

# Tổng Nito

DOC316.53.01089

Phương pháp phá mẫu với persulfate

Phương pháp 10208

UHR (20 đến 100 mg/L N)

TNTplus™ 828

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        |
| DR 2700  | LZV646        |

## 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.

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 Nito 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 nito 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 nghiệm 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).

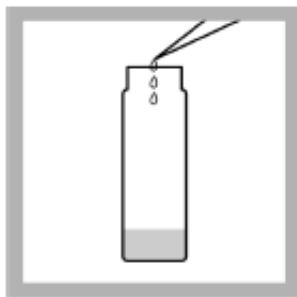
### Các dụng cụ cần dùng

| Mô tả                                   | Số lượng |
|-----------------------------------------|----------|
| Nitrogen, Total, UHR TNT828 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 µL sample         | 1        |
| Pipettor Tips for 100–1000 µL pipettor  | 2        |

## Phương pháp phá mẫu với Persulfate



1. Khởi động bếp nung DRB200 và để gia nhiệt đến  $100^{\circ}\text{C}$

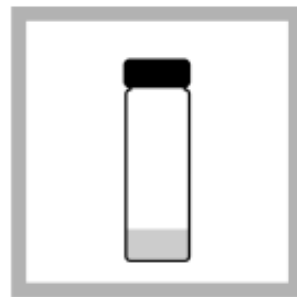


2. Thêm nhanh **0.2 mL** mẫu, **2.3 mL** dung dịch A và 1 viên hóa chất B vào một ống phản ứng 20mm khô.

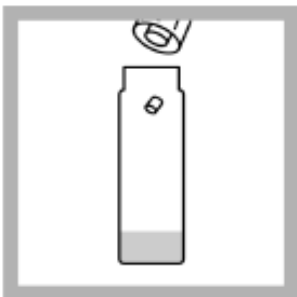
Đậy nắp ống phản ứng ngay lập tức. Không đảo ống.



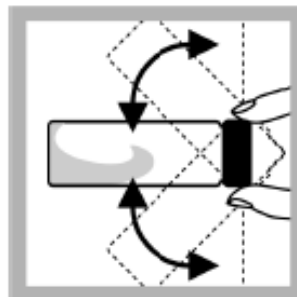
3. Đặt các ống phản ứng vào buồng phản ứng và đậy nắp lại. Gia nhiệt trong một giờ.



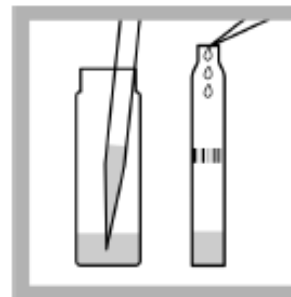
4. Lấy ống phản ứng ra khỏi bếp. Làm nguội ống đến nhiệt độ phòng ( $15 - 20^{\circ}\text{C}$ )



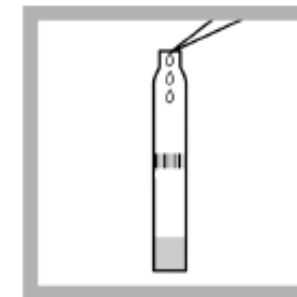
5. Sau khi ống phản ứng đã được làm nguội, mở nắp và cho một MicroCap C vào.



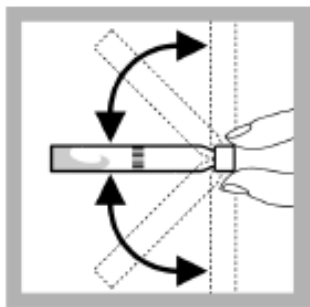
6. Đậy nắp và đảo ống từ 2 đến 3 lần cho đến khi không còn thấy các sọc màu trong dung dịch



7. Dùng pipette lấy 0.5 mL (500  $\mu\text{L}$ ) mẫu đã phân hủy từ ống phản ứng cho vào một ống nghiệm.



8. Dùng pipette lấy **0.2 mL (200  $\mu\text{L}$ )** 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                       | 2500mg/L         |
| Chloride, Cl <sup>-</sup> | 5000mg/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 (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) đậm đặc (tối thiểu là 2 mL/L).
- Bảo quản mẫu ở 4<sup>0</sup>C (39<sup>0</sup>F) hoặc thấp hơn. Mẫu có thể được lưu trữ đến 28 ngày.
- Làm nóng mẫu được bảo quản đến 15 – 25<sup>0</sup>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:

- 1000 mg/L ammonia nitrogen chuẩn
- Bình đong thể tích 100mL
- Pipet
- Nước khử ion

Hoặc

- Dung dịch chuẩn cho nhiều thông số vô cơ trong nước thải đầu vào

1. Chuẩn bị 500mg/L ammonia nitơ chuẩn như sau:

- a. Pipet 0.5 mL của 1000mg/L ammonia nitrogen chuẩn vào bình đong 100mL

b. Pha loãng đến vạch 100 mL bằng nước khử ion, đậy nút và đảo ngược để trộn lẫn.

c. Sử dụng 0,2 mL của Amonia nitơ chuẩn 50 mg/L thay cho mẫu ở bước

#### HOẶC

1. Sử dụng 0.5 mL của dung dịch chuẩn cho nhiều thông số vô cơ trong nước thải đầu vào thay cho mẫu trong bước 2. Chuẩn này có chứa 15 mg/L amonia nitơ và 10 mg/L nitrat nitơ, tạo ra hỗn hợp chứa 25 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 đường chuẩn trên màn hình.

| 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 đường chuẩn và xác nhận nồng độ hiển thị trên máy. Nếu sử dụng nồng độ thay thế, nhập nồng độ và điều chỉnh đường chuẩn 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, UHR TNT828 Reagent Set | 25 vials | TNT828         |

## Dụng cụ sử dụng

| Description                                               | Quantity/Test | Unit    | Catalog number |
|-----------------------------------------------------------|---------------|---------|----------------|
| DRB200 Reactor, 115 V, 9 x 13 mm + 2 x 20 mm (mono block) | 1             | each    | DRB20001       |
| OR                                                        |               |         |                |
| DRB200 Reactor, 230 V, 9 x 13 mm + 2 x 20 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 <sub>3</sub> -N                                                                 | 1 L    | 2354153        |
| Ammonia Nitrogen Standard Solution, 2-mL PourRite® Ampule, 50 mg/L                                                           | 20/pkg | 1479120        |
| Sodium Hydroxide, 5 N                                                                                                        | 50 mL  | 245026         |
| Sulfuric Acid, concentration                                                                                                 | 500 mL | 97949          |
| Wastewater Mixed Inorganic Standard for NH <sub>3</sub> -H, NO <sub>3</sub> -N, PO <sub>4</sub> , COD, SO <sub>4</sub> , 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, 21 x 13mm + 4 x 20 mm (dual block)            | each   | DRB20002       |
| DRB200 Reactor, 115 V, 12 x 13mm + 8 x 20 mm (dual block)            | each   | DRB20004       |
| DRB200 Reactor, 230 V, 21 x 13mm + 4 x 20 mm (dual block)            | each   | DRB20006       |
| DRB200 Reactor, 230 V, 12 x 13mm + 8 x 20 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, 100-mg/L NH <sub>3</sub> -N      | 500 mL | 2406549        |
| 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        |