

Nitơ tổng

Phương pháp 10071

Test 'N Tube™ Vials

Persulfate Digestion Method

LR (0.5 đến 25.0 mg/L N)

Phạm vi ứng dụng: dùng cho nước, nước thải

Chuẩn bị thí nghiệm

Cần phá mẫu để xác định tổng Nitơ. Quy trình phá mẫu được mô tả bên dưới.

Thí nghiệm này có kỹ thuật phân tích nhạy. Đảo ngược ống nghiệm như mô tả trong phần này để tránh có kết quả thấp. Giữ nắp ống nghiệm sao cho ống nghiệm thẳng đứng. Quay ống nghiệm xuống để dung dịch bên trong chảy toàn bộ từ đáy lên nắp. Dừng lại. Quay ngược ống trở lại. Đợi cho dung dịch chảy toàn bộ xuống đáy ống nghiệm. Mỗi lần như thế là hoàn tất một chu kỳ đảo ống nghiệm.

Lau bên ngoài các cell chứa mẫu trước khi đặt vào buồng đo. Dùng miếng khăn ẩm lau sạch rồi dùng miếng khăn khô chùi bên ngoài lần nữa để xóa sạch dấu vân tay hay các dấu khác.

Nếu thí nghiệm vượt quá thang đo, lặp lại bước phá mẫu với mẫu pha loãng. Phá mẫu phải được lặp lại để cho kết quả chính xác.

Sử dụng nước khử ion được kèm trong hộp thuốc thử hoặc nước không có chất hữu cơ (Cat. No.26415-49) dùng để chuẩn bị chất chuẩn và thực hiện quy trình phân tích.

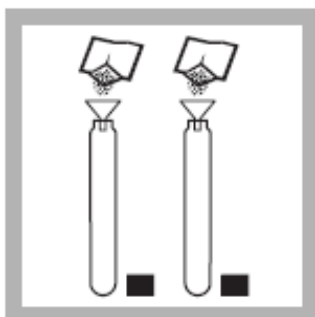
Test'N Tube

Method 10071



1. Bật DRB 200 lên. Gia nhiệt đến đến 103-106°C (tối ưu là 105°C)

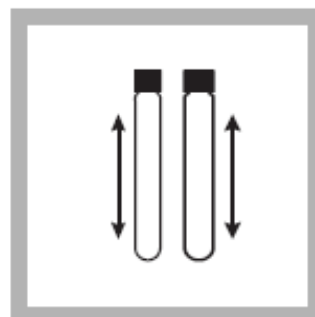
Chú ý: xem phần hướng dẫn sử dụng DRB200 để chọn chương trình nhiệt độ cài đặt sẵn phù hợp.



2. Dùng phễu để cho 1 gói **Total Nitrogen Persulfate Reagent Powder Pillow** vào mỗi ống nghiệm **Total Nitrogen Hydroxide Reagent**. Lau sạch miệng ống hay nắp nếu có thuốc thử còn dính lại.



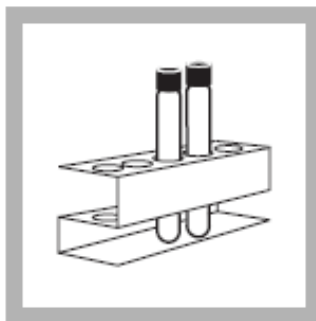
3. Cho 2mL mẫu vào ống nghiệm (đây là mẫu chuẩn bị) Cho 2mL nước khử ion có kèm trong bộ thuốc thử vào một ống nghiệm thử hai (đây là ống mẫu trắng)
Chú ý: chỉ dùng nước không có chứa nitơ để thay thế nước khử ion



4. Đậy nắp hai ống nghiệm lại. Lắc mạnh ống ít nhất 30 giây để xáo trộn hoàn toàn dung dịch bên trong.
Chú ý: Persulfate có thể không hòa tan hoàn toàn sau khi xáo trộn. Điều này không ảnh hưởng đến độ chính xác



5. Đặt ống nghiệm vào bếp gia nhiệt. Nung trong 30 phút.

