

Tổng Nitơ

DOC316.53.01090

Phương pháp khử Triclorua Titanium

Phương pháp 10021

0.2 đến 25.0 mg/L N

TNT Test

Phạm vi ứng dụng: nước, nước thải và nước biển

Chuẩn bị thí nghiệm

Sử dụng các thông tin dành cho thiết bị như thế nào

Bảng thông tin dành cho thiết bị sử dụng trình bày các yêu cầu khác nhau giữa các thiết bị. Để sử dụng bảng này, hãy chọn một thiết bị và sau đó, đọc theo hàng ngang để tìm được thông tin tương ứng cần để thực hiện thí nghiệm này.

Bảng 1 Thông tin thiết bị cần sử dụng

Instrument	Sample cell	Adapter
DR 5000	—	—
DR 2800	LZV646	—
DR 2700	LZV646	—
DR/2500	—	—
DR/2400	—	5945700

Trước khi làm thí nghiệm

DR 2800 và DR 2700: Đặt tấm chắn ánh sáng vào buồng đo số 2 trước khi làm thí nghiệm.

Để an toàn, đeo găng tay trong khi phá vỡ ống ampule.

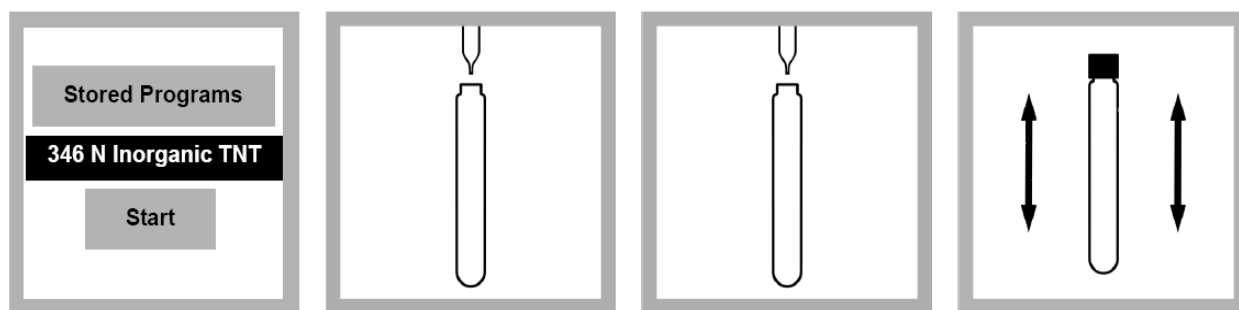
Thuốc thử salicylate amoniac có chứa natri nitroferricyanide. Tổ chức RCRA đã quy định dung dịch cyanua là chất thải nguy hại. Loại bỏ dung dịch cyanua, xem chúng là chất thải có hoạt tính (D001). Đảm bảo dung dịch cyanua được chứa trong dung dịch có tính ăn mòn với pH>11 để ngăn ngừa sự tạo thành khí cyanua. Hãy tham khảo phiếu an toàn hóa chất MSDS hiện hành để biết cách loại bỏ và tiến hành một cách an toàn.

Các dụng cụ cần dùng

Mô tả	Số lượng
Total Inorganic Nitrogen Pretreatment Reagent Set (TiCl ₃ Reduction Method)	1
Test 'N Tube™ AmVer™ Nitrogen-Ammonia Reagent Set	1
Nước khử ion	1 mL
Máy ly tâm	1
Phễu nhỏ	1
Tấm che sáng hoặc adapter (xem <i>bảng 1</i>)	1
Pipet, TenSette, 1.0–10.0 mL với tip	1
Khay chứa ống	1
Ống pipet thủy tinh, Class A, 1.00mL	1

Xem Danh mục các thiết bị và hóa chất có thể sử dụng và thay thế để có thông tin đặt hàng lại.

