

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 7323 -1: 2004

ISO 7890-1: 1986

**CHẤT LƯỢNG NƯỚC – XÁC ĐỊNH NITRAT –
PHẦN 1: PHƯƠNG PHÁP ĐO PHỔ DÙNG
2,6-DIMETHYLPHENOL**

*Water quality – Determination of nitrate –
Part 1: 2,6-Dimethylphenol spectrometric method*

HÀ NỘI – 2004

Lời nói đầu

TCVN 7323 -1: 2004 hoàn toàn tương đương với ISO 7890-1: 1986.

TCVN 7323-1: 2004 do Ban kĩ thuật Tiêu chuẩn TCVN / TC 147 "*Chất lượng nước*" biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ ban hành.

Chất lượng nước – Xác định nitrat –

Phần 1: Phương pháp đo phổ dùng 2,6-Dimethylphenol

Water quality – Determination of nitrate –

Part 1: 2,6-Dimethylphenol spectrometric method

1 Phạm vi và lĩnh vực áp dụng

1.1 Chất cần xác định

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định ion nitrat trong nước.

1.2 Loại mẫu

Phương pháp này được áp dụng để phân tích trực tiếp nước thô và nước uống được.

Chú thích: Nước ô nhiễm và nước muối phải được phân tích theo qui trình đưa ra ở TCVN 7323-2 (ISO 7890-2),

Chất lượng nước - Xác định nitrat. Phần 2: Phương pháp đo phổ 4-Fluorophenol sau khi chưng cất.

1.3 Khoảng xác định

Có thể xác định được nồng độ nitơ của nitrat ρ_N đến 25 mg/l trong phần mẫu thử.

1.4 Giới hạn phát hiện

Nồng độ nitơ nitrat $\rho_N = 0,06$ mg/l.

1.5 Độ nhạy

Hàm lượng nitơ nitrat $\rho_N = 25$ mg/l cho độ hấp thụ ở khoảng 1,5 đơn vị với cuvet có chiều dài 10 mm.

1.6 Chất cản trở

Nitơ nitrit có thể gây cản trở ở nồng độ ít nhất $\rho_N = 5$ mg/l và được kiểm soát bằng cách dùng axit amidosulfonic.

Clorua có thể gây cản trở nghiêm trọng, nhưng có thể loại bỏ bằng cách thêm bạc sunphat vào mẫu thử và lọc trước khi lấy phần mẫu thử (xem điều 8). Ảnh hưởng của clorua lên phép xác định và tác động của qui trình loại clorua được đưa ra trong phụ lục.

2 Nguyên tắc

Phản ứng của nitrat với 2,6-dimetylphenol với sự tham gia của axit sunfuric và phosphoric tạo ra 4-nitro-2,6-dimetylphenol. Thời gian phản ứng là khoảng 5 min. Đo độ hấp thụ của sản phẩm sinh ra bằng quang phổ kế ở bước sóng 324 nm và xác định nồng độ nitrat trong mẫu thử theo đường chuẩn.

3 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích, và chỉ dùng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

3.1 Axit axetic băng (CH_3COOH), $\rho \approx 1,05$ g/ml.

3.2 Dung dịch 2,6-dimetylphenol, 1,2 g/l.

Hoà tan $1,2 \pm 0,1$ g 2,6-dimetylphenol [$(\text{CH}_3)_2\text{C}_6\text{H}_3\text{OH}$] trong $1\ 000 \pm 10$ ml axit axetic băng (3.1).

Bảo quản trong chai thủy tinh.

Dung dịch này bền trong một tuần.

3.3 Hỗn hợp axit

Cảnh báo: Khi sử dụng hỗn hợp axit này, phải đeo kính bảo vệ mắt và mặc quần áo bảo hộ. Không được dùng pipet để hút hỗn hợp axit này bằng miệng.

Trộn cẩn thận 500 ± 5 ml axit sunfuric (H_2SO_4) ($\rho = 1,84$ g/ml) với 500 ± 5 ml axit orthophosphoric (H_3PO_4) ($\rho = 1,69$ g/ml) vào một cốc thủy tinh 2 lít. Thêm $0,040 \pm 0,005$ g axit amidosunfonic ($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$) vào hỗn hợp trên và hoà tan.

Bảo quản trong chai thủy tinh đậy kín.

Dung dịch này có thể bền trong thời gian dài.

3.4 Nitrat, dung dịch gốc $\rho_{\text{N}} = 1000$ mg/l

Hoà tan $7,218 \pm 0,001$ g kali nitrat (KNO_3) (trước đó đã sấy khô ở 105 °C ít nhất là 2 h) trong khoảng 750 ml nước vào một bình định mức dung tích 1000 ml. Thêm nước tới vạch mức.

Bảo quản trong chai thủy tinh nhưng không quá 2 tháng.

3.5 Nitrat, dung dịch tiêu chuẩn, $\rho_{\text{N}} = 100$ mg/l

Dùng pipet lấy 50 ml dung dịch gốc nitrat (3.4) vào một bình định mức dung tích 500 ml. Thêm nước tới vạch mức.

