

Nitơ, Ammonia

DOC316.53.01080

Phương pháp Salicylate¹

Phương pháp 10023

LR (0.02 đến 2.50 mg/L NH₃-N)

Test 'N Tube™

Phạm vi ứng dụng: áp dụng với nước, nước thải và nước biển.

¹ Dựa theo *Clin. Chim. Acta*, 14, 403 (1966)

 Chuẩn bị thí nghiệm:

Thông tin cụ thể cách sử dụng dụng cụ thí nghiệm

Bảng [Thông tin cụ thể-dụng cụ thích nghiệm](#) trình bày các yêu cầu khác nhau giữa các dụng cụ. Để sử dụng bảng này, chọn dụng cụ thí nghiệm sau đó đối chiếu sang ngang để tìm thông tin tương ứng cần thiết để thực hiện thí nghiệm.

Bảng 1 Thông tin cụ thể dụng cụ thí nghiệm

Instrument	Light shield	Adapter
DR 5000	—	—
DR 2800	LZV646	—
DR 2700	LZV646	—
DR/2500	—	—
DR/2400	—	5945700

Trước khi bắt đầu thí nghiệm:

Đối với máy DR2800 và DR2700: Đậy nắp chặn ánh sáng trong Cell Compartment #2 trước khi thực hiện thí nghiệm này. Thói quen an toàn tốt và kỹ thuật thí nghiệm cần được sử dụng trong suốt tiến trình thực hiện. Tham khảo Tài liệu thông tin an toàn vật liệu (MSDS) để biết thêm thông tin chi tiết về các chất thử được sử dụng.

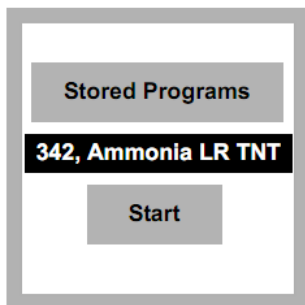
Chất thử Ammonia Salicylate có chứa sodium nitroferrocyanide. Dung dịch Cyanide được Federal RCRA quy định là chất thải gây hại. Thu thập dung dịch cyanide để xử lý như là chất thải phản ứng (D001). Đảm bảo rằng dung dịch Cyanide được lưu trữ trong dung dịch kiềm có độ pH > 11 để ngăn khí cyanide hình thành. Tham khảo tài liệu MSDS và các cơ quan quản lý địa phương để biết thêm thông tin xử lý an toàn các vật liệu này.

Thu thập các thiết bị sau:

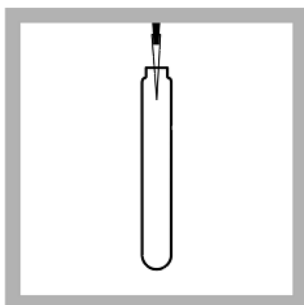
Description	Quantity
Low Range Test 'N Tube AmVer™ Nitrogen Ammonia Reagent	2
Light Shield or Adapter (see Instrument-specific information)	1
Funnel, micro (for adding reagent)	1
Pipet, TenSette®, 1.0–10.0 mL	1
Pipet Tips, for TenSette Pipet	varies

Xem [Bảng vật liệu tiêu hao và có thể thay thế](#) để biết thêm thông tin.

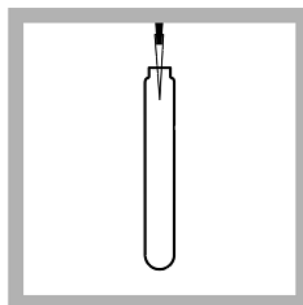
Phương pháp Salicylate, LR, TNT



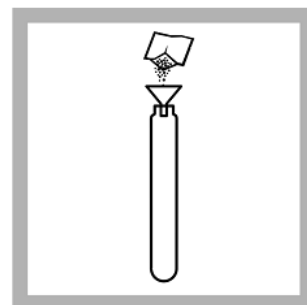
1. Chọn thí nghiệm.
Gắn tấm chắn sáng hoặc adapter nếu cần (xem bảng [Thông tin cụ thể-dụng cụ thích nghiệm](#))
Tham khảo hướng dẫn sử dụng để biết thêm thông tin định hướng