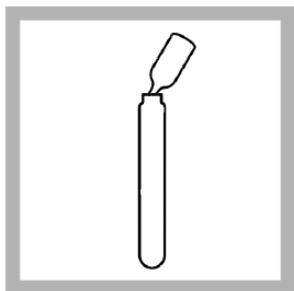
Phương pháp khử với Titanium Triclorua, TNT



1. Chọn chương trình thí nghiệm

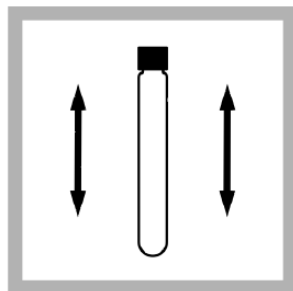
Chèn thêm adapter hoặc tấm chắn ánh sáng nếu cần (xem Thông tin thiết bị sử dụng).
2. Dùng pipét hút 1 mL từ Total Inorganic Nitrogen Pretreatment Base vào 2 ống lấy từ bộ thuốc thử Total Inorganic Nitrogen pretreatment Diluent
3. Chuẩn bị mẫu:
Dùng pipet hút 1 ml mẫu cho vào một ống.

Chuẩn bị mẫu trắng: Dùng pipet hút 1 mL nước khử ion cho vào ống thứ hai
4. Đậy nắp và lắc 30 giây để dung dịch trộn đều



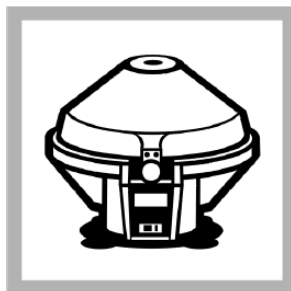
5. Đổ thuốc thử chứa Total Inorganic Nitrogen Reductant (chất khử tổng Nitơ vô cơ) vào ống chứa mẫu.

Đổ ống thuốc chứa chất khử tổng Nitơ vô cơ vào ống chứa mẫu trắng. Ngay lập tức sẽ hình thành kết tủa đen

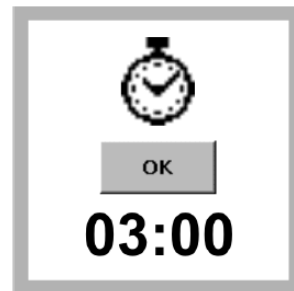


6. Lập tức đậy nắp lọ và lắc nhẹ trong 30 giây để trộn đều hóa chất. Để yên các ống ít nhất 1 phút.

Sau khi lắc, kết tủa phải màu đen. Nếu lắc quá mạnh sẽ làm kết tủa chuyển lại sang màu trắng dẫn tới kết quả thấp

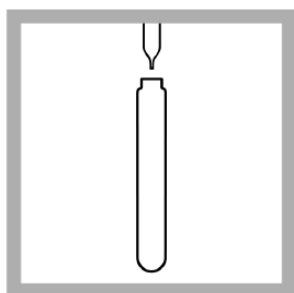


7. Đặt hai ống vào trong máy li tâm (nếu không có máy li tâm thì chờ ít nhất 30 phút để các chất rắn lắng dưới đáy lọ. Tiếp tục tiến hành bước 9)



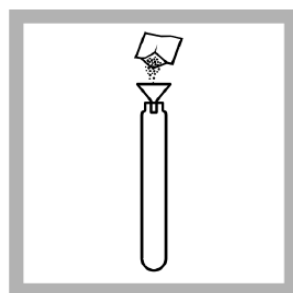
8. Khởi động đồng hồ hẹn giờ trên máy. Bắt đầu chờ trong 3 phút.

Li tâm các ống trong 3 phút

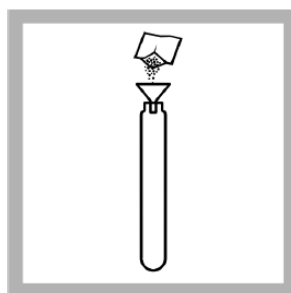


9. Dùng pipét thêm vào 2 ml mẫu đã li tâm vào ống nghiệm Amver™ Diluent Reagent Test 'N dành cho thang đo thấp

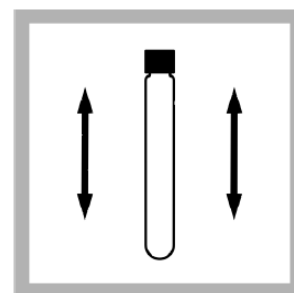
Thêm 2ml mẫu trắng đã li tâm vào ống nghiệm



10. Sử dụng phễu để thêm một gói bột chất khử Amoniac Salicylate (đối với 5mL mẫu) vào mỗi ống



11. Sử dụng phễu để thêm một gói bột Ammonia Cyanurate Reagent Powder Pillow (chất khử Amoniac Cyanurate, đối với 5mL mẫu) vào mỗi ống



12. Vặn chặt nắp và lắc mạnh để hòa tan hết lượng bột cho vào. Nếu có sự hiện diện của Nitơ thì dung dịch sẽ xuất hiện màu xanh lá.

