

Phương pháp Salicylate

Phương pháp 8155

0.04 đến 0.5 mg/L NH₃-N

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

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

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	Cốc mẫu	Hướng đặt cốc	Adapter
DR 5000	2495402	Vạch hướng về người sử dụng	A23618
DR 2800	2495402	Vạch hướng bên phải	—
DR 2700	2495402	Vạch hướng bên phải	—
DR/2500	2427606	—	—
DR/2400	2427606	—	—

Trước khi làm thí nghiệm

Màu xanh lá sẽ đậm dần khi có NH₃-N trong mẫu.

Thuốc thử ammonia salicylate chứa natri nitroferricyanide. Theo đạo luật liên bang RCRA, các dung dịch cyanua là chất thải độc hại. Các dung dịch cyanua phải được thu gom để loại bỏ như chất thải hoạt tính (D001). Phải đảm bảo rằng các dung dịch cyanua được dự trữ trong một dung dịch kiềm có pH > 11 để ngăn khí cyanua hình thành. Tham khảo MSDS hiện hành và các qui định nội bộ để biết thêm thông tin về cách loại bỏ an toàn các chất này.

Các dụng cụ cần dùng

Mô tả	Số lượng
Ammonia Cyanurate Reagent pillows	2
Ammonia Salicylate Reagent pillows	2
Sample Cells (see Instrument-specific information)	2
Stopper for sample cells	2

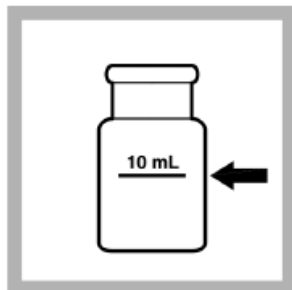
Xem Danh mục các thiết bị và hóa chất có thể sử dụng và thay thế để biết thêm thông tin.

Phương pháp Salicylate, sử dụng thuốc thử gói bột

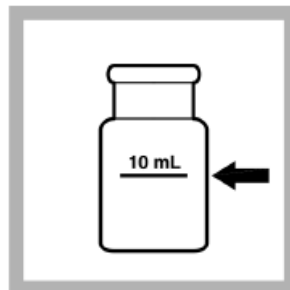


1. chọn thí nghiệm.
Chèn adapter thích hợp nếu cần (xem Thông tin thiết bị).

Tham khảo hướng dẫn sử dụng để định hướng.



2. chuẩn bị mẫu: đổ mẫu vào cốc đến vạch 10 mL



3. chuẩn bị mẫu trắng: đổ nước khử ion đến vạch 10 mL của cốc đo khác.



4. cho một gói bột **Ammonia salicylate** vào mỗi cốc.



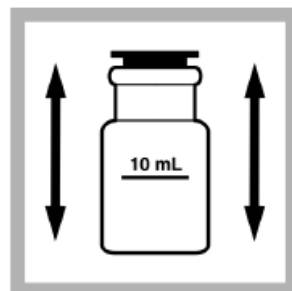
- 5.ậy nút và lắc để hòa tan bột.



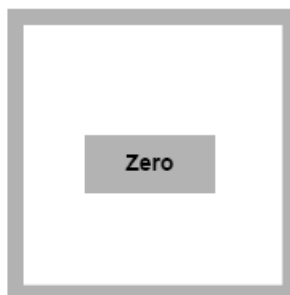
6. hời động đồng hồ đếm thời gian trên máy. Bắt đầu để thời gian phản ứng là 3 phút.



7. hi hết thời gian, thêm một gói bột thuốc thử **Ammonia cyanurate** vào mỗi cốc.



- 8.ậy nút và lắc để hòa tan bột.



9. hời động đồng hồ đếm thời gian trên máy. Bắt đầu để thời gian phản ứng là 15 phút.

Màu xanh lá sẽ đậm dần khi có amoniac nitơ
10. hi hết thời gian, lau sạch cốc chứa mẫu trắng bên ngoài và đặt vào buồng đo.
11. ảm ZERO.

Màn hình sẽ hiển thị: 0.00 mg/L NH_3 -N
12. au sạch cốc chứa mẫu vào buồng đo.

