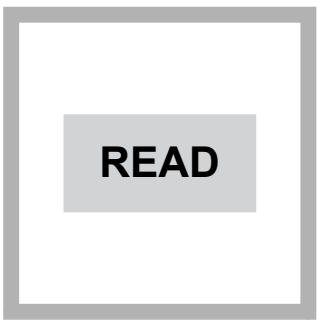
12. Nhấn **ZERO**. Màn hình sẽ hiển thị 0,00 mg/L NH_3–N.



13. Làm sạch ống nghiệm đã chuẩn bị.



14. Đặt ống mẫu đã chuẩn bị vào giá giữ.



15. Nhấn **READ**. Kết quả hiển thị đơn vị mg/L NH_3–N.

Nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ nhiễu
Canxi	1000 mg/L dưới dạng $CaCO_3$
Sắt	Tất cả các mức. Khắc phục ảnh hưởng của sắt như sau: **1.** Sử dụng một trong các phương pháp đo tổng sắt để xác định nồng độ sắt của mẫu. **2.** Dùng dung dịch chuẩn sắt để thêm sắt vào mẫu nước tinh khiết trắng, sao cho mẫu trắng có cùng nồng độ sắt với mẫu cần kiểm tra. Kết quả sẽ loại bỏ ảnh hưởng của sắt.
Magie	6000 mg/L dưới dạng $CaCO_3$

Chất gây nhiễu	Mức độ nhiễu
Monocloramin	Monocloramin trong nước uống qua xử lý clo-amin gây nhiễu trực tiếp ở mọi mức độ và làm tăng kết quả đo. Hãy áp dụng phương pháp xác định Amoni tự do và Monocloramin để xác định lượng amoni tự do trong các mẫu này.
Nitrat	100 mg/L dưới dạng NO_3^-–N
Nitrit	12 mg/L dưới dạng NO_3^-–N
pH	Điều chỉnh mẫu axit hoặc kiềm về khoảng pH 7. Đối với mẫu axit, sử dụng dung dịch chuẩn natri hydroxit 1 N; đối với mẫu kiềm, dùng dung dịch chuẩn axit hydrochloric 1 N.
Phốt phát	100 mg/L dưới dạng PO_4^{3-}–P
Sulfat	300 mg/L dưới dạng SO_4^{3-}
Sulfua	Sulfide làm màu sắc đậm hơn. Loại bỏ ảnh hưởng của sulfide theo hướng dẫn sau: **1.** Lấy khoảng 350 mL mẫu cho vào bình Erlenmeyer 500 mL. **2.** Thêm một gói bột Sulfide Inhibitor Reagent vào mẫu, xoay nhẹ để hòa tan. **3.** Lọc mẫu qua giấy lọc gấp và phễu lọc. **4.** Sử dụng mẫu đã lọc để thực hiện quy trình kiểm tra.
Các chất khác	Những tác nhân gây nhiễu ít phổ biến như hydrazine và glycine sẽ khiến màu mẫu chuẩn bị trở nên đậm hơn. Độ đục và màu sắc có thể dẫn đến kết quả cao sai lệch. Với mẫu có tác nhân gây nhiễu nghiêm trọng, cần thực hiện chưng cất. Dùng quy trình chưng cất đi kèm với bộ dụng cụ chưng cất.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm chuẩn (mẫu tăng chuẩn)

Áp dụng phương pháp thêm chuẩn (đối với các thiết bị phù hợp) để xác nhận quy trình thử nghiệm, hóa chất và thiết bị, đồng thời kiểm tra có sự nhiễu trong mẫu hay không.

Chuẩn bị các vật dụng sau:

- Dung dịch chuẩn Nitơ Amoniac, 10 mg/L dưới dạng NH3–N
- Ống trộn 25 mL (3 cái)
- Pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL và đầu pipet

1. Tiến hành theo quy trình thử nghiệm để đo nồng độ mẫu, sau đó giữ nguyên mẫu (chưa tăng chuẩn) trong thiết bị.
2. Vào mục Thêm Chuẩn trên menu thiết bị.
3. Chọn các giá trị cho nồng độ chuẩn, thể tích mẫu và thể tích tăng chuẩn.
4. Mở dung dịch chuẩn.
5. Chuẩn bị ba mẫu tăng chuẩn: dùng pipet TenSette để thêm lần lượt 0,2 mL, 0,4 mL và 0,6 mL dung dịch chuẩn vào ba phần mẫu tươi 25 mL. Trộn đều.
6. Tiến hành đo nồng độ từng mẫu tăng chuẩn theo quy trình thử nghiệm. Bắt đầu với mẫu tăng chuẩn nhỏ nhất. Đo từng mẫu tăng chuẩn 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 chênh lệch đáng kể so với dự kiến, hãy đảm bảo thể tích mẫu và mức tăng chuẩn được đo chính xác. Các giá trị này phải khớp với lựa chọn trong menu thêm chuẩn. Nếu kết quả vượt ngoài giới hạn cho phép, mẫu có thể đã bị nhiễu.*

Phương pháp dung dịch chuẩn

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

Chuẩn bị các vật dụng sau:

- Dung dịch chuẩn Nitơ Amoniac, 10 mg/L dưới dạng NH3–N, phương pháp Nitơ Amoniac – Salicylate (0,50 mg/L)

