

Nitrogen, Ammonia

Phương pháp 8155

Powder Pillows

Salicylate Method¹

(0.01 đến 0.50 mg/L NH₃-N)

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

¹ Được lấy từ *Clin. Chim. Acta.*, 14, 403 (1966)

Ammonia (0.01 to 0.50 mg/L)

Màu xanh lá sẽ xuất hiện như có ammonia hiện diện trong mẫu

Powder Pillows

Method 8155



1. Nhấn Stored Programs

Chọn chương trình số 385 N, Ammonia, Salic.
Sau đó nhấn nút **START**



2. Đổ 10mL mẫu
vào ống đầy tròn
đến vạch định
mức



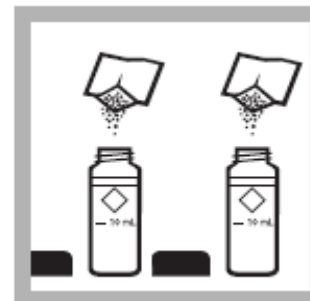
3. Đổ 10mL nước
khử ion vào một
ống đầy tròn thứ
hai (đây là mẫu
trắng)



4. Cho vào từng ống
1 gói thuốc thử
Ammonia
Salicylate. Đậy
nút lại và lắc cho
bột hòa tan hoàn
toàn trong mỗi
ống.



5. Nhấn chọn biểu
tượng **TIMER** >
OK
Đề 3 phút cho
phản ứng xảy ra.



6. Khi đồng hồ đếm
xong 3 phút và
phát ra tiếng bip.
Cho vào từng ống
một gói Ammonia
Cyanurate
Reagent. Đậy nút
lại và lắc cho bột



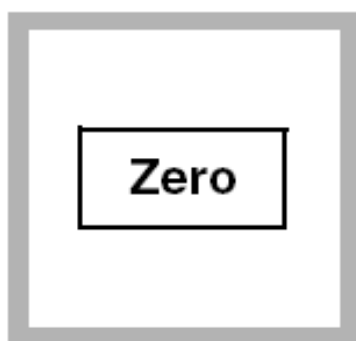
7. Nhấn chọn biểu
tượng **TIMER** >
OK
Chờ 15 phút cho
phản ứng xảy ra.
Mẫu sẽ xuất hiện
màu xanh lá cây
nếu có ammonia



8. Khi đồng hồ
đếm phát ra
tiếng bip, đặt
ống mẫu trắng
vào buồng đo.

hòa tan hoàn toàn
trong ống.

hiện diện.



9. Nhấn ZERO.
Màn hình sẽ xuất
hiện là 0.00 mg/L
NH₃-N



10. Lau bên ngoài
ống chứa mẫu
và đặt vào
buồng đo. Nhấn
READ, kết quả
sẽ cho ra theo
đơn vị là mg/L
NH₃-N.

Các chất cản trở

Bảng 1 Các chất cản trở và mức độ

Chất cản trở	Mức độ
Canxi	Lớn hơn 1000 mg/L CaCO ₃ .
Sắt	Tất cả các mức. Điều chỉnh sai số bằng cách 1. Xác định lượng sắt có trong mẫu theo 1 trong các quy trình xác định Sắt, Sắt tổng 2. Cho cùng nồng độ sắt đã được xác định vào mẫu không có ammonia ở bước 3. Chất gây nhiễu sẽ được loại trừ trong kết quả thu được.
Magie	Lớn hơn 6000 mg/L CaCO ₃ .
Nitrate	Lớn hơn 100 mg/L NO ₃ ⁻ -N
Nitrit	Lớn hơn 12 mg/L NO ₂ ⁻ -N
Photphat	Lớn hơn 100 mg/L PO ₄ ³⁻ -P
Sulfate	Lớn hơn 300 mg/L SO ₄ ²⁻
Sulfite	Sulfite sẽ làm tăng cường độ màu, Loại trừ sulfite gây nhiễu bằng cách: 1. Đong khoảng 350 mL mẫu c ho vào 500-mL Erlenmeyer flask (Cat. No. 505-49). 2. Cho một gói Sulfide Inhibitor Reagent Powder Pillow (Cat. No. 2418-99). Khuấy đều lên. 3. Lọc mẫu qua giấy lọc (Cat. No. 1894-57) và phễu lọc (Cat. No. 1083-67). 4. Sử dụng mẫu đã lọc ở bước 3
Các chất khác	Là chất cản trở ít gặp hydrazine và glycine sẽ làm