Đọc kết quả, đơn vị là mg/L NH_3 -N

Chất gây nhiễu

Bảng 2 Các chất gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Canxi	>1000 mg/L CaCO_3
Sắt	Ở mọi mức độ. Loại bỏ ảnh hưởng của sắt như sau: 1. Xác định lượng sắt có trong mẫu, sử dụng một trong các phương pháp sắt tổng. 2. Thêm chính xác nồng độ sắt vào nước khử ion trong bước 2. Sự ảnh hưởng sẽ bị loại bỏ.
Magie	>6000 mg/L CaCO_3
Monochloramine	Monochloramine có trong nước uống chứa chloramines trực tiếp gây nhiễu ở tất cả các mức độ, khiến kết quả cao hơn bình thường. Dùng phương pháp 10200, Ammonia và Monochloramine tự do, để xác định lượng ammonia tự do có trong các chất nền của mẫu.
Nitrite	>100 mg/L NO_2^- - N
Nitrate	>12 mg/L NO_3^- - N
Phosphate	>100 mg/L PO_4^{3-} - P
Sulfate	>300 mg/L SO_4^{2-}
Sulfide	Sulfide sẽ tạo màu đậm. Loại bỏ ảnh hưởng của sulfide như sau: 1. Lấy khoảng 350 mL mẫu cho vào một Erlenmeyer 500 mL. 2. Thêm một gói bột chất ức chế sulfide. Lắc đều. 3. Lọc mẫu bằng giấy lọc và phễu lọc. 4. Dùng dung dịch trong bước 3.
Khác	Các chất gây nhiễu ít phổ biến hơn như hydrazine và glycine sẽ gây màu đậm trong mẫu chuẩn bị. Độ đục và màu sẽ khiến kết quả tăng lên. Những mẫu chứa chất gây nhiễu mạnh cần được chưng cất. Dùng

	phương pháp chứng cất với bộ dụng cụ chứng cất General Purpose.
--	---

Xem phần Dụng cụ và Hóa chất tùy chọn

Thu thập, chuẩn bị và bảo quản mẫu

- Thu mẫu vào bình thủy tinh hoặc nhựa. Tiến hành phân tích ngay sẽ thu được kết quả tốt nhất.
- Nếu mẫu có chứa clo, thêm 1 giọt natri thiosulfate 0.1 N cho mỗi 0.3 mg/L Cl_2 trong 1 lít mẫu.
- Bảo quản mẫu ở pH nhỏ hơn hoặc bằng 2 bằng tối thiểu là 2 mL axit sulfuric.
- 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 nhiệt độ phòng và trung hòa mẫu đến pH = 7 bằng natri hydroxide (NaOH) 5 N trước khi phân tích.
- Điều chỉnh kết quả thí nghiệm nếu có pha loãng thể tích.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp thêm chuẩn (spike mẫu)

Yêu cầu cho việc kiểm tra độ chính xác:

- Dung dịch chuẩn amoniac nitơ, 10 mg/L $\text{NH}_3\text{-N}$
 - TenSette Pipet và pipet Tips
 - Ống đồng 25 mL (3)
1. Sau khi đọc kết quả thí nghiệm lấy cốc đo (mẫu chưa thêm chuẩn) ra khỏi thiết bị
 2. Chọn mục bổ sung dung dịch chuẩn 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 0.2 mL, 0.4 mL and 0.6 mL chuẩn lần lượt vào 3 mẫu sạch 25 mL chứa trong 3 ống đong.
6. Thực hiện phương pháp Salicylate, TNT cho từng mẫu thêm chuẩn, bắt đầu với mẫu 0.2 mL. Đo từng mẫu bằng thiết bị.
7. Chọn GRAPH để xem kết quả. Chọn IDEAL LINE (hoặc best-fit) để so sánh chuẩn.