Amvertm Diluent
Reagent Test 'N'
dành cho thang
đo thấp.

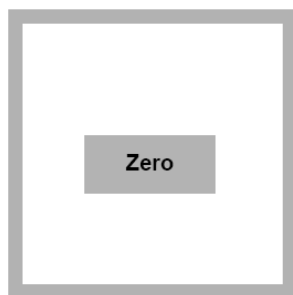
Thêm hóa chất
cẩn thận để
tránh gây xáo
trộn cặn.



13. Khởi động đồng hồ hẹn giờ. Chờ thời gian phản ứng là 20 phút



14. Lau sạch bên ngoài ống chứa mẫu trắng, đặt vào buồng đo 16-mm



15. Zero máy
Màn hình hiển thị:
0.0 mg/L N



16. Lau sạch bên ngoài ống chứa mẫu, đặt vào buồng đo 16-mm.

READ: kết quả hiển thị theo đơn vị mg/L N

Chất gây nhiễu

Các chất gây nhiễu trong bảng 2 khi hiện diện sẽ làm ảnh hưởng đến kết quả.

Bảng 2 Các chất gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Ngưỡng gây nhiễu
Canxi	Gây sai số dương khi nồng độ 1000mg/L CaCO ₃
Mangan, IV	Gây sai số âm khi nồng độ 3mg/L
Magie	Gây sai số dương khi nồng độ 1000mg/L CaCO ₃
Sulfua, S ²⁻	Gây sai số âm khi nồng độ 3mg/L
Sunphat, SO ₄ ²⁻	Gây sai số âm khi nồng độ 250mg/L

Các chất trong bảng 3 sẽ không gây nhiễu khi nồng độ dưới mức liệt kê

Bảng 3 Các chất không gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Ngưỡng gây nhiễu
----------------	------------------

Al ³⁺	8 mg/L
Ba ²⁺	40 mg/L
Cu ²⁺	40 mg/L
Fe ³⁺	8 mg/L
Zn ²⁺	80 mg/L
F ⁻	40 mg/L
PO ₄ ³⁻ P	8 mg/L
SiO ₂	80 mg/L
EDTA	80 mg/L

Thu thập, chuẩn bị và bảo quản mẫu

- Thu thập mẫu vào chai nhựa hoặc chai thủy tinh. Kết quả tốt nhất khi mẫu được phân tích ngay sau đó.
- Nếu phát hiện clo trong mẫu, thêm một giọt dung dịch natri thiosulfat 0.1 N cho mỗi 0.3 mg/l Cl₂ trong một lít mẫu
- Bảo quản mẫu bằng cách giảm pH ≤ 2 bằng dung dịch acid hydrochloric (ít nhất 2 ml). Bảo quản ở ≤ 4°C (hoặc 39°F).
- Mẫu bảo quản có thể được lưu trữ đến 28 ngày
- Trước khi phân tích, gia nhiệt mẫu đến nhiệt độ phòng và trung hòa mẫu bằng NaOH 5N
- Hiệu chỉnh kết quả thí nghiệm khi tính đến thể tích hóa chất sử dụng để trung hòa mẫu.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp dung dịch chuẩn

Để kiểm tra độ chính xác, cần:

- HR Nitrate Nitrogen PourRite Ampule Standard, 500-mg/L NO₃⁻-N
- Dụng cụ làm vỡ ống Ampule
- TenSette Pipet
- Mixing cylinders (3)

1. Sau khi đọc kết quả thí nghiệm lấy ống ra khỏi buồng đo (mẫu chưa thêm chuẩn)
2. Chọn Standard Additions từ menu của thiết bị

Thiết bị	Đường dẫn
DR 5000	OPTIONS>MORE>STANDARD ADDITIONS
DR 2800	OPTIONS>MORE>STANDARD ADDITIONS
DR 2700	OPTIONS>MORE>STANDARD ADDITIONS
DR/2500	OPTIONS>STANDARD ADDITIONS
DR/2400	OPTIONS>STANDARD ADDITIONS

