

TCVN 6624 - 1 : 2000

ISO 11905 - 1 : 1997

CHẤT LƯỢNG NƯỚC – XÁC ĐỊNH NITƠ
PHẦN 1 : PHƯƠNG PHÁP PHÂN HUỶ MẪU
BẰNG PERDISUNFAT

Water quality – Determination of nitrogen

Part 1 : Method using oxidative digestion with peroxodisulfate

HÀ NỘI -2000

Lời nói đầu

TCVN 6624 -1 : 2000 hoàn toàn tương đương với ISO 11905 - 1 : 1997.

TCVN 6624 - 1 : 2000 do Ban Kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC 147 Chất lượng nước biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành

Chất lượng nước – Xác định nitơ –

Phần 1: Phương pháp phân huỷ mẫu bằng perdisunfat

Water quality – Determination of nitrogen –

Part 1: Method using oxidative digestion with peroxodisulfate

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định nitơ trong nước dưới dạng amoniac tự do, amoni, nitrit, nitrat và nitơ hữu cơ có khả năng chuyển thành nitrat trong những điều kiện oxy hoá được trình bày.

Khí nitơ hòa tan không được xác định bằng phương pháp này.

Phương pháp này được áp dụng để phân tích nước ngọt tự nhiên, nước biển, nước uống, nước mặt và nước thải đã xử lý. Nó cũng được áp dụng để phân tích nước thải sinh hoạt và nước thải công nghiệp, trong đó lượng chất hữu cơ trong phần mẫu thử dưới 40 mg/l tính theo cacbon(C), hoặc cacbon hữu cơ tổng số (TOC) dưới 120mg/l tính theo oxy (O₂), hoặc nhu cầu oxy hoá (COD) theo các tiêu chuẩn tương ứng.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 4851: 1989 (ISO 3696:1987) Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm phân tích - Yêu cầu kỹ thuật và các phương pháp thử.

TCVN 4550: 1989 (ISO 5725-2:1994) Độ đúng (độ thực và độ chính xác) của các phương pháp đo và kết quả - Phần 2: phương pháp cơ bản để xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.

3 Khoảng xác định

Nếu dùng thể tích phần mẫu thử lớn nhất như trong 9.1 có thể xác định thì nitơ (N) tới 5 mg/l. Nồng độ lớn hơn có thể dùng lượng mẫu ít hơn.

Nếu dùng thể tích phần mẫu thử lớn nhất thì giới hạn phát hiện dưới của N là 0,02 mg/l. Điều đó phụ thuộc vào phương pháp đo nồng độ nitrat được hình thành do oxy hóa.

4 Độ nhạy

Độ nhạy phụ thuộc vào phương pháp được dùng để đo nồng độ nitrat tạo ra trong quá trình oxy hóa.

Cản trở chính là các chất hữu cơ hòa tan hoặc lơ lửng có trong mẫu, chúng cạnh tranh trong quá trình oxy hóa bằng persulfat. Cần cho dư chất oxy hóa nếu COD của mẫu vượt quá 120 mg/l tính theo oxy (O₂) hoặc TOC vượt quá 40 mg/l, tính theo C, và cần pha loãng mẫu.

Không phải tất cả hợp chất nitơ hữu cơ chuyển định lượng thành nitrat trong quá trình oxy hóa. Độ chuyển hóa thấp có thể thấy với các hợp chất chứa nitơ với nối đôi hoặc nối ba và với các hợp chất chứa nhóm $\alpha >C=NH$. Những hợp chất có nhóm amino tự do cũng chuyển hóa không hoàn toàn nhưng không bao giờ ít hơn 87 %; chuyển hóa tốt là các hợp chất dị vòng, xem phụ lục B. Nói chung, phương pháp cho kết quả tốt với các hợp chất nitơ hữu cơ và kết quả này không khác nhiều với đo bằng máy, oxy hóa ở nhiệt độ cao hoặc khử trên một khoảng rộng các mẫu thực có chứa một lượng đáng kể các hợp chất hữu cơ.

5 Nguyên tắc

Amoniac, nitrit và nhiều hợp chất hữu cơ chứa nitơ ở trong mẫu được oxy hóa thành nitrat bằng persulfat trong một hệ đệm kiềm bằng cách đun sôi dưới áp suất cao trong bình kín.