Bảo quản trong chai thủy tinh không quá 1 tháng.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn tương ứng với 0,1 mg nitơ nitrat.

4 Thiết bị

Các thiết bị phòng thí nghiệm thông thường và

Quang phổ kế, có thể đo ở bước sóng 324 nm và có cuvet có chiều dài 10 mm.

5 Lấy mẫu và mẫu thử

Các mẫu thí nghiệm được lấy vào các chai thủy tinh hoặc polyetylen và phải tiến hành phân tích càng sớm càng tốt ngay sau khi lấy mẫu. Nhiều loại mẫu thử có thể bảo quản trong khoảng nhiệt độ từ 2 °C đến 5 °C, nhưng phải kiểm tra để khẳng định đối với từng loại mẫu.

Các mẫu thí nghiệm chứa chất lơ lửng phải được để lắng hoặc lọc qua giấy lọc sợi thủy tinh trước khi lấy phần mẫu thử.

6 Cách tiến hành

6.1 Phần mẫu thử

Dùng pipet lấy 5 ml mẫu thí nghiệm (điều 5).

6.2 Mẫu trắng

Tiến hành thử mẫu trắng song song với việc xác định, dùng 5 ml nước thay cho phần mẫu thử.

6.3 Hiệu chuẩn

6.3.1 Chuẩn bị dãy dung dịch hiệu chuẩn

Lần lượt dùng pipet hút 1; 5; 10; 15; 20 và 25 ml dung dịch tiêu chuẩn nitrat (3.5) vào một dãy 6 bình định mức dung tích 100 ml. Thêm nước cho tới vạch mức. Các dung dịch này có chứa 1; 5; 10; 15; 20 và 25 mg nitơ nitrat trong lít tương ứng với từng bình.

Bảo quản các dung dịch này trong chai thủy tinh nhưng không quá một tuần.

6.3.2 Tạo mẫu

Lần lượt dùng pipet lấy 35 ml hỗn hợp axit (3.3) vào một dãy 6 bình nón khô dung tích 100 ml, sử dụng dụng cụ rót an toàn. Dùng pipet hút 5 ml dung dịch hiệu chuẩn (6.3.1) vào từng bình. Dùng pipet hút

TCVN 7323 -1: 2004

5 ml dung dịch 2,6-dimethylphenol (3.2) vào từng bình này. Trộn đều các dung dịch có trong bình bằng máy khuấy và để yên từ 10 min đến 60 min.

6.3.3 Đo phổ

Đo độ hấp thụ của từng dung dịch hiệu chuẩn ở 324 nm trong các cuvet có chiều dài 10 mm. Làm lại với nước để so sánh.

6.3.4 Dụng đường chuẩn

Lấy độ hấp thụ của dung dịch hiệu chuẩn trừ đi độ hấp thụ của dung dịch trắng và dựng đồ thị của nồng độ hấp thụ dựa theo nồng độ nitơ nitrat, biểu thị bằng miligam trên lít. Đồ thị này phải tuyến tính và phải đi qua điểm gốc.

6.4 Xác định

Tiến hành thao tác theo 6.3.2 và 6.3.3, dùng một bình nón dung tích 100 ml và phần mẫu thử (6.1) thay cho dung dịch hiệu chuẩn.

7 Biểu thị kết quả

7.1 Tính toán

Độ hấp thụ của nitơ nitrat trong phần mẫu thử, A_0 , được tính theo công thức:

$$A_0 = A_1 - A_2$$

trong đó

A_1 là độ hấp thụ của phần mẫu thử (6.4);

A_2 là độ hấp thụ của mẫu trắng (6.2).

Xác định nồng độ nitơ nitrat, ρ_N , tính bằng miligam trên lít tương ứng với độ hấp thụ A_0 từ đường chuẩn (6.3.4).

Kết quả có thể được biểu thị theo các cách khác nhau (xem bảng 1).

Bảng 1

	$c(\text{NO}_3^-)$	$\rho_{\text{NO}_3^-}$	ρ_N
	mmol/l	mg/l	mg/l
$c(\text{NO}_3^-) = 1 \text{ mmol/l}$	1	62	14,01
$\rho_{\text{NO}_3^-} = 1 \text{ mg/l}$	0,0161	1	0,226
$\rho_N = 1 \text{ mg/l}$	0,0714	4,427	1

Ví dụ:

Nồng độ nitrat $\rho_{NO_3^-} = 1$ mg/l tương đương với nồng độ nitơ nitrat $\rho_N = 0,226$ mg/l.

7.2 Độ chính xác

7.2.1 Độ lặp lại

Độ lệch chuẩn lặp lại được xác định¹⁾ từ dung dịch tiêu chuẩn được trình bày ở bảng 2.