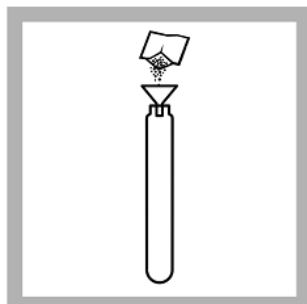
2. **Mẫu được chuẩn bị:**
Thêm 2.0mL mẫu vào ống Reagent Test 'N Tube AmVer™ Diluent sử dụng cho Low Range Ammonia Nitrogen



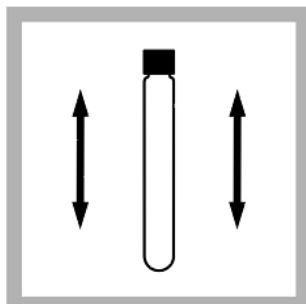
3. **Mẫu trắng:**
Thêm 2.0mL nước chứa ammonia tự do vào ống Test 'N Tube AmVer™ Diluent sử dụng cho Low Range Ammonia Nitrogen



4. Đổ gói dạng bột thuốc thử Ammonia Salicylate vào từng ống.



5. Đổ gói dạng bột thuốc thử Ammonia Cyanurate vào từng ống.



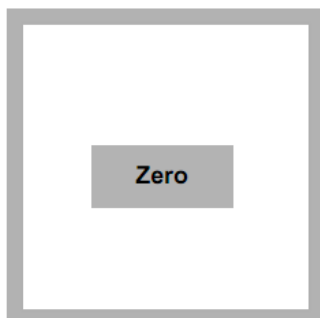
6. Đóng chặt nắp chai và lắc kỹ để hòa tan chất bột



7. Khởi động đồng hồ đếm giờ.
Bắt đầu chờ phản ứng kéo dài 20 phút



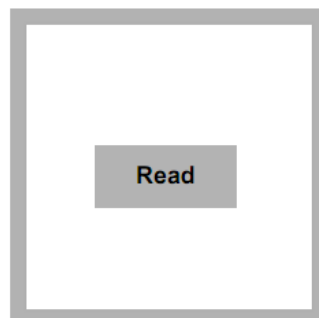
8.



9. Nhấn **ZERO**
Màn hình sẽ hiển thị :
0.00 mg/L $\text{NH}_3\text{-N}$



10.



11. Nhấn **READ**, kết quả theo đơn vị mg/L $\text{NH}_3\text{-N}$

Các chất gây nhiễu

Bảng 2 Các chất gây nhiễu

Các chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Calcium	2500 mg/L as CaCO_3
Sắt	Xác định lượng sắt có trong mẫu bằng cách sử dụng một trong các tiến trình sắt, tổng. Thêm dung dịch cùng nồng độ sắt vào nước có chứa ammonia tự do ở bước 3. Chất gây nhiễu sẽ hoàn toàn bị xóa sạch.
Magnesium	15,000 mg/L as CaCO_3
Monochloramine	Monochloramine có trong nước uống được khử bằng chloramine gây nhiễu trực tiếp ở mọi mức độ cho ra kết quả cao. Sử dụng phương pháp 10200, Ammonia tự do và Monochloramine, để xác định ammonia tự do trong những ma trận mẫu này.
Nitrate	250 mg/L as NO_3^- -N
Nitrite	30 mg/L as NO_2^- -N
Orthophosphate	250 mg/L as PO_4^{3-} -P
Độ pH	Mẫu có tính acid hoặc tính kiềm nên được điều chỉnh độ pH về xấp xỉ pH 7. Sử dụng dung dịch chuẩn Sodium Hydroxide ¹ 1 N cho mẫu có tính acid và dung dịch chuẩn Acid Hydrochloric ¹ 1 N đối với mẫu có tính kiềm
Sulfate	300 mg/L as SO_4^{2-}
Sulfide	- Đo khoảng 350 mL mẫu vào trong 1 bình Erlenmayer 500-mL - Đổ gói dạng bột Chất thử Sulfide Inhibitor¹. Khuấy để trộn đều - Lọc mẫu qua giấy lọc¹ được gấp lại - Sử dụng dung dịch đã được lọc ở bước 3
Các chất khác	Những chất gây nhiễu ít gặp hơn ví dụ như hydrazine và glycine sẽ gây ra màu sắc bị cường hóa trong mẫu được chuẩn bị. Độ đục và màu sắc sẽ cho ra giá trị cao sai. Cần phải chưng cất các mẫu chứa các chất gây nhiễu nghiêm trọng. Sử dụng phương pháp chưng cất với bộ General Purpose Distillation .

¹ Xem [Các thiết bị và chất thử tùy chọn](#).