3. Chấp nhận các giá trị mặc định của nồng độ chuẩn, thể tích mẫu và thể tích thêm chuẩn. Sau khi các giá trị được chấp nhận, kết quả của mẫu chưa thêm chuẩn sẽ hiển thị ở đầu dòng. Xem tài liệu hướng dẫn sử dụng máy để biết thêm thông tin
4. Mở ống dung dịch chuẩn.
5. Sử dụng TenSette Pipet để rút mẫu chuẩn: thêm 0.1 mL, 0.2 mL và 0.3 mL dung dịch chuẩn vào 3 ống chứa 25 mL mẫu mới
6. Thực hiện phương pháp khử *Titanium Trichloride*, *TNT* cho từng mẫu thêm chuẩn ở trên, bắt đầu với mẫu spike 0.1 mL. Đo từng mẫu bằng thiết bị.
7. Chọn GRAPH để xem kết quả. Chọn IDEAL để so sánh kết quả mẫu thêm chuẩn với kết quả theo 100% lý thuyết

Phương pháp dung dịch chuẩn

Để kiểm tra độ chính xác, cần:

- Nitrate Nitrogen Voluette® Ampule Standard, 500-mg/L NO_3^- -N
- Nước khử ion
- Bình đong thể tích
- Pippet thể tích
- TenSette Pipet

1. Chuẩn bị dung dịch 10.0 mg / L Nitrate Nitrogen tiêu chuẩn như sau

- a. Dùng pipet lấy 1.00 ml chuẩn Nitrate Nitrogen Voluette® Ampule, 500 mg / L NO_3^- - N cho vào một bình thể tích .
- b. Pha loãng thành 50mL bằng nước khử ion.

2. Sử dụng dung dịch này thay cho mẫu. Thực hiện theo các bước phân tích của phương

pháp khử trichlorua Titanium, TNT

- Để điều chỉnh đường chuẩn từ giá trị đo được với mẫu chuẩn, sử dụng chế độ Điều chỉnh chuẩn trong phần mềm:

Thiết bị	Đường dẫn
DR 5000	OPTIONS>MORE>STANDARD ADJUST
DR 2800	OPTIONS>MORE>STANDARD ADJUST
DR 2700	OPTIONS>MORE>STANDARD ADJUST
DR/2500	OPTIONS>STANDARD ADJUST
DR/2400	OPTIONS>STANDARD ADJUST

- Bật chế độ Standard Adjust và ghi nhận nồng độ hiển thị. Nếu nồng độ thay thế được sử dụng, nhập nồng độ và điều chỉnh đường chuẩn đến giá trị đó.

Đánh giá phương pháp

Thí nghiệm Tổng nitơ vô cơ được thiết kế để ước lượng tổng nitrat, nitrit và nitơ amoniac có trong một mẫu nước hoặc nước thải. Xét nghiệm này được áp dụng đối với việc giám sát các mẫu nước trong quy trình công nghiệp, nước thải xử lý, nơi mà điều quan trọng là theo dõi tổng nitơ vô cơ khi nó qua quy trình xử lý. Xét nghiệm này có khả năng hồi phục khác nhau đối với từng loại nitơ, như tóm tắt dưới đây. Xét nghiệm không được khuyến khích sử dụng khi chỉ xác định một trong ba loại. Trong trường hợp đó, quy trình cụ thể đối với từng chất phân tích cụ thể sẽ thích hợp hơn.

Nitrogen Form	Recovery
NH ₃ -N	112%
NO ₃ ⁻ -N	100%
NO ₂ ⁻ -N	77%

Program	Instrument	Standard	95% Confidence Limits of Distribution	Sensitivity—ΔConcentration per 0.010 ΔAbs
348	DR 5000	20.0 mg/L NO ₃ ⁻ -N	19.6–20.4 mg/L NO ₃ ⁻ -N	0.2 mg/L NO ₃ ⁻ -N
	DR 2800	20.0 mg/L NO ₃ ⁻ -N	19.6–20.4 mg/L NO ₃ ⁻ -N	0.2 mg/L NO ₃ ⁻ -N
	DR 2700	20.0 mg/L NO ₃ ⁻ -N	19.6–20.4 mg/L NO ₃ ⁻ -N	0.2 mg/L NO ₃ ⁻ -N
	DR/2500	20.0 mg/L NO ₃ ⁻ -N	17.0–22.2 mg/L NO ₃ ⁻ -N	0.2 mg/L NO ₃ ⁻ -N
	DR/2400	20.0 mg/L NO ₃ ⁻ -N	17.0–22.2 mg/L NO ₃ ⁻ -N	0.2 mg/L NO ₃ ⁻ -N

