

USEPA¹ Diazotization

Phương pháp 8507

LR (0.002 đến 0.300 mg/L NO₂⁻-N)

Gói bột hoặc AccuVac® Ampuls

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

¹ USEPA approved for wastewater analysis, Federal Register, 44(85), 25505 (May 1, 1979)

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	Gói bột			AccuVac Ampuls	
	Cốc đo	Hướng đặt	Adapter	Cốc đo	Adapter
DR 5000	2495402	Fill line faces user	A23618	2427606	A23618
DR 2800	2495402	Fill line faces right	—	2122800	LZV584 (C)
DR 2700	2495402	Fill line faces right	—	2122800	LZV584 (C)
DR/2500	2427606	—	—	2427606	—
DR/2400	2427606	—	—	2427606	—

Trước khi làm thí nghiệm:

Để kết quả chính xác, xác định mẫu trắng thuốc thử cho mỗi lô thuốc thử. Sử dụng nước khử ion thay cho mẫu

Các dụng cụ cần dùng:

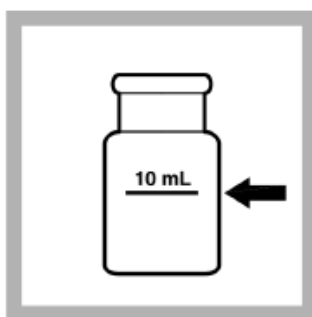
Mô tả	
Powder Pillow Test:	
NitriVer® 3 Nitrite Reagent Powder Pillows	1
Sample Cells (see Instrument-specific information)	2
AccuVac Test:	
NitriVer® 3 Nitrite Reagent AccuVac® Ampul.	1
Beaker, 50-mL	1
Sample Cell (see Instrument-specific information)	1

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

Phương pháp Diazotization, sử dụng gói bột



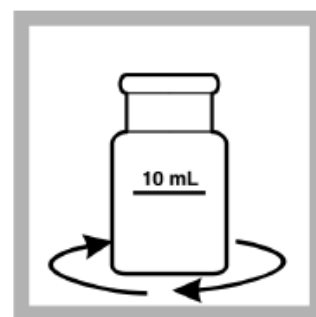
1. Chọn thí nghiệm.
Chèn adapter hoặc tấm chắn sáng nếu cần (xem Thông tin thiết bị).
Xem hướng dẫn sử dụng máy để đặt adapter đúng hướng



2. Cho 10 mL mẫu vào cốc đo



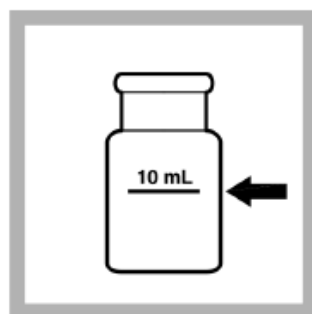
3. Chuẩn bị mẫu: thêm một gói bột thuốc thử NitriVer 3 Nitrite vào cốc



4. Lắc để hòa tan bột. Màu hồng sẽ xuất hiện nếu có nitrit.



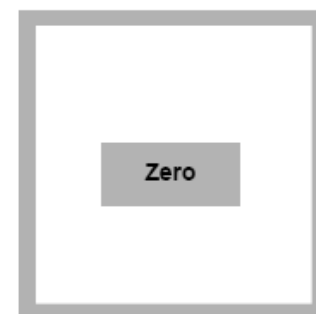
5. Khởi động đồng hồ đếm thời gian.
Thời gian phản ứng là 20 phút.



6. Chuẩn bị mẫu trắng: Khi hết thời gian, cho 10 mL mẫu vào một cốc mẫu khác



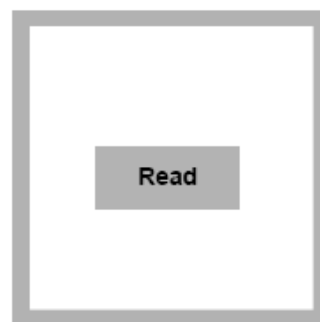
7. Lau mẫu trắng và đặt nó vào buồng đo.