Sự khử nitrat thành nitrit thực hiện trong vòng trộn chứa cadmi dạng hạt được xử lý với đồng. Nitrit sinh ra phản ứng với 4-aminobenzen, sunfonamit và N-(1-naphtyl)-1,2-diaminoetan diclohydrat tạo thành màu hồng. Đo quang tiến hành ở bước sóng 540 nm.

6 Thuốc thử

Trong phân tích chỉ dùng nước cất tinh khiết mức độ 3 theo TCVN 4851: 1988 (ISO 3696: 1987) và các thuốc thử tinh khiết phân tích.

6.1 Axit sunfuric, $c(H_2SO_4) \approx 4 \text{ mol/l}$

Hòa tan cẩn thận (110 ± 0,5) ml axit sunfuric đặc (H₂SO₄, $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$) trong khoảng 350 ml nước. Để nguội đến nhiệt độ phòng và thêm nước đến (500 ± 10) ml. Giữ trong bình thủy tinh hoặc plastic. Thuốc thử này rất bền.

Cảnh báo: Thuốc thử này gây bỏng nặng. Cần đi găng và đeo kính khi làm việc với axit.

6.2 Dung dịch natri hydroxyt, $c(\text{NaOH}) \approx 0,375 \text{ mol/l}$

Hòa tan $(15,0 \pm 0,5)$ g natri hydroxit NaOH trong khoảng 900 ml nước. Để nguội đến nhiệt độ phòng và thêm nước đến (1000 ± 10) ml. Giữ trong bình polyetylen. Thuốc thử này bền ít nhất 6 tháng.

Cảnh báo: Thuốc thử này ăn da. Cần đi găng và đeo kính khi chuẩn bị thuốc thử và làm việc với nó.

6.3 Dung dịch oxy hóa

Hòa tan $(5,0 \pm 0,1)$ g kali persulfat tinh khiết phân tích ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$) chứa không quá 0,001 % (m/m) nitơ tạp chất, và $(3,00 \pm 0,05)$ g axit boric (H_3BO_3) trong (100 ± 5) ml dung dịch natri hydroxit (6.2). Giữ dung dịch trong bình polyetylen và giữ trong tối ở nhiệt độ phòng. Thuốc thử này bền một tuần lễ.

Cảnh báo: Thuốc thử ăn da. Cần đi găng và đeo kính khi chuẩn bị và sử dụng thuốc thử này.

6.4 Axit clohydric, $c(\text{HCl}) \approx 5 \text{ mol/l}$

Thêm cẩn thận (450 ± 10) ml axit clohydric đậm đặc (HCl , $\rho = 1,18 \text{ g/ml}$) vào (500 ± 10) ml nước, vừa khuấy đều. Thêm nước đến (1000 ± 10) ml. Giữ trong bình thủy tinh hoặc polyetylen. Thuốc thử này bền ít nhất 6 tháng.

Cảnh báo: Thuốc thử này gây bỏng nặng. Cần đi găng và đeo kính khi chuẩn bị và dùng axit này.

6.5 Axit clohydric, $c(\text{HCl}) \approx 0,1 \text{ mol/l}$

Hòa $(10,0 \pm 0,5)$ ml axit clohydric đậm đặc (HCl , $\rho = 1,18 \text{ g/ml}$) vào khoảng 900 ml nước. Thêm nước đến (1000 ± 10) ml và trộn đều. Giữ trong bình thủy tinh hoặc polyetylen. Dung dịch này rất bền.

Cảnh báo: Thuốc thử này gây bỏng nặng. Cần đi găng và đeo kính khi chuẩn bị và dùng axit này.

6.6 Dung dịch glycin, 200 mg/l, tính theo N

Hòa tan $(1,072 \pm 0,001)$ g glycin $\text{H}_2\text{NCH}_2\text{COOH}$ trong khoảng 800 ml nước rồi pha loãng đến 1 l trong bình định mức. Giữ trong bình thủy tinh. Nếu giữ trong tủ lạnh ở 0°C đến 5°C thì thuốc thử này bền ít nhất 1 tháng.

TCVN 6624-1 : 2000

6.7 Dung dịch glycin, 2 mg/l, tính theo N

Dùng pipet hút (10,00 ± 0,01) ml dung dịch glycin (6.6) vào bình định mức 1 lít, thêm nước đến vạch. Chuẩn bị dung dịch này cho mỗi lô phân tích.

