

Tổng Nitơ

DOC316.53.01087

Phương pháp phá mẫu với persulfate

Phương pháp 10208

LR (1 đến 16 mg/L N)

TNTplus™ 826

Phạm vi ứng dụng: nước và nước thải

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 sử dụng

Thiết bị	Tấm chắn sáng
DR 5000	—
DR 2800	LZV646

Trước khi làm thí nghiệm

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

Đọc các hướng dẫn an toàn và hạn sử dụng trên bao bì.

Nhiệt độ của mẫu và các chất phản ứng nên ở khoảng 15 – 25°C. Nhiệt độ bảo quản thuốc thử khuyến khích ở 15 – 25°C (59 – 77°F).

pH của mẫu cần nằm trong khoảng từ 3 – 12.

Để xác định tổng Nitơ cần tiến hành bước phá mẫu.

Nếu thí nghiệm không được tiến hành ở khoảng nhiệt độ đã nêu trên thì kết quả có thể sẽ bị sai.

Chỉ sử dụng nước khử ion chất lượng cao hoặc nước không chứa chất hữu cơ để chuẩn bị dung dịch chuẩn nitơ hoặc để pha loãng mẫu và chuẩn bị mẫu trắng thuốc thử.

Các Phương pháp TNTplus sẽ được kích hoạt từ menu chính khi ống chứa mẫu được đặt vào buồng đo tương thích

QUAN TRỌNG: dung dịch sodium hydroxide (NaOH) A/ viên chứa chất oxi hóa B/ Microcap C:

Sau khi thêm thuốc thử A, B và C, các chai hóa chất phải được đậy lại ngay lập tức.

QUAN TRỌNG: các ống phản ứng (Ø 20mm):

Không dùng các ống phản ứng quá 13 lần. Sau khi sử dụng, rửa sạch bằng cọ xoắn và nước, sau đó súc lại bằng nước cất không chứa Nitơ và sấy khô.

QUAN TRỌNG: độ đục

Độ đục thấp không gây ảnh hưởng; nếu độ đục cao thì sau khi thêm Microcap C, cần phải để mẫu lắng trước khi hút mẫu đã phân hủy (lấy bằng pipette).

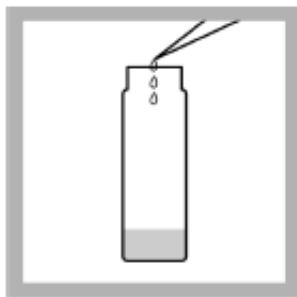
Các dụng cụ cần dùng

Mô tả	Số lượng
Nitrogen, Total, HR TNT826 Reagent Set	1
Bếp nung DRB200, lỗ 20-mm	1
Tấm che sáng (chỉ cần với DR 2800)	1
Pipettor for 1–5 mL volumes	1
Pipettor Tips for 1–5 mL pipettor	2
Pipettor for 100–1000 FL sample	1
Pipettor Tips for 100–1000 FL pipettor	2

Phương pháp phá mẫu với Persulfate



1. Khởi động bếp nung DRB200 và để gia nhiệt đến 100°C

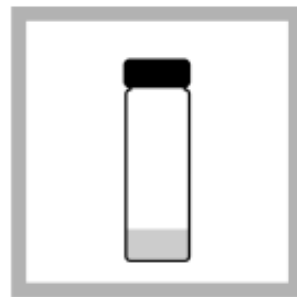


2. Thêm nhanh **1.3 mL** mẫu, **1.3 mL** dung dịch A và 1 viên hóa chất B vào một ống phản ứng 20mm khô.

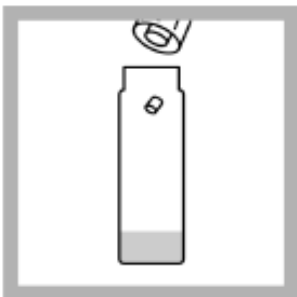
Đậy nắp ống phản ứng ngay lập tức. Không đảo



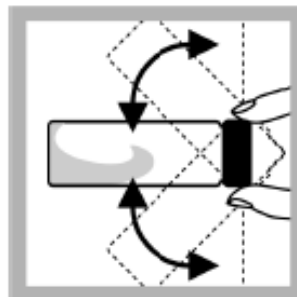
3. Đặt các ống phản ứng vào buồng phản ứng và đậy nắp lại. Gia nhiệt trong một giờ.