8. Bấm ZERO . Màn hình sẽ hiển thị: 0.000 mg/L NO₂—N



9. Lau cốc mẫu đã chuẩn bị và đặt vào buồng đo



10. Đọc kết quả với đơn vị là mg/L NO₂—N

Phương pháp Diazotization, sử dụng AccuVac® Ampuls



1. Chọn thí nghiệm. Chèn adapter hoặc tấm chắn sáng nếu cần (xem Thông tin thiết bị). Xem hướng dẫn sử dụng máy để đặt adapter đúng hướng



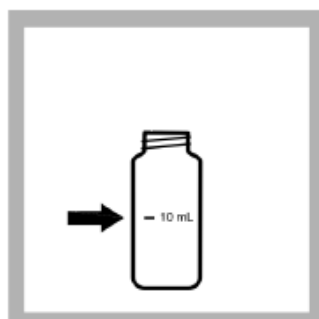
2. Chuẩn bị mẫu: cho ít nhất 40 mL mẫu vào một beaker 50-mL. Cho NitriVer 3 Nitrite AccuVac® Ampul vào beaker để hút mẫu. Giữ ống nổi khi đang làm đầy Ampul.



3. Đảo Ampul nhiều lần để trộn đều. Màu hồng sẽ xuất hiện nếu có nitrit



4. Khởi động đồng hồ đếm thời gian. Thời gian phản ứng là 20 phút.



5. Chuẩn bị mẫu trắng: Khi hết thời gian, cho 10 mL mẫu vào một cốc mẫu khác



6. Lau mẫu trắng và đặt vào buồng đo. Bấm ZERO. Màn hình sẽ hiển thị 0.000 mg/L NO₂—N.



7. Lau Ampul và đặt vào buồng đo. Đọc kết quả với đơn vị là mg/L NO₂—N.

Chất gây nhiễu

Bảng 2 Các chất gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Các ion Antimonous	Gây kết tủa
Các ion vàng	Gây kết tủa
Các ion Bismuth	Gây kết tủa
Các ion Chloroplatinate	Gây kết tủa
Các ion đồng	Kết quả thấp
Các ion Ferric	Gây kết tủa
Các ion Ferrous	Kết quả thấp
Các ion chì	Gây kết tủa
Các ion thủy ngân	Gây kết tủa
Các ion Metavanadate	Gây kết tủa
Nitrate	Khi nồng độ nitrat rất cao (>100 mg/L N-nitrat), một lượng nhỏ sẽ bị phân hủy thành nitrit một cách tự nhiên hoặc xảy ra suốt tiến trình thí nghiệm. Một lượng nhỏ nitrit sẽ được phát hiện ở những nồng độ này
Các ion bạc	Gây kết tủa
Chất oxy hóa khử mạnh	Gây nhiễu ở mọi mức độ

Hiệu chuẩn nước biển

Clorua trên 100 mg/L sẽ khiến kết quả thấp. Để tiến hành thí nghiệm trong nước có nồng độ nhiễu cao, hiệu chỉnh nước bằng cách thêm chuẩn với nồng độ chloride bằng với nồng độ mẫu. Chất chuẩn hiệu chỉnh chứa 0.06, 0.1, 0.3 and 0.4 mg/L NO₃-N:

1. Chuẩn bị 1 L nước chứa clo có nồng độ như mẫu theo công thức sau:

a. Thêm Clorua (g/L) $\times$ (1.6485) = g của ACS grade NaCl trên 1 L nước khử ion.

Lưu ý: 18.8 g/L là nồng độ nước biển điển hình.

b. Trộn dung dịch này hoàn toàn để đảm bảo nó là dung dịch đồng nhất. Dùng nước này để thay cho nước khử ion khi chuẩn bị nitrat chuẩn.

2. Dùng bình thủy tinh loại A hoặc một Tensette Pipet để hút 0.6, 1, 3 và 4 mL dung dịch chuẩn Nitrogen-Nitrate 10 mg/L NO₃-N (NIST) (Catalog số 30749) vào 4 bình định mức 100 mL loại A khác nhau.