- Bình định mức 100 mL, loại A
- Ống hút định mức 4 mL, loại A và bóng an toàn cho ống hút
- Nước khử ion

1. Chuẩn bị dung dịch chuẩn nitơ amoniac 0,40 mg/L như sau:
   a. Dùng ống hút lấy 4 mL dung dịch chuẩn nitơ amoniac 10 mg/L cho vào bình định mức. *(Cách pha thay thế: dùng ống hút lấy 0,8 mL dung dịch chuẩn nitơ amoniac 50 mg/L cho vào bình định mức 100 mL.)*
   b. Bổ sung nước khử ion đến vạch định mức. Lắc đều. Chuẩn bị dung dịch này hàng ngày.
2. Tiến hành đo nồng độ dung dịch chuẩn vừa pha theo quy trình kiểm tra.
3. So sánh kết quả mong đợi với kết quả thực tế.

Lưu ý: *Có thể hiệu chỉnh lại hiệu chuẩn gốc bằng tùy chọn điều chỉnh chuẩn để thiết bị hiển thị giá trị đúng của dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn đã hiệu chỉnh sẽ áp dụng cho tất cả kết quả thử nghiệm. Việc điều chỉnh này giúp tăng độ chính xác của phép đo khi có sự thay đổi nhỏ ở hóa chất hoặc thiết bị.*

Hiệu suất phương pháp

Dữ liệu hiệu suất phương pháp dưới đây được xác định từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm, đo bằng máy quang phổ trong điều kiện lý tưởng. Kết quả có thể thay đổi khi điều kiện kiểm tra khác nhau.

Chương trình	Tiêu chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Thay đổi nồng độ trên mỗi 0,010 thay đổi Abs
385	0,40 mg/L NH_3–N	0,38–0,42 mg/L NH_3–N	0,004 mg/L NH_3–N

Tóm tắt phương pháp

Các hợp chất amoni kết hợp với clo tạo thành monocloramin. Monocloramin phản ứng với salicylat để hình thành 5-aminosalicylat. 5-aminosalicylat này tiếp tục bị oxy hóa nhờ xúc tác natri nitroprussid để tạo ra hợp chất có màu xanh lam. Màu xanh lam này sẽ bị che phủ bởi màu vàng của lượng thuốc thử dư, cho ra dung dịch cuối cùng có màu xanh lục. Độ dài bước sóng đo là 655 nm cho máy quang phổ hoặc 610 nm cho máy đo màu.

Ngăn ngừa ô nhiễm và quản lý chất thải

Thuốc thử amoni salicylat chứa natri nitroferricyanua, khi phân hủy sẽ chuyển thành cyanua tổng và có thể ảnh hưởng đến giới hạn cyanua tổng trong nước thải. Hãy xử lý dung dịch đã phản ứng theo đúng quy định của địa phương, bang và liên bang.

Vật tư tiêu hao và linh kiện thay thế

Thuốc thử cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bộ thuốc thử Nitơ Amoni, 10 mL, bao gồm:	—	100 lần thử	2668000
Gói bột thuốc thử Cyanurat Amoni, 10 mL	2	100 cái/gói	2653199
Gói bột thuốc thử Salicylat Amoniac, 10 mL	2	100 cái/gói	2653299

Tiêu chuẩn và thiết bị khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bình định mức, loại A, 100 mL, thủy tinh	cái	1457442
Dung dịch chuẩn Nitơ Amoniac, 10 mg/L NH_3–N	500 mL	15349
Dung dịch chuẩn Nitơ Amoniac, Ống Voluette 10 mL, 50 mg/L NH_3–N	16 cái/ hộp	1479110
Dụng cụ hút mẫu TenSette®, 0,1–1,0 mL	cái	1970001

Tiêu chuẩn khuyến nghị và thiết bị (tiếp theo)

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Đầu típ cho pipet TenSette® , 0,1–1,0 mL	50 cái/hộp	2185696
Đầu típ cho pipet TenSette® , 0,1–1,0 mL	1000 cái/hộp	2185628
Pipet thể tích, loại A, 4,00 mL	Cái	1451504
Nút đậy cho ống nghiệm 18 mm và ống AccuVac	6 cái/hộp	173106
Dung dịch chuẩn nước thải tổng hợp, thông số hỗn hợp cho 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 và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dụng cụ bẻ ống Ampule Voluette 10 mL® Ampules	Cái	2196800
Xy lanh trộn chia vạch, 25 mL	Cái	2088640
Bộ gia nhiệt chưng cất & giá đỡ, tùy chọn 115 VAC	Cái	2274400
Bộ thiết bị chưng cất đa dụng	Cái	2265300
Bình tam giác Erlenmeyer, 500 mL	Cái	50549
Phễu nhựa, 65 mm	Cái	108367
Bộ gia nhiệt chưng cất & giá đỡ, tùy chọn 230 VAC	Cái	2274402
Giấy lọc gấp, nếp, kích thước 12,5 cm, lọc 2–3 micron	100 miếng/gói	189457
Pipet huyết thanh, 2 mL	Cái	53236
Dung dịch Natri Hydroxit, 5 N	50 mL	245026
Gối bột hóa chất ức chế sunfua	100 miếng/gói	241899
Axit Sunfuric đậm đặc, tiêu chuẩn ACS	500 mL	97949

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.

09/2015, Edition 10