	tăng cường độ màu trong mẫu đã chuẩn bị. Độ đục và độ màu cũng sẽ cho kết quả sai số cao. Các mẫu bắt buộc phải được chưng cất. Hach khuyến khích sử dụng quy trình chưng cất với bộ chưng cất Hach General Purpose Distillation Set (Cat. No. 22653-00).
--	---

Lấy mẫu, bảo quản và lưu trữ

Chứa mẫu thu thập trong các chai nhựa hoặc thủy tinh. Kết quả phân tích càng tin cậy khi mẫu được phân tích sau khi thu thập càng sớm càng tốt.

Nếu clo xác định có clo trong mẫu thì phải xử lý tức thì với natri thiosulfate. Cho một giọt dung dịch chuẩn Natri Thiosulfate 0.1 N (Cat. No. 323-32), với mỗi 0.3 mg Clo có trong 1 lít mẫu. Để bảo quản lâu hơn, điều chỉnh pH xuống 2 hay thấp hơn với axit sulfuric đậm đặc (Cat. No. 979-49, khoảng 2 mL /lít). Bảo quản mẫu ở 4 °C hay thấp hơn. Mẫu được bảo quản theo cách này có thể lưu trữ đến 28 ngày. Chỉ đến trước khi tiến hành phân tích, làm tăng nhiệt độ mẫu trở lại bằng nhiệt độ phòng và trung hòa với dung dịch chuẩn 5.0 N Natri Hydroxide (Cat. No. 2450-26). Điều chỉnh kết quả theo lượng thể tích dùng trung hòa. Xem phần 3.1.3 Điều chỉnh thể tích bổ sung trên trang 23.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp bổ sung dung dịch chuẩn (Sample Spike)

1. Sau khi đọc kết quả, lấy cell (mẫu chưa cho dung dịch chuẩn) ra khỏi máy.
2. Nhấn **OPTIONS>MORE**. Nhấn **STANDARD ADDITIONS**. Một quy trình tóm tắt sẽ hiện ra.
3. Nhấn **OK** để chấp nhận giá trị mặc định của nồng độ dung dịch chuẩn, thể tích mẫu và thể tích bổ sung của dung dịch chuẩn được hiển thị. Nhấn **EDIT** để thay đổi các giá trị này nếu cần. Sau khi xác nhận các giá trị, kết quả đọc mẫu chưa có bổ sung dung dịch chuẩn sẽ xuất hiện ở dòng trên cùng. Xem tài liệu hướng dẫn để biết thêm chi tiết.
4. Làm gãy đầu ống Ammonia Nitrogen Standard Solution, 10-mg/L as NH₃-N.
5. Chuẩn bị 3 mẫu để cho vào. Đổ vào 3 ống đong 25mL mẫu (Cat. No. 1896-40). Sử dụng TenSette® Pipet để lần lượt cho vào 0.2 mL, 0.4 mL, và 0.6 mL dung dịch chuẩn mỗi ống đong và xáo trộn hoàn toàn.
6. Phân tích từng mẫu đã bổ sung dung dịch chuẩn như mô tả ở phần đầu, bắt đầu với 0.2 mL sample spike. Chấp nhận giá trị đo bằng cách nhấn **READ**. Mỗi giá trị bổ sung sẽ phản ánh gần như 100% hồi phục.
7. Sau khi hoàn tất các bước, nhấn **GRAPH** để xem đường tương thích tốt nhất đi qua các điểm tại các giá trị bổ sung, lập bảng ma trận. Nhấn **IDEAL LINE** để xem mối tương quan giữa mẫu được thêm vào và đường lý tưởng cho 100% hồi phục.

