

Salicylate Method¹

0,02 đến 2,50 mg/L NH₃-N (LR)

Phương pháp 10023

Bộ ống thử Test 'N Tube™

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho nước, nước thải và nước biển.

¹ Dựa trên Clin. Chim. Acta, 14, 403 (1966).



Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin thiết bị chuyên biệt

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình kiểm tra này. Bảng cũng cung cấp thông tin về bộ chuyển đổi và màn chắn sáng cần thiết cho các thiết bị có thể sử dụng ống thử Test 'N Tube.

Để sử dụng bảng này, hãy chọn thiết bị, sau đó đọc theo hàng để tìm thông tin phù hợp cho xét nghiệm này.

Bảng 1 Thông tin thiết bị chuyên dụng cho ống thử Test 'N Tube

Thiết bị	Bộ chuyển đổi	Màn chắn sáng
DR6000, DR5000	—	—
DR3900	—	LZV849
DR3800, DR2800, DR2700	—	LZV646
DR1900	9609900 (D1)	—
DR900	4846400	Nắp đi kèm theo thiết bị

Chuẩn bị trước khi bắt đầu

Hãy lắp nắp thiết bị vào giá đỡ cell DR900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ.

DR3900, DR3800, DR2800 và DR2700: Lắp tấm chắn sáng vào Ngăn Cell số 2 trước khi tiến hành kiểm tra này.

Các hóa chất sử dụng trong phép thử này chứa natri nitroferrixyanide. **Giữ dung dịch xyanua ở pH > 11 để tránh tiếp xúc với khí hydro xyanua.** Thu gom các mẫu đã phản ứng để xử lý an toàn.

Luôn giữ kín mẫu để tránh nhiễm amoniac từ không khí.

Hãy xem kỹ Bảng Dữ liệu An toàn Hóa chất (MSDS/SDS) của các hóa chất sử dụng. Luôn sử dụng đầy đủ trang thiết bị bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.

Loại bỏ dung dịch đã phản ứng theo đúng quy định của địa phương, tiểu bang và quốc gia. Tham khảo Bảng Dữ liệu An toàn Hóa chất để biết cách xử lý các hóa chất chưa sử dụng. Nếu cần thêm thông tin, hãy liên hệ với bộ phận môi trường, sức khỏe và an toàn tại cơ sở của bạn hoặc các cơ quan quản lý địa phương.

Các vật dụng cần chuẩn bị

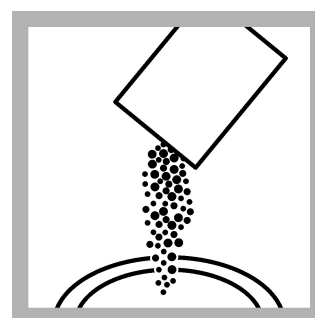
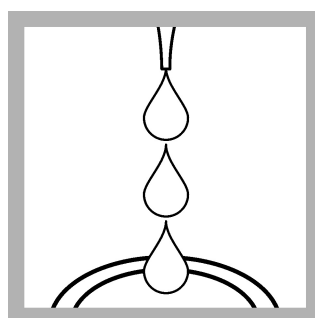
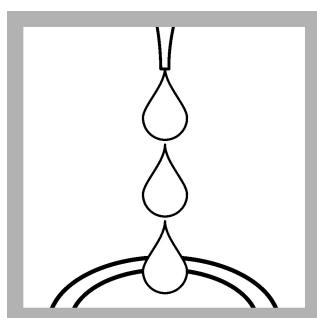
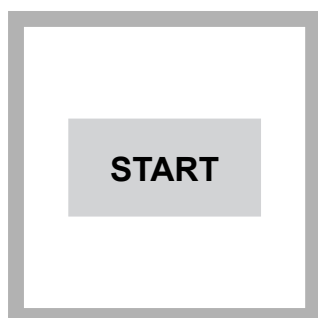
Mô tả	Số lượng
Tấm chắn sáng (Để biết về ống mẫu, bộ chuyển đổi hay tấm chắn sáng, vui lòng xem Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.)	1
Bộ hóa chất xác định Nitơ Amoni, Dài thấp, Test 'N Tube™ AmVer™	2
Phễu vi sinh, nhựa	1
Dụng cụ hút mẫu TenSette®, 1.0–10.0 mL	1
Đầu hút dùng cho Dụng cụ TenSette®, 1.0–10.0 mL	2

¹ Bộ chuyển đổi D không có sẵn trên tất cả các phiên bản thiết bị.