Thu thập, bảo quản và lưu trữ mẫu

- Thu thập mẫu vào bình thủy tinh hoặc bình nhựa sạch. Đạt được kết quả tốt nhất khi phân tích ngay lập tức.
- Nếu biết trước có chlorine trong mẫu, nhỏ 1 giọt Sodium Thiosulfate* 0.1N tương ứng với mỗi 0.3 mg/L Cl_2 trong 1 lít mẫu.
- Bảo quản mẫu bằng cách làm giảm độ pH xuống 2 hoặc thấp hơn bằng cách sử dụng ít nhất 2mL Acid Hydrochloric.
- Lưu trữ ở 4°C (39°F) hoặc thấp hơn.
- Mẫu được bảo quản có thể lưu trữ đến 28 ngày
- Làm ấm mẫu được lưu trữ ngang với nhiệt độ phòng trước khi phân tích.
- Trung hòa mẫu được bảo quản thành độ pH 7 bằng Sodium Hydroxide 5.0 N trước khi phân tích.
- Tính toán kết quả thí nghiệm theo thể tích đã được bổ sung.

* Xem [Các thiết bị và chất thử tùy chọn](#).

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp bổ sung dung dịch chuẩn (mẫu spike)

Cần thiết cho việc kiểm tra độ chuẩn xác:

- Nitrogen, ống dung dịch chuẩn Ammonia Voulette® Ampule, 50-mg/L $\text{NH}_3\text{-N}$
- Dụng cụ bẻ ống Ampule
- TenSette Pipet và Pipet Tips
- Mixing cylinder, 25-mL, (3)

1. Sau khi ghi nhận kết quả thí nghiệm, đặt cốc đựng mẫu (mẫu chưa spike) vào thiết bị.
2. Chọn bổ sung dung dịch từ menu thiết bị:

Thiết bị	Điều hướng đến:
DR 5000	OPTIONS>MORE>STANDARD ADDITIONS
DR2800	OPTIONS>MORE>STANDARD ADDITIONS
DR2700	OPTIONS>MORE>STANDARD ADDITIONS
DR/2500	OPTIONS>STANDARD ADDITIONS
DR/2400	OPTIONS>STANDARD ADDITIONS

3. Chấp nhận giá trị mặc định đối với nồng độ dung dịch chuẩn, thể tích mẫu và thể tích spike. Sau khi giá trị được chấp nhận, quá trình ghi nhận kết quả mẫu chưa spike sẽ xuất hiện trên hàng đầu. Xem hướng dẫn sử dụng để biết thêm thông tin.
4. Mở ống ampule đựng dung dịch chuẩn
5. Sử dụng TenSette Pipet để chuẩn bị mẫu spike: thêm 0.1mL, 0.2mL và 0.3mL dung dịch chuẩn vào 3 phần mẫu sạch 25-mL trong 3 cylinder để xáo trộn.
6. Tiến hành theo quy trình thí nghiệm [Phương pháp Salicylate, LR, TNT](#) đối với từng mẫu spike. Đo từng mẫu spike bằng thiết bị.
7. Chọn **GRAPH** để xem kết quả. Chọn **IDEAL LINE** (hoặc best-fit) để so sánh dung dịch chuẩn.

Phương pháp dung dịch chuẩn

Lưu ý: Tham khảo hướng dẫn sử dụng thiết bị để xem hướng dẫn định hướng phần mềm cụ thể.

Cần thiết cho việc kiểm tra độ chuẩn xác:

- Dung dịch chuẩn Ammonia Nitrogen 1.0-mg/L
1. Sử dụng dung dịch chuẩn Ammonia Nitrogen 1.0-mg/L thay thế cho mẫu. Thực hiện theo quy trình thí nghiệm [Phương pháp Salicylate, LR, TNT](#).
 2. Để điều chỉnh đường cong hiệu chuẩn, sử dụng kết quả ghi nhận thu được với dung dịch chuẩn, điều chỉnh sang Standard Adjust trong phần mềm.

Thiết bị	Điều hướng đến:
DR 5000	OPTIONS>MORE>STANDARD ADJUSTS
DR2800	OPTIONS>MORE>STANDARD ADJUSTS
DR2700	OPTIONS>MORE>STANDARD ADJUSTS
DR/2500	OPTIONS>STANDARD ADJUSTS
DR/2400	OPTIONS>STANDARD ADJUSTS

3. Khởi động tính năng Standard Adjust và chấp nhận nồng độ được hiển thị. Nếu sử dụng một nồng độ thay thế, nhập nồng độ và điều chỉnh đường cong theo giá trị đó.