Bảng 2

Hàm lượng nitrat, ρ_N	Độ lệch chuẩn	Bậc tự do
mg/l	mg/l	
3,00	0,20	4
6,00	0,35	4
9,00	0,25	4
12,00	0,14	4
24,65	0,07	19

7.2.2 Độ tái lập

Độ lệch chuẩn tái lập được xác định trong các thí nghiệm liên phòng thí nghiệm và được trình bày ở bảng 3.

Bảng 3

Mẫu	Hàm lượng nitrat, ρ_N	Độ lệch chuẩn tổng	Bậc tự do
	mg/l	mg/l	
Nước uống được	2,6	0,17	21
Nước ngầm	5,8	0,71	20
Nước bề mặt	10,2	0,29	18
Nước thải	15,9	0,82	20

8 Trường hợp đặc biệt

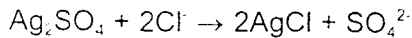
8.1 Khái quát

Ảnh hưởng của clorua tới phương pháp xác định này được nêu ra ở phụ lục. Nếu nồng độ clorua trong một mẫu thí nghiệm biết chắc chắn gây cản trở thì phải loại clorua khỏi mẫu thử nghiệm bằng phản ứng kết tủa với bạc sunphat.

¹⁾ Dữ liệu lấy từ Liên bang Đức

8.2 Nguyên tắc và phản ứng

Phản ứng giữa bạc sunphat với ion clorua theo phương trình sau:



312 mg bạc sunphat sẽ làm kết tủa 71 mg ion clorua. Thêm khoảng hai lần lượng bạc sunphat vào mẫu thử nghiệm để đảm bảo kết tủa hoàn toàn clorua. Lọc mẫu trước khi lấy phần mẫu thử để phân tích.

8.3 Thuốc thử

8.3.1 Dung dịch bạc sunphat, 4,4 g/l

Hoà tan $4,40 \pm 0,02$ g bạc sunphat (Ag_2SO_4) vào trong khoảng 950 ml nước và pha loãng bằng nước thành 1 lít vào một ống đong.

Dung dịch này bền lâu dài nếu được bảo quản ngay trong một chai thủy tinh màu hổ phách.

8.4 Dụng cụ và vật liệu

Các dụng cụ phòng thí nghiệm thông thường và

Giấy lọc xốp mịn không tàn. Không cho nitrat đi qua trong khi lọc.

8.5 Tiến hành

Trước tiên xác định nồng độ clorua trong mẫu phòng thí nghiệm ρ_{Cl} , biểu thị bằng miligam trên lít.

Dùng pipét lấy 25 ml dung dịch mẫu phòng thí nghiệm vào một cốc khô dung tích 50 ml. Dùng buret thêm $0,05 \rho_{\text{Cl}}$ ml dung dịch bạc sunphat (8.3), trong đó ρ_{Cl} là nồng độ clorua đã được xác định. Lưu ý đến phần thể tích dung dịch bạc sunphat được thêm vào.

Khuấy đều các chất trong cốc và sau đó lọc hỗn hợp bằng giấy lọc (8.4). Hứng lại toàn bộ phần qua lọc vào một cốc khô dung tích 50 ml.

Tiến hành qui trình (điều 6) nhưng dùng 5 ml dung dịch qua lọc này như là phần mẫu thử.

8.6 Biểu thị kết quả

Qui trình giống 7.1. Nồng độ nitrat ρ'_{Cl} của mẫu thí nghiệm tính bằng miligam trên lít được tính theo công thức sau:

$$\rho'_{\text{Cl}} = \frac{\rho_{\text{Cl}}(25 + V)}{25}$$

Trong đó

ρ_{Cl} là nồng độ nitrat đọc từ đồ thị hiệu chuẩn, tính bằng miligam trên lít;

V là thể tích dung dịch bạc sunphat thêm vào (8.5), tính bằng mililit.

Phụ lục

Ảnh hưởng của clorua đến phương pháp

A.1 Áp dụng phương pháp khi không có trường hợp đặc biệt cho qui trình (xem điều 8)

Bảng 4

Nồng độ clorua ρ_{Cl} của mẫu thí nghiệm	Ảnh hưởng đến cách xác định	
	$\rho_N = 2 \text{ mg/l}$	$\rho_N = 15 \text{ mg/l}$
mg/l		
25	+ 0,11	+0,10
50	+0,15	+0,32
75	+0,13	+0,45
100	+0,16	+0,64
200	+0,23	+1,30
300	+0,30	+2,07
400	+0,38	+2,75

A.2 Áp dụng phương pháp khi có trường hợp đặc biệt cho qui trình (xem điều 8)

Bảng 5

Nồng độ clorua ρ_{Cl} của mẫu thí nghiệm	Ảnh hưởng đến cách xác định	
	$\rho_N = 2 \text{ mg/l}$	$\rho_N = 15 \text{ mg/l}$
mg/l		
25	+ 0,14	+0,20
50	+0,14	+0,20
75	+0,22	+0,17
100	+0,17	+0,17
200	+0,12	+0,22
300	+0,15	+0,25
400	+0,25	+0,29