Thu thập và bảo quản mẫu

- Thu mẫu vào chai thủy tinh hoặc nhựa sạch.
- Nếu mẫu có chứa clo, nhỏ một giọt natri thiosunfat 0,1 N vào 1 lít mẫu để loại bỏ mỗi 0,3 mg/L clo.
- Để bảo quản mẫu phục vụ phân tích sau này, điều chỉnh pH mẫu về dưới 2. Nếu tiến hành xét nghiệm ngay, không cần điều chỉnh pH.
- Bảo quản mẫu đã xử lý ở nhiệt độ tối đa 6 °C (43 °F) và không quá 28 ngày.
- Để mẫu đạt nhiệt độ phòng trước khi phân tích.
- Trước khi phân tích, điều chỉnh pH về 7 bằng dung dịch chuẩn natri hydroxit 5,0 N.
- Hiệu chỉnh kết quả xét nghiệm theo mức độ pha loãng do bổ sung dung dịch.

Quy trình kiểm tra Test 'N Tube

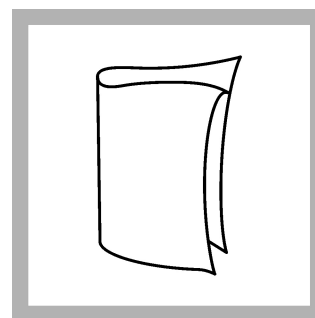
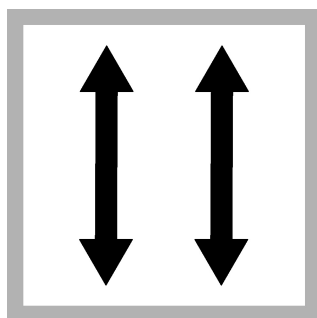
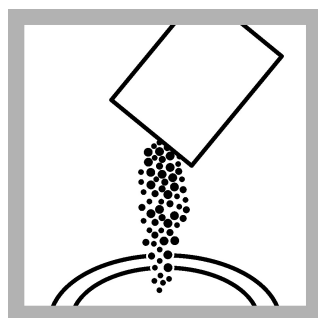


1. Khởi động chương trình 342, Ammonia LR TNT. Để biết thêm thông tin về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc chắn sáng, vui lòng tham khảo Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.

2. Chuẩn bị mẫu trắng: Thêm 2,0 mL nước không chứa amoni vào một ống AmVer™ kèm chất pha loãng để kiểm tra amoni nitơ thấp.

3. Chuẩn bị mẫu thử: Thêm 2,0 mL mẫu thử vào một ống AmVer™ kèm chất pha loãng để kiểm tra amoni nitơ thấp.

4. Dùng phễu cho một gói bột thuốc thử Ammonia Salicylate vào mỗi ống nghiệm.

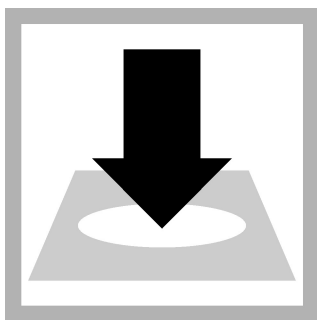


5. Dùng phễu cho một gói bột thuốc thử Ammonia Cyanurate vào mỗi ống nghiệm.

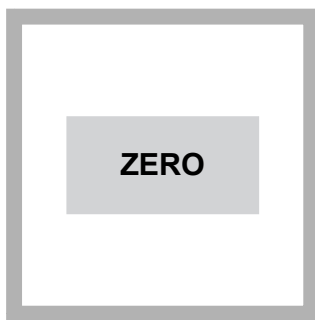
6. Đóng chặt các ống nghiệm. Lắc kỹ để bột tan hoàn toàn.

7. Bắt đầu bấm giờ trên thiết bị. Thời gian phản ứng kéo dài 20 phút.

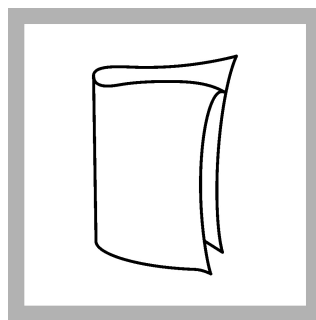
8. Sau khi hết thời gian, vệ sinh ống nghiệm trắng.



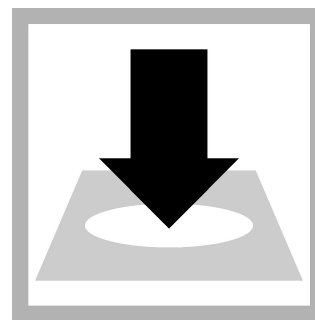
9. Đặt ống nghiệm trắng vào giá đỡ mẫu.



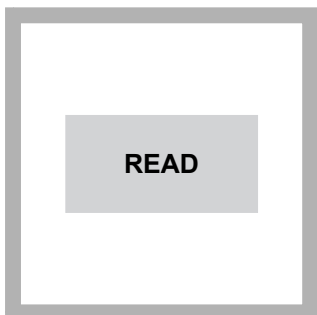
10. Nhấn **ZERO** Màn hình hiển thị 0,00 mg/L NH₃-N.