Hiệu suất của phương pháp

Chương trình	Thiết bị	Dung dịch chuẩn	Giới hạn phân phối tin cậy Chính xác 95%	Độ nhạy - Δ Nồng độ trên mỗi 0.010 Δ Abs
342	DR5000	1.00 mg/L NH ₃ -N	0.90-1.10 mg/L NH ₃ -N	0.014 mg/L NH ₃ -N
	DR2800	1.00 mg/L NH ₃ -N	0.90-1.10 mg/L NH ₃ -N	0.014 mg/L NH ₃ -N
	DR2700	1.00 mg/L NH ₃ -N	0.90-1.10 mg/L NH ₃ -N	0.014 mg/L NH ₃ -N
	DR/2500	1.00 mg/L NH ₃ -N	0.96-1.04 mg/L NH ₃ -N	0.015 mg/L NH ₃ -N
	DR/2400	1.00 mg/L NH ₃ -N	0.96-1.04 mg/L NH ₃ -N	0.015 mg/L NH ₃ -N

Tóm tắt phương pháp

Hợp chất Ammonia kết hợp với chlorine để tạo thành monochloramine. Monochloramine phản ứng với salicylate để tạo thành 5-aminosalicylate. 5-aminosalicylate bị oxy hóa bởi chất xúc tác sodium nitroprusside có trong dung dịch để tạo thành hợp chất màu xanh. Màu xanh được đánh dấu bởi màu vàng từ chất thử dư lại có trong dung dịch để cho ra một dung dịch màu xanh lá. Kết quả thí nghiệm được đo tại bước sóng 655 nm.

Các vật liệu tiêu hao và có thể thay thế

Chất thử cần thiết

Description	Quantity/Test	Unit	Catalog number
Reagent Set, Low Range Test 'N Tube™ AmVer™ Nitrogen Ammonia	2	25 tests	2604545

Các thiết bị cần thiết

Description	Quantity/Test	Unit	Catalog number
Funnel, micro (for adding reagent)	1	each	2584335
Pipet, TenSette®, 1.0 to 10.0 mL	1	each	1970010
Tube Rack	1–3	each	1864100

Các dung dịch chuẩn nên dùng

Description	Unit	Catalog number
Nitrogen Ammonia Standard Solution, 1.0-mg/L NH ₃ -N	500 mL	189149
Nitrogen Ammonia Standard Solution, 50-mg/L NH ₃ -N, 10-mL Voluette® Ampules	16/pkg	1479110
Pipet Tips, for TenSette Pipet 19700-10	250/pkg	2185625
Wastewater, Effluent Inorganics Standard, for NH ₃ -N, NO ₃ -N, PO ₄ , COD, SO ₄ , TOC	500 mL	2833249
Water, deionized	4L	27256

Các thiết bị và chất thử tùy chọn

Description	Unit	Catalog number
Cylinders, mixing, 25 mL	each	2088640
Distillation Set, general purpose	each	2265300
Filter Funnel, poly, 65 mm	each	108367
Filter Paper, folded, 12.5 cm	100/pkg	189457
Pipet Tips, for TenSette Pipet 1970010	varies	50/pkg
Ampule Breaker, Voluette	each	2196800
Heater and Support Apparatus, 115 VAC, 60 Hz	each	2274400
Heater and Support Apparatus, 230 VAC, 50 Hz	each	2274402
Pipet, 2 mL seriological	each	50549
Pipet Filler, safety bulb	each	1465100
Hydrochloric Acid Standard Solution, 1 N	1000 mL	2321353
Hydrochloric Acid, concentrated ACS	500 mL	13449
Sodium Hydroxide Standard Solution, 1 N	100 mL	104532
Sodium Hydroxide Standard Solution, 5.0 N	100 mL	245026
Sulfide Inhibitor Reagent Powder Pillows	100/pkg	241899



ĐỂ HỖ TRỢ KỸ THUẬT, THÔNG TIN GIÁ CẢ VÀ ĐẶT

HÀNG:

In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224

Outside the U.S.A. – Liên hệ văn phòng công ty HACH hoặc nhà phân phối của bạn.

On the Worldwide Web – www.hach.com

HACH COMPANY

WORLD HEADQUARTERS Telephone: (970) 669-3050

FAX: (970) 669-2932