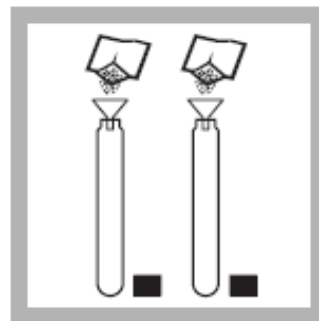


6. Dùng bao tay chống nhiệt để lấy ống nghiệm ra khỏi bếp nung. Làm mát đến nhiệt độ phòng.

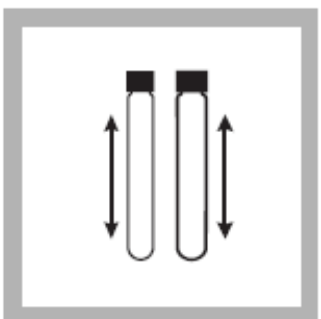


7. Nhấn **Hach Programs**.

Chọn chương trình 350 N, Total TNT. Nhấn **Start**



8. Lấy nắp ra khỏi ống đã nguội và cho một gói Total Nitrogen (TN) Reagent A Powder Pillow vào mỗi ống.

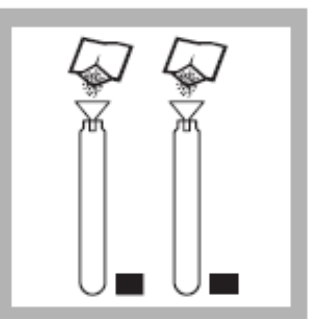


9. Đậy nắp lại và lắc đều trong 15 giây.

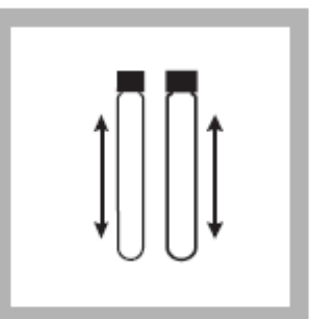


10. Nhấn biểu tượng đồng hồ để đếm thời gian. Nhấn OK.

Đợi cho phản ứng xảy ra trong 3 phút.



11. Sau khi có tiếng bíp báo hết thời gian, tháo nắp và cho vào mỗi ống 1 gói TN Reagent B Powder Pillow



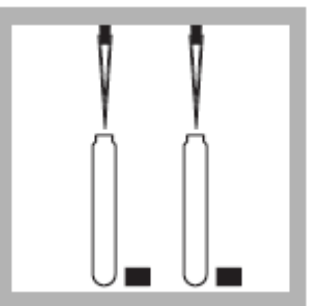
12. Đậy nắp lại và lắc trong 15 giây.

Chú ý: thuốc thử sẽ không tan hết. Điều này không gây ảnh hưởng đến độ chính xác

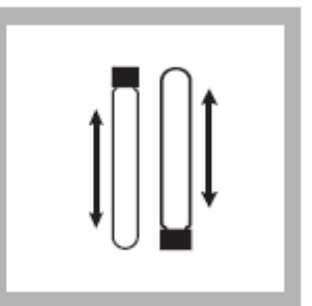
Dung dịch sẽ trở thành màu vàng.



13. Nhấn biểu tượng đồng hồ. Chọn **OK**.



14. Sau khi có tiếng bíp, mở nắp hai ống nghiệm TN



15. Đậy nắp hai ống lại và đảo ống 10 lần. Đảo ống từ từ



16. Nhấn chọn biểu tượng đồng hồ. Chọn **OK**.

Hai phút phản ứng bắt đầu.

Reagent C và cho 2mL mẫu đã xử lý vào ống thử nhất và 2 mL mẫu trắng vào ống TN Reagent C.

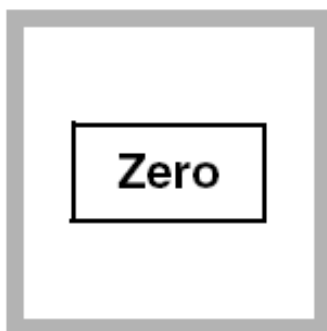
để phân tán dung dịch bên trong hoàn toàn. Ống sẽ trở nên nóng.

Để cho phản ứng xảy ra trong 5 phút.

Dung dịch sẽ có màu vàng đậm.



17. Lau sạch bên ngoài ống chứa mẫu trắng rồi đặt vào trong buồng đo.



18. Nhấn **ZERO**.
Màn hình hiển thị 0.0 mg/L N



19. Lau sạch bên ngoài ống chứa mẫu và đặt vào buồng đo
Màn hình hiển thị mg/L N

Mẫu trắng trong phép so màu

Mẫu trắng thuốc thử có thể dùng lặp lại trong phép đo dùng thuốc thử có cùng lô hàng. Lưu mẫu trắng thuốc thử trong bóng tối ở nhiệt độ phòng (18-25⁰ C) tối đa trong 7 ngày. Nếu có một ít bông cặn trắng xuất hiện trước khi đủ một tuần thì phải bỏ mẫu trắng này và chuẩn bị mẫu trắng mới.