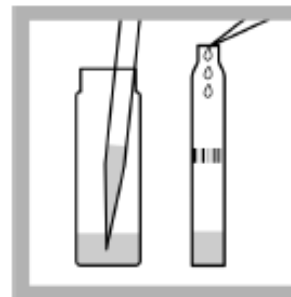
4. Lấy ống phản ứng ra khỏi bếp. Làm nguội ống đến nhiệt độ phòng ($15 - 20^{\circ}\text{C}$)



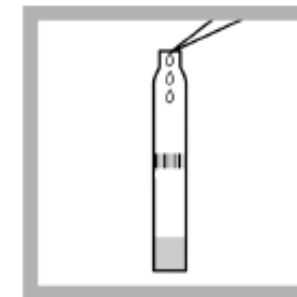
5. Sau khi ống phản ứng đã được làm nguội, mở nắp và cho một MicroCap C vào.



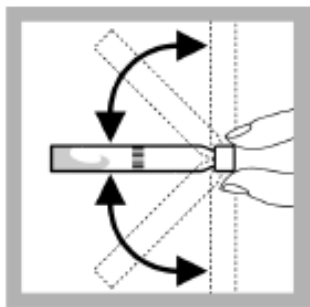
6. Đậy nắp và đảo ống từ 2 đến 3 lần cho đến khi không còn thấy các sọc màu trong dung dịch



7. Dùng pipette lấy 0.5 mL (500 μL) mẫu đã phân hủy từ ống phản ứng cho vào một ống nghiệm.



8. Dùng pipette lấy 0.2 mL (200 μL) dung dịch D cho vào ống nghiệm



9. Nhanh chóng đậy nắp và đảo ống nghiệm 2 – 3 lần cho đến khi không còn thấy các sọc màu trong dung dịch



10. Chờ 15 phút



11. Sau khi hết thời 15 phút, lau sạch ống nghiệm và đặt vào buồng đo của máy quang phổ.

Máy đọc mã vạch trên ống nghiệm sau đó tự gọi chương trình và thực hiện phép đo.

Kết quả được hiển thị theo đơn vị mg/L N.

Máy không cần đọc zero.

Mẫu trắng thuốc thử

Có thể đo mẫu trắng thuốc thử và giá trị này được trừ vào mỗi kết quả thí nghiệm được thực hiện. Sử dụng nước khử ion không chứa Nitơ để thay thế cho mẫu trong thí nghiệm với Persulfate.

Để trừ kết quả của mẫu trắng khi thực hiện một loạt các thí nghiệm:

1. Đo mẫu trắng ở bước 11
2. Bật chế độ đo mẫu trắng thuốc thử
3. Giá trị đo được của mẫu trắng được hiển thị trong ô hiện sáng. Xác nhận giá trị này.

Giá trị của mẫu trắng từ khi đó sẽ được trừ vào tất cả các kết quả đo được với mẫu cho đến khi tắt chức năng này hoặc một phương pháp khác được chọn sử dụng. Hoặc là mẫu trắng sẽ được ghi lại và nhập vào sau này khi cần bằng cách nhấn chọn vào ô sáng, dùng phím để nhập vào giá trị.

Chất gây nhiễu

Các ion nằm trong danh sách *Các chất ảnh hưởng* phải được kiểm tra riêng để biết nồng độ và đảm bảo không gây ảnh hưởng đến thí nghiệm này. Hiệu ứng tích lũy của những ion này hoặc ảnh hưởng từ những ion khác chưa được xác định.

Bảng 2 Các chất gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Ngưỡng gây nhiễu
COD	400mg/L
Chloride, Cl ⁻	800mg/L

Thu thập, chuẩn bị và bảo quản mẫu

- Thu mẫu vào bình thủy tinh hoặc nhựa. Kết quả thu được là tốt nhất khi mẫu được phân tích ngay sau khi thu thập
- Bảo quản mẫu ở pH nhỏ hơn hoặc bằng 2 bằng acid sulfuric (H₂SO₄) đậm đặc (tối thiểu là 2 mL/L).
- Bảo quản mẫu ở 4°C (39°F) hoặc thấp hơn. Mẫu có thể được lưu trữ đến 28 ngày.
- Làm nóng mẫu được bảo quản đến 15 – 25°C và trung hòa mẫu bằng sodium hydroxide (NaOH) trước khi phân tích.
- Tính toán kết quả thí nghiệm với thể tích mẫu bị gia tăng do điều chỉnh mẫu.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp dung dịch chuẩn

Lưu ý: xem phần hướng dẫn sử dụng thiết bị để có thông tin hướng dẫn sử dụng riêng

Yêu cầu cho việc kiểm tra độ chính xác:

- 10 mg/L ammonia nitrogen chuẩn

Hoặc

- Dung dịch chuẩn cho nhiều thông số vô cơ trong nước thải đầu vào
1. Sử dụng một trong số những chất sau để thay cho mẫu.
 - Dùng 1.3 mL 10mg/L ammonia nitrogen chuẩn để thay cho mẫu trong bước 2
 - Dùng 1.3 mL dung dịch chuẩn hỗn hợp các thông số chất vô cơ trong nước thải để thay cho mẫu trong bước 2. Chuẩn này chứa 2 mg/L NH₃-N và 4 mg/L NO₃-N, tạo thành hỗn hợp chứa 6 mg/L Nitơ tổng.
 2. Thực hiện theo quy trình thí nghiệm của phương pháp phá mẫu với persulfate.
 3. Để điều chỉnh đường chuẩn bằng giá trị thu được từ dung dịch chuẩn, sử dụng chế độ Điều chỉnh chuẩn (Standard Adjust) 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

4. Bật chế độ Điều chỉnh chuẩn và xác nhận nồng độ hiển thị trên máy. Nếu sử dụng nồng độ thay thế, nhập nồng độ và điều chỉnh đường cong tới giá trị đó.

Tóm tắt phương pháp

Nitơ vô cơ và hữu cơ bị oxi hóa thành nitrate thông qua quá trình phân hủy bằng peroxodisulfate. Các ion nitrate phản ứng với 2,6-dimethylphenol trong môi trường acid sulphuric và phosphoric tạo ra nitrophenol. Kết quả thí nghiệm được đo ở bước sóng 345 nm.

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

Thuốc thử sử dụng

Description	Unit	Catalog number
Nitrogen Total, LR TNT828 Reagent Set	25 vials	TNT828

Dụng cụ sử dụng

Description	Quantity/Test	Unit	Catalog number
DRB200 Reactor, 115 V, 9x13mm + 2x20 mm (mono block)	1	each	DRB20001
OR			
DRB200 Reactor, 230 V, 9x13mm + 2x20 mm (mono block)	1	each	DRB20005
Pipet, variable, 1–5 mL	1	each	2795100
Pipet Tips, for 27951-00 pipet	2	100/pkg	2795200
Pipet, variable volume, 100–1000 µL	1	each	2794900
Pipet Tips, for 27949-00 pipet	1	400/pkg	2795000

Dung dịch chuẩn

Description	Unit	Catalog number
Ammonia Nitrogen Standard Sol., 1000-mg/L NH ₃ -N	1 L	2354153
Ammonia Nitrogen Standard Sol., 10-mg/L NH ₃ -N	500 mL	15349
Sodium Hydroxide, 5 N	50 mL	245026
Sulfuric Acid, concentration	500 mL	97949
Wastewater Mixed Inorganic Standard for NH ₃ -H, NO ₃ -N, PO ₄ , COD, SO ₄ , TOC	500 mL	2833149
Water, deionized	500 mL	27249
Water, organic-free	500 mL	2641549

Các hóa chất và dụng cụ tự chọn

Description	Unit	Catalog number
Bottle, sampling, low density poly, w/cap, 500 mL	12/pkg	2087079
DRB200 Reactor, 115 V, 21x13mm + 4x20 mm (dual block)	each	DRB20002
DRB200 Reactor, 115 V, 12x13mm + 8x20 mm (dual block)	each	DRB20004
DRB200 Reactor, 230 V, 21x13mm + 4x20 mm (dual block)	each	DRB20006
DRB200 Reactor, 230 V, 12x13mm + 8x20 mm (dual block)	each	DRB20008
TNTplus Reactor adapter sleeves, 16-mm to 13-mm diameter	5/pkg	2895805
Test Tube Brush	each	69000
PourRite® Ampule breaker 2-mL	each	2484600
Voluette® Ampule breaker 10 mL	each	2196800
Ammonia Nitrogen Standard Solution, 1-mg/L NH ₃ -N	500 mL	189149
Ammonia Nitrogen Standard Solution, 100-mg/L NH ₃ -N	500 mL	2406549
Ammonia Nitrogen Standard Solution, 2-mL PourRite Ampule, 50 mg/L	20/pkg	1479120
Ammonia Nitrogen Standard Solution, 10-mL Voluette Ampules, 10 mg/L	16/pkg	1479110
Ammonia Nitrogen Standard Solution, 10-mL Voluette Ampules, 150 mg/L	16/pkg	2128410
Ammonia Nitrogen Standard Solution, 10-mL Voluette Ampules, 160 mg/L	16/pkg	2109110