3. Pha loãng tới vạch bằng nước. Trộn đều

4. Dùng nước clorua đã chuẩn bị cho chuẩn 0-mg/L NO₃-N

Thu thập, chuẩn bị và bảo quản mẫu

- Thu mẫu vào bình thủy tinh hoặc nhựa
- Bảo quản mẫu ở 4 °C (39 °F) hoặc thấp hơn nếu mẫu được phân tích trong vòng từ 24 đến 48 giờ.
- Gia nhiệt cho mẫu đến nhiệt độ phòng trước khi phân tích.
- Không dùng axit để bảo quản

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp dung dịch chuẩn

Lưu ý: xem hướng dẫn sử dụng để biết cách sử dụng phần mềm

- Việc chuẩn bị nitrit chuẩn rất khó. Sử dụng hướng dẫn chuẩn bị chất chuẩn trong Các phương pháp chuẩn cho Thí nghiệm nước cấp và nước thải, phương pháp 4500-NO₂-B. Chuẩn bị chất chuẩn 0.150-mg/L.
- Dùng dung dịch 0.150 mg/L thay cho mẫu. Làm theo qui trình của phương pháp diazo hóa cho gói bột
- 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

- 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	95% Confidence Limits of Distribution	Sensitivity—ΔConcentration per 0.010 ΔAbs
345	DR 5000	0.300 mg/L NO ₂ ⁻ -N	0.294–0.306 mg/L NO ₂ ⁻ -N	0.003 mg/L NO ₂ ⁻ -N
	DR 2800	0.300 mg/L NO ₂ ⁻ -N	0.294–0.306 mg/L NO ₂ ⁻ -N	0.003 mg/L NO ₂ ⁻ -N
	DR 2700	0.300 mg/L NO ₂ ⁻ -N	0.294–0.306 mg/L NO ₂ ⁻ -N	0.003 mg/L NO ₂ ⁻ -N
	DR/2500	0.150 mg/L NO ₂ ⁻ -N	0.146–0.154 mg/L NO ₂ ⁻ -N	0.003 mg/L NO ₂ ⁻ -N
	DR/2400	0.150 mg/L NO ₂ ⁻ -N	0.146–0.154 mg/L NO ₂ ⁻ -N	0.003 mg/L NO ₂ ⁻ -N

Tóm tắt phương pháp

Nitrit trong mẫu phản ứng với axit sulfanilic tạo một muối trung tính diazonium. Muối này kết hợp với axit chromotropic tạo một phức chất màu hồng tỉ lệ với lượng nitrit có trong mẫu. Kết quả thí nghiệm được đo ở 507 nm.

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

Thuốc thử yêu cầu

Mô tả	Số lượng/Test	Unit	Catalog number
NitriVer® 3 Nitrite Reagent Powder Pillows	1	100/pkg	2107169
OR			
NitriVer® 3 Nitrite Reagent AccuVac® Ampul	1	25/pkg	2512025

Dụng cụ yêu cầu (AccuVac)

Mô tả	Số lượng/Test	Unit	Catalog number
Beaker, 50-mL	1	each	50041H

Dung dịch chuẩn, thuốc thử và dụng cụ tự chọn

Mô tả	Unit	Catalog number
Balance, Analytical	each	2936701
AccuVac ampules, for blanks	25/pkg	2677925
AccuVac Snapper	each	2405200
AccuVac Drainer	each	4103600
Handbook, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater	each	—
Sodium Nitrite, ACS	454 g	245201
Water, deionized	4 L	27256



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
 In the U.S.A. – Call toll-free 800-227-4224
 Outside the U.S.A. – Contact the HACH office or distributor serving you.
 On the Worldwide Web – www.hach.com; E-mail – techhelp@hach.com

HACH COMPANY
 WORLD HEADQUARTERS
 Telephone: (970) 669-3050
 FAX: (970) 669-2932