Các chất cản trở

Các chất liệt kê trong bảng 1 đã được kiểm tra và phát hiện không gây ảnh hưởng ở mức thí nghiệm (mg/L). Các chất gây cản trở với kết quả nồng độ thay đổi $\pm 10\%$ như trong bảng 2.

Bảng 1 Các chất không cản trở và mức độ

Substance	Maximum Level Tested
Barium	2.6 mg/L
Calcium	300 mg/L
Chromium (3+)	0.5 mg/L
Iron	2 mg/L
Lead	6.6 µg/L
Magnesium	500 mg/L
Organic Carbon	150 mg/L
pH	13 pH units
Phosphorus	100 mg/L
Silica	150 mg/L
Silver	0.9 mg/L
Tin	1.5 mg/L

Bảng 2 Các chất cản trở và mức độ

Substance	Level and Effect
Bromide	> 60 mg/L; positive interference
Chloride	> 1000 mg/L; positive interference

Các nhà hóa học của Hach đã kiểm tra hóa chất của các dung dịch Nitơ chuẩn được chuẩn bị sẵn từ các hợp chất sau và đạt được độ phục hồi là 95%:

- Ammonium chloride
- Urea
- Ammonium sulfate
- Glycine
- Ammonium acetate

Ammonium chloride hay nicotinic-PTSA pha trong mẫu nước sinh hoạt đầu vào, đầu ra và các thành phần chuẩn ASTM cho nước thải thay thế (D 5905-96) có đạt mức hồi phục $\geq 95\%$

Một lượng lớn các hợp chất Nitơ không có chất hữu cơ trong một số mẫu có thể làm giảm hiệu quả việc phá mẫu do tiêu thụ một phần persulfate. Một số mẫu có chứa lượng hữu cơ cao cần được pha loãng và tiến hành phân tích lại để kiểm tra hiệu quả của việc phá mẫu.

Lấy mẫu, bảo quản và lưu trữ

Lấy mẫu và lưu trữ trong chai nhựa hay thủy tinh sạch. Để có kết quả tốt nhất thì phải phân tích mẫu tức thì.

Để bảo quản mẫu, điều chỉnh pH xuống 2 hay thấp hơn bằng axit nitric đậm đặc (khoảng 2 mL/L) Sulfuric Acid (Cat. No. 979-49). Để ở nhiệt độ 4°C hay thấp hơn. Mẫu bảo quản tối đa trong 28 ngày. Trước khi tiến hành phân tích, làm ấm mẫu trở lại nhiệt độ phòng, trung hòa mẫu trở lại bằng 5.0 N Ammonium Hydroxide (Cat. No. 2450-26). Điều chỉnh kết quả theo thể tích cho vào thêm. Xem phần 3.1.3 Correcting for Volume Additions (điều chỉnh cho phần thể tích bổ sung).

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp này thường đạt 95-100% độ hồi phục đối với dung dịch chuẩn Nitơ hữu cơ. Để chứng minh mức độ chuẩn xác, Hach đưa ra một bộ 3 dung dịch chuẩn sơ cấp dùng xác định Nitơ Kjeldahl (Cat. No. 22778-00)

- Chuẩn bị một hay nhiều hơn ba dung dịch chuẩn sau đây. Mỗi dung dịch chuẩn bị sẽ có tương đương 25 mg/L N chuẩn. Sử dụng nước khử ion có cấp kèm theo thuốc thử hoặc dùng nước không có các thành phần hữu cơ hay nitơ để pha chế.
 - Cân 0.3379g Ammonium p-Toluenesulfonate (PTSA). Hòa tan vào trong ống đong thể tích 1000 mL với nước khử ion. Cho nước đến vạch 1000mL.
 - Cân 0.4416 g Glycine p-Toluenesulfonate (PTSA). Hòa tan vào trong ống đong thể tích 1000 mL với nước khử ion. Cho nước đến vạch 1000mL.
 - Cân 0.5274 g of Nicotinic p-Toluenesulfonate (PTSA). Hòa tan vào trong ống đong thể tích 1000 mL với nước khử ion. Cho nước đến vạch 1000mL.
- Phân tích từng dung dịch chuẩn theo các bước ở trên. Tính phần trăm độ hồi phục của từng dung dịch theo công thức dưới đây:

$$\% \text{ recovery} = \frac{\text{measured concentration}}{25} \times 100$$

Độ hồi phục phải đạt được như trong bảng 3:

Bảng 3

Compound	Lowest Expected % Recovery
Ammonia-PTSA	95%
Glycine-PTSA	95%
Nicotinic-PTSA	95%

Các phân tích của Hach cho thấy Ammonia-PTSA là khó phân hủy nhất. Các hợp chất khác có thể cho hiệu suất phần trăm độ hồi phục khác nhau.