Xem phần 3.2.2 Standard Additions trên trang 26 để biết thêm chi tiết.

Phương pháp dung dịch chuẩn

Chuẩn bị dung dịch chuẩn 0.20 mg/L ammonia nitrogen theo các bước sau:

1. Pha loãng 2.00 mL dung dịch chuẩn Ammonia Nitrogen, 10-mg/L, thành 100 mL với nước khử ion. Hoặc, sử dụng TenSette® Pipet để chuẩn bị dung dịch chuẩn 0.20 mg/L ammonia nitrogen bằng cách pha loãng 0.4 mL dung dịch chuẩn Ammonia Nitrogen Voluette®, 50-mg/L $\text{NH}_3\text{-N}$, thành 100 mL với nước khử ion.
2. Để điều chỉnh đường cong chuẩn theo kết quả đọc được với dung dịch chuẩn 0.20-mg/L. Nhấn chọn Options trên chương trình chính. Nhấn chọn Standard Adjust.
3. Nhấn On. Chọn Adjust để chấp nhận giá trị nồng độ hiển thị. Nếu nồng độ thay thế được sử dụng, nhấn chọn con số trong khung để nhập vào nồng độ thực, sau đó nhấn OK. Nhấn Adjust.

Xem phần 3.2.4 Standard Curve trên trang 29 để biết thêm chi tiết.

Hiệu quả phương pháp

Độ chính xác

Dung dịch chuẩn: 0.30 mg/L $\text{NH}_3\text{-N}$

Program	95% Confidence Limits of Distribution
385	0.25–0.35mg/L $\text{NH}_3\text{-N}$

Xem phần 3.4.3 Độ chính xác trên trang 33 để biết thêm thông tin hoặc nếu nồng độ chuẩn không nằm trong thang đo đã định.

Độ nhạy

Portion of Curve	ΔAbs	$\Delta\text{Concentration}$
Entire range	0.010	0.004 mg/L $\text{NH}_3\text{-N}$

Xem phần 3.4.5 Độ nhạy trên trang 34 để biết thêm chi tiết.

Tóm tắt phương pháp

Hợp chất Ammonia kết hợp với clo để tạo thành monochloramine. Monochloramine phản ứng với salicylate để tạo thành 5-aminosalicylate. 5-aminosalicylate được oxy hóa trong sự hiện diện của chất xúc tác cyanatri nitroprusside để tạo thành phức màu xanh dương. Màu xanh được che với màu vàng của thuốc thử dư để cho dung dịch màu xanh lá cuối cùng. Thí nghiệm được đo tại bước sóng 655 nm.

Danh mục thay thế và tiêu thụ

Thuốc thử cần thiết

Description	Quantity Required		Unit	Cat. No.
	Per Test			
Ammonia Nitrogen Reagent Set, for 10-mL samples (100 tests)				26680-00
Includes:				
(2) Ammonia Cyanurate Reagent Powder Pillows	2		100/pkg.....	26531-99
(2) Ammonia Salicylate Reagent Powder Pillows	2		100/pkg.....	26532-99
Required Apparatus				
Sample Cells, 10-mL, w/ cap	2		6/pkg.....	24276-06
Required Standards				
Ammonia Nitrogen Standard Solution, 10-mg/L as $\text{NH}_3\text{-N}$			500 mL.....	153-49
Ammonia Nitrogen Standard, 2-mL PourRite® Ampule, 50-mg/L as $\text{NH}_3\text{-N}$			20/pkg.....	14791-20
Water, deionized			4 liters	272-56