11. Vệ sinh ống nghiệm mẫu.



12. Đặt ống nghiệm mẫu vào giá đỡ mẫu.



13. Nhấn **READ**. Kết quả sẽ hiển thị bằng mg/L NH₃-N.

Các yếu tố gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Canxi	2500 mg/L dưới dạng CaCO ₃
Sắt	Mọi nồng độ. Khắc phục nhiễu do sắt như sau: 1. Sử dụng một trong các quy trình xác định tổng sắt để đo hàm lượng sắt trong mẫu. 2. Dùng dung dịch chuẩn sắt để thêm sắt vào mẫu nước cất trắng sao cho mẫu trắng có cùng nồng độ sắt như mẫu thử. Khi đó ảnh hưởng của sắt sẽ được loại bỏ khỏi kết quả đo.
Magiê	15.000 mg/L dưới dạng CaCO ₃
Monochloramine	Monochloramine có trong nước uống đã được clo hóa gây nhiễu trực tiếp ở mọi mức và cho kết quả đo cao. Hãy dùng phương pháp Ammonia tự do và Monochloramine để xác định ammonia tự do trong các mẫu này.
Nitrat	250 mg/L dưới dạng NO ₃ ⁻ -N
Nitrit	30 mg/L dưới dạng NO ₂ ⁻ -N
pH	Điều chỉnh mẫu axit hoặc kiềm về khoảng pH 7. Dùng dung dịch chuẩn natri hydroxit 1 N cho mẫu axit và dung dịch chuẩn axit hydrochloric 1 N cho mẫu kiềm.
Phosphat	250 mg/L dưới dạng PO ₄ ³⁻ -P
Sulfat	300 mg/L dưới dạng SO ₄ ²⁻

Chất gây nhiễu	Mức độ nhiễu
Sulfide	Sulfide làm màu sắc đậm hơn. Loại bỏ ảnh hưởng của sulfide bằng cách sau: <ol style="list-style-type: none"> Đong khoảng 350 mL mẫu vào bình Erlenmeyer 500 mL. Thêm một gói bột chất ức chế sulfide. Lắc đều để trộn. Lọc mẫu qua giấy lọc gấp và phễu lọc. Sử dụng mẫu đã lọc cho quy trình kiểm tra.
Các chất khác	Những chất gây nhiễu ít gặp như hydrazine và glycine khiến màu sắc mẫu tăng lên rõ rệt. Độ đục và màu có thể làm kết quả cao sai lệch. Mẫu bị nhiễu nặng cần chưng cất. Thực hiện theo quy trình chưng cất đi kèm bộ dụng cụ chưng cất.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp bổ sung chuẩn (bổ sung mẫu)

Sử dụng phương pháp bổ sung chuẩn (áp dụng với thiết bị phù hợp) để xác minh quy trình kiểm tra, hóa chất và thiết bị, đồng thời xác định có nhiễu trong mẫu hay không.

Thu thập các vật dụng sau:

- Dung dịch chuẩn Nitơ-Ammonia 50 mg/L, ống Voluette® 10 mL
 - Dụng cụ mở ống nghiệm
 - Bộ pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL và đầu pipet
 - Bình trộn 25 mL (3 chiếc)
- Tiến hành đo nồng độ mẫu theo quy trình kiểm tra, sau đó giữ mẫu (chưa thêm chuẩn) trong thiết bị.
 - Chọn mục Thêm chuẩn trong menu thiết bị.
 - Thiết lập giá trị nồng độ chuẩn, thể tích mẫu và lượng chuẩn thêm vào.
 - Mở dung dịch chuẩn.
 - Chuẩn bị ba mẫu đã được tăng nồng độ: dùng pipet TenSette để thêm lần lượt 0,1 mL, 0,2 mL và 0,3 mL dung dịch chuẩn vào ba phần mẫu tươi, mỗi phần 25 mL. Khuấy đều cho đồng nhất.
 - Thực hiện quy trình kiểm tra để đo nồng độ cho từng mẫu đã tăng nồng độ. Bắt đầu với mẫu có lượng tăng nhỏ nhất. Đo từng mẫu đã tăng nồng độ bằng thiết bị.
 - Chọn **Biểu đồ** để đối chiếu kết quả kỳ vọng với kết quả thực tế.
Lưu ý: Nếu kết quả thực tế khác biệt rõ rệt so với kết quả mong đợi, hãy đảm bảo các thể tích mẫu và lượng tăng nồng độ đã được đo chính xác. Các thể tích mẫu và lượng tăng nồng độ sử dụng phải phù hợp với lựa chọn trong menu tăng tiêu chuẩn. Nếu kết quả ngoài phạm vi cho phép, mẫu có thể có chất gây nhiễu.