Phương pháp bổ sung dung dịch chuẩn (Sample Spike)

- Sau khi đọc kết quả, lấy cell (mẫu chưa cho dung dịch chuẩn) ra khỏi máy. Kiểm tra lại công thức cấu tạo hóa học.
- Nhấn **OPTIONS>MORE**. Nhấn **STANDARD ADDITIONS**. Một quy trình tóm tắt sẽ hiện ra.
- Nhấn **OK** để chấp nhận giá trị 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 phần Standard Addition để biết thêm chi tiết.
- Bê gậy đầu ống Ammonia Nitrogen Voluette® Ampule Standard Solution, 1000-mg/L as NH₃-N.
- Chuẩn bị 3 mẫu để bổ sung. Đổ vào 3 ống đong (Cat. No. 1896-40) 50mL mẫu. Dùng TenSette® Pipet để cho vào lần lượt từng ống 0.1mL, 0.2mL và 0.3mL dung dịch chuẩn, xáo trộn đều.

6. Cho 2mL mỗi dung dịch đã chuẩn bị lần lượt vào 3 ống Total Nitrogen Hydroxide Reagent.
7. Phân tích từng mẫu đã bổ sung (spike) theo các bước ở trên, bắt đầu với mẫu spike 0.1 mL dung dịch chuẩn. Chấp nhận kết quả đọc được bằng cách nhấn chọn READ. Mỗi giá trị bổ sung sẽ phản ánh gần như 100% hồi phục. Nồng độ nitơ phải tăng xấp xỉ lần lượt 2, 4, 6 mg/L N trong dung dịch chuẩn cho thêm vào.
8. 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 View: Fit sau đó chọn **IDEAL LINE** và **OK** để xem mối tương quan giữa mẫu được thêm vào và đường lý tưởng cho 100% hồi phục.

Phương pháp dung dịch chuẩn

1. Để kiểm tra tính chuẩn xác, thay thế mẫu bằng 2 mL dung dịch chuẩn ammonia nitơ nồng độ 10 mg/L và thực hiện theo các bước phân tích mô tả ở trên. Độ chênh lệch không quá 5% cho mỗi lần lặp lại.
2. Điều chỉnh đường cong hiệu chuẩn theo giá trị chuẩn đọc với 10mg/L N chuẩn, nhấn **OPTIONS** trên menu chương trình lúc đó. Nhấn **STANDARD ADJUST**.
3. Nhấn **ON**, nhấn **ADJUST** để xác nhận giá trị hiển thị (giá trị thay đổi theo công thức hóa học). Nếu dùng nồng độ khác, nhấn con số trên hộp để nhập vào nồng độ đúng sau đó nhấn **OK**. Nhấn **ADJUST**.

Hiệu quả phương pháp

Độ chính xác

Dung dịch chuẩn: 10 mg/L NH₃-N

Program	95% Confidence Limits of Distribution
350	9.0–11.0 mg/L 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	ΔConcentration
Entire range	0.010	0.5 mg/L N

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

Tóm tắt phương pháp

Sự phá mẫu bằng kiềm persulfate chuyển tất cả các dạng nitơ thành nitrat. Natri metabisulfite được cho vào sau khi phá mẫu để hạn chế các ảnh hưởng của halogen oxide. Nitrate sau đó phản ứng với axit chromotropic dưới điều kiện axit mạnh để tạo thành phức màu vàng có sự hấp thụ ánh sáng cao nhất ở bước 410 nm.

Danh mục thay thế và tiêu thụ

Description	Quantity Required Per Test	Unit	Cat. No.
Test 'N Tube™ Total Nitrogen Reagent Set		50 vials.....	26722-45

Required Apparatus

DRB 200 Reactor, 110 V, 15 x 16 mm	1	each.....	LTV082.53.40001
DRB 200 Reactor, 220 V, 15 x 16 mm	1	each.....	LTV082.52.40001
Funnel, micro	1	each.....	25843-35
Test Tube Cooling Rack.....	1-3	each.....	18641-00

Required Standards

Ammonia Nitrogen Standard Solution as N, 100-mg/L	500 mL.....		24065-49
Ammonia Nitrogen Standard Sol., 10-mL Voluette® Ampule, 160-mg/L NH ₃ -N ..	16 /pkg.....		21091-10
Primary Standard Set, Nitrogen	3/set.....		22778-00
Water, deionized	500 mL.....		272-49
or			
Water, organic-free.....	500 mL.....		26415-49