Tóm tắt phương pháp

Các ion Titanium (III) khử Nitrat và Nitrit thành Ammonia trong một môi trường nhất định. Sau khi ly tâm để loại bỏ các chất rắn, ammonia được kết hợp với clo để tạo thành monochloramine. Monochloramine phản ứng với salicylate để hình thành 5-aminosalicylate. Các aminosalicylate 5-bị oxy hóa trong sự hiện diện của chất xúc tác sodium nitroprusside để tạo thành một hợp chất màu xanh da trời. Màu xanh da trời của nó bị che bởi màu vàng của lượng thừa của các chất phản ứng nên cuối cùng tạo ra màu xanh lá cây. Kết quả thí nghiệm được đo ở 655 nm.

Danh mục các thiết bị và hóa chất có thể sử dụng và thay thế

Thuốc thử sử dụng

Description	Quantity/Test	Unit	Catalog number
Total Inorganic Nitrogen Pretreatment Reagent Set (TiCl ₃ Reduction Method)	—	25 tests	2604945
Test 'N Tube™ AmVer™ Nitrogen-Ammonia Reagent Set	—	25 tests	2604545
Water, deionized	1 mL	100 mL	27242

Dụng cụ sử dụng

Description	Quantity/Test	Unit	Catalog number
Centrifuge, 115 VAC, 6 x 15 mL	1	each	2676500
OR			
Centrifuge, 220 VAC, 6 x 15 mL	1	each	2676502
Funnel, micro	1	each	2584335
Pipet, TenSette®, 1.0–10.0 mL	1	each	1970010
Pipet Tips, for TenSette Pipet 19700-10	varies	50/pkg	2199798
Test Tube Rack	1	each	1864100
Gloves, Nitrile, Large ¹	1 pair	100/pkg	2550503

Dung dịch chuẩn

Description	Unit	Catalog number
Flask, volumetric Class A, 50-mL	each	1457441
Nitrate Nitrogen Standard Solution, 10-mg/L NO_3^- -N	500 mL	30749
Nitrate Nitrogen Standard Solution, 2-mL PourRite® Ampule, 500 mg/L	20/pkg	1426020
Pipet Filler, safety bulb	each	1465100
Pipet, TenSette, 0.1–1.0 mL	each	1970001
Pipet Tips, for TenSette Pipet 19700-01	50/pkg	2185696
Pipet Tips, for TenSette Pipet 19700-01	1000/pkg	2185628
Pipet Tips, for TenSette Pipet 19700-10	250/pkg	2199725
Pipet, volumetric Class A, 1.00 mL	each	1451535
Water, deionized	4 liters	27256

Các hóa chất và dụng cụ tùy chọn

Description	Unit	Catalog number
Cylinder, 25 mL mixing, tall form	each	2088640
Hydrochloric Acid, concentrated	—	13449
Sodium Hydroxide, 5.0 N	—	245026
Sodium Thiosulfate, 0.1 N	—	32332
Pipette, volumetric, Class A, 1.00-mL	1	each
PourRite Ampule breaker 2-mL	each	2484600
Voluette Ampule breaker 10 mL	each	2196800
Nitrate Nitrogen Standard Solution, 1-mg/L NH_3 -N	500 mL	204649
Nitrate Nitrogen Standard Solution, 100-mg/L NH_3 -N	500 mL	194749
Nitrate Nitrogen Standard Solution, 1000-mg/L NH_3 -N	500 mL	1279249
Nitrate Nitrogen Standard Solution, MDB, 15-mg/L NH_3 -N	100 mL	2415132
Nitrate Nitrogen Standard Solution, 10-mL Voluette® Ampules, 5 mg/L	16/pkg	2557810