Phương pháp dung dịch chuẩn

Sử dụng phương pháp dung dịch chuẩn để xác nhận quy trình kiểm tra, hóa chất và thiết bị.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn Nitơ-Ammonia 1,0 mg/L
 - Tiến hành kiểm tra để đo nồng độ dung dịch chuẩn.
 - So sánh kết quả mong đợi với kết quả thực tế.

Lưu ý: Có thể điều chỉnh hiệu chuẩn tại nhà máy một chút bằng tùy chọn điều chỉnh tiêu chuẩn để thiết bị hiển thị đúng giá trị của dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn đã điều chỉnh này sẽ áp dụng cho toàn bộ kết quả kiểm tra. Việc điều chỉnh này giúp tăng độ chính xác khi hóa chất hoặc thiết bị có sai lệch nhỏ.

Hiệu suất phương pháp

Dữ liệu về hiệu suất phương pháp dưới đây được thu thập từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm bằng máy quang phổ dưới điều kiện lý tưởng. Kết quả thực tế có thể thay đổi tùy theo điều kiện kiểm tra của người sử dụng.

Chương trình	Tiêu chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Thay đổi nồng độ trên mỗi 0,010 thay đổi Abs
342	1,00 mg/L NH ₃ -N	0,90–1,10 mg/L NH ₃ -N	0,014 mg/L NH ₃ -N

Tóm tắt phương pháp

Hợp chất amoni phản ứng với clo tạo thành monochloramin. Monochloramin tiếp tục phản ứng với salicylat để tạo ra 5-aminosalicylat. 5-aminosalicylat này bị oxi hóa với sự có mặt của chất xúc tác nitroprusside natri, tạo thành hợp chất màu xanh lam. Màu xanh này bị che bởi màu vàng của lượng thuốc thử dư, tạo ra dung dịch màu xanh lá cây. Bước sóng đo là 655 nm đối với máy quang phổ hoặc 610 nm đối với máy đo màu.

Ngăn ngừa ô nhiễm và xử lý chất thải

Thuốc thử amoni-salicylat có chứa natri nitroferri cyanide, khi phân giải sẽ chuyển hóa thành cyanua tổng và có thể ảnh hưởng đến giới hạn cyanua tổng trong nước thải. Hãy xử lý dung dịch sau phản ứng đúng theo quy định của địa phương, quốc gia và liên bang.

Vật tư tiêu hao và phụ kiện thay thế

Thuốc thử bắt buộc

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã hàng
Bộ thuốc thử Nitơ Amoni, kiểm tra phạm vi thấp 'N Tube™ AmVer™	2	25 lần kiểm tra	2604545

Thiết bị cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã hàng
Phiếu nhỏ, chất liệu poly	1	cái	2584335
Bơm pipet TenSette®, 1.0–10.0 mL	1	cái	1970010
Đầu bơm pipet dùng cho TenSette® Pipet, 1.0–10.0 mL	đa dạng	50 cái/hộp	2199796
Giá đỡ ống nghiệm	1	cái	1864100

Tiêu chuẩn và thiết bị khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã hàng
Dung dịch chuẩn Nitơ Amoni, 1.0-mg/L NH ₃ -N	500 mL	189149
Dung dịch chuẩn Nitơ Amoniac, Ống Volumetric 10 mL®, 50 mg/L NH ₃ -N	16 ống/hộp	1479110
Dung dịch chuẩn nước thải, nhiều chỉ tiêu, cho NH ₃ -N, NO ₃ -N, PO ₄ ³⁻ , COD, SO ₄ ²⁻ , TOC	500 mL	2833249
Nước khử ion	4 L	27256

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã hàng
Xy lanh trộn, chia vạch, 25 mL	cái	2088640
Bộ dụng cụ chưng cất, đa năng	cái	2265300
Phiếu nhựa, 65 mm	cái	108367

Hóa chất và thiết bị tùy chọn (tiếp theo)

Mô tả	Đơn vị	Mã hàng
Giấy lọc gấp nếp, kích thước lỗ 2–3 micron, đường kính 12,5 cm	100 túi/hộp	189457
Đầu pipet cho pipet TenSette®, dung tích 0,1–1,0 mL	50 cái/hộp	2185696
Dụng cụ bẻ ống ampule Voluette® 10 mL® ống ampule	cái	2196800
Dung dịch chuẩn axit hydrochloric, 1 N	1000 mL	2321353
Dung dịch chuẩn natri hydroxit, 1.0 N	100 mL MDB	104532
Dung dịch natri hydroxit, 5 N	50 mL	245026
Gói bột thuốc thử ức chế sunfua	100 túi/hộp	241899



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