Phương pháp dung dịch chuẩn

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

Yêu cầu cho việc kiểm tra độ chính xác:

- Dung dịch chuẩn
amoniac nitơ, 10 mg/L
HOẶC
 - Dung dịch chuẩn
amoniac nitơ, 50 mg/L $\text{NH}_3\text{-N}$
 - Nước khử ion
 - Bình thể tích 100 mL
 - loại A
 - Pipet thể tích 4 mL loại A
HOẶC
 - TenSette Pipet, 0.1 – 1.0 mL và Pipet Tips.
1. Chuẩn bị dung dịch chuẩn amoniac nitơ 0.4 mg/L như sau:
 - Pha loãng 4.00 mL dung dịch chuẩn amoniac nitơ 10 mg/L tới 100 mL bằng nước khử ion.
HOẶC
 - Dùng TenSette Pipet để pha loãng 0.8 mL dung dịch chuẩn amoniac nitơ 50 mg/L $\text{NH}_3\text{-N}$ tới 100 mL bằng nước khử ion.
 2. Sử dụng dung dịch 0.4 mg/L thay cho mẫu. Thực hiện theo quy trình thí nghiệm của phương pháp Salicylate cho gói bột.
 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.

Hiệu quả phương pháp

Program	Instrument	Standard	Precision—95% Confidence Limits of Distribution	Sensitivity—Concentration per 0.010 ΔAbs
385	DR 5000	0.40 mg/L NH ₃ -N	0.38–0.42 mg/L NH ₃ -N	0.004 mg/L NH ₃ -N
	DR 2800	0.40 mg/L NH ₃ -N	0.38–0.42 mg/L NH ₃ -N	0.004 mg/L NH ₃ -N
	DR 2700	0.40 mg/L NH ₃ -N	0.38–0.42 mg/L NH ₃ -N	0.004 mg/L NH ₃ -N
	DR/2500	0.30 mg/L NH ₃ -N	0.25–0.35mg/L NH ₃ -N	0.004 mg/L NH ₃ -N
	DR/2400	0.30 mg/L NH ₃ -N	0.25–0.35mg/L NH ₃ -N	0.004 mg/L NH ₃ -N

Tóm tắt phương pháp

Hợp chất ammonia kết hợp với chlorine, tạo thành monochloramine. Monochloramine phản ứng với salicylate tạo 5-aminosalicylate. Khi có chất xúc tác là natri nitroprusside, 5-aminosalicylate bị oxi hóa tạo thành một hợp chất màu xanh da trời. Màu xanh da trời bị che bởi màu vàng do hóa chất dư nên dung dịch sẽ có màu xanh lá. Kết quả thí nghiệm được đo ở bước sóng 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
Ammonia Nitrogen Reagent Set for 10-mL samples (100 tests), includes:	—	—	2668000
Includes:			
(2) Ammonia Cyanurate Reagent Powder Pillows	2	100/pkg	2653199
(2) Ammonia Salicylate Reagent Powder Pillows	2	100/pkg	2653299

Dung dịch chuẩn và dụng cụ khuyến khích sử dụng

Description	Unit	Catalog number
Nitrogen, Ammonia Standard Solution, 10-mg/L NH ₃ -N	500 mL	15349
Nitrogen, Ammonia Standard Solution, 10-mL Voluette® Ampule, 50-mg/L NH ₃ -N	16/pkg	147910
Wastewater, Effluent Inorganics, for NH ₃ -N, NO ₃ -N, PO ₄ , COD, SO ₄ , TOC	500 mL	2833249
Pipet, TenSette® 0.1 - 1.0 mL	each	1970001
Pipet Tips, for TenSette Pipet 1970001	50/pkg	2185696
Pipet Tips, for TenSette Pipet 1970001	1000/pkg	2185628
Flask, volumetric, Class A, 100 mL	each	1457442
Pipet, volumetric, Class A, 4.00 mL	each	1451504
Stopper, 18 mm	each	6/pkg
Water, deionized	4 L	27256

Thuốc thử và dụng cụ tùy chọn

Description	Unit	Catalog number
Cylinder, mixing, 25-mL	each	2088640
Distillation Set, general purpose	each	2265300
Erlenmeyer Flask, 500 mL	each	50549
Filter Funnel, Analytical PP, 65 mm	each	108367
Filter Paper, folded, 12.5 cm	100/pkg	189457
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	53236
Ampule breaker, Voluette	each	2196800
Sodium Hydroxide Standard Solution, 5.0 N	50 mL SCDB	245026
Sulfide Inhibitor Reagent Powder Pillow	100/pkg	241899
Sulfuric Acid, Conc	500 mL	97949