Chú thích - Nồng độ của dung dịch tiêu chuẩn glycin này cần chọn cho phù hợp với khoảng nồng độ nitơ cần xác định; thí dụ, nếu nồng độ nitơ cần xác định thấp hơn thì nồng độ của dung dịch glycin này cần giảm đi (xem 9.5).

6.8 Thử trắng

Tiến hành ít nhất một thử trắng sử dụng qui trình đưa ra nhưng thay thế mẫu thử bằng nước cất.

6.9 Dung dịch đồng sunfat

Hòa tan (20 ± 0,2) g đồng (II) sunfat ngậm 5 phân tử nước (CuSO₄·5H₂O) trong (1000 ± 10) ml nước. Giữ trong bình thủy tinh hay polyetylen. Dung dịch này bền ít nhất 6 tháng.

6.10 Cadmi hạt được xử lý với đồng

Cảnh báo: Cadmi rất độc khi hít phải, tiếp xúc với da hoặc ăn phải.

Rửa (10 ± 0,1) g cadmi hạt (250 μm đến 425 μm) trong (50 ± 0,5) ml axit clohydric (6.4). Tráng ba lần bằng nước theo cách gạn. Thêm (100 ± 1) ml dung dịch đồng (II) sunfat CuSO₄ (6.9) và lắng đều các hạt trong 5 min cho đến khi màu xanh của dung dịch nhạt đi. Gạn bỏ dung dịch và lặp lại với dung dịch đồng (II) sunfat mới (6.9) cho đến khi kết tủa màu nâu xuất hiện. Cuối cùng rửa các hạt bằng nước cho đến khi tất cả đồng kết tủa bị rửa trôi. Cần rửa ít nhất 10 lần. Giữ các hạt cadmi đã xử lý trong nước. Tránh để tiếp xúc với không khí.

6.11 Dung dịch đệm

Hòa tan (85,0 ± 0,5) g amoni clorua (NH₄Cl) trong khoảng 800 ml nước. Thêm (1,0 ± 0,1) g chất làm ướt (6.13). Thêm nước đến (1000 ± 10) ml và giữ trong bình thủy tinh. Dung dịch này bền ít nhất 1 tháng.

6.12 Thuốc thử màu

Hòa tan (40 ± 0,5) g 4-aminobenzen sunfonamit (NH₂C₆H₄SO₂NH₂) trong hỗn hợp (100 ± 1) ml axit phosphoric (H₃PO₄, ρ = 1,71 g/ml) và (500 ± 50) ml nước trong cốc. Hòa tan (2,00 ± 0,2) g N-(1-naphtyl)-1,2-diaminoetan diclohydric (C₁₀H₇NHCH₂CH₂NH₂·2HCl) trong dung dịch trên. Chuyển sang bình định mức 1000 ml và thêm nước đến vạch. Trộn đều. Giữ trong bình màu nâu. Dung dịch bền 1 tháng nếu giữ ở 2 °C đến 5 °C.

Cảnh báo: N-(1-naphtyl)-1,2-diaminoetan diclohydric rất độc nếu hít phải, tiếp xúc với da hoặc ăn phải.

6.13 Chất làm ướt

Chú thích - Sự có mặt của chất làm ướt trong hệ thống dòng chảy để làm trơn.

Dùng một chất hoạt động bề mặt không ion như cồn polyoxyetylen hoặc alkylphenoxypolyetoxy etanol.

6.14 Dung dịch nitrat, 1000 mg/l, tính theo N

Hòa tan ($7,215 \pm 0,001$) g kali nitrat (KNO_3) (đã sấy khô ít nhất trong 2 h ở 105°C) vào 750 ml nước. Chuyển hoàn toàn vào bình định mức 1 l và thêm nước đến vạch. Giữ trong bình thủy tinh. Dung dịch này bền 2 tháng.

6.15 Dung dịch nitrat, 100 mg/l, tính theo N

Hút bằng pipet ($50,00 \pm 0,05$) ml dung dịch nitrat (6.14) cho vào bình định mức 500 ml, thêm nước đến vạch. Giữ trong bình thủy tinh. Dung dịch này bền 1 tháng.

6.16 Dung dịch nitrit, 100 mg/l, tính theo N

Hòa tan ($0,492 \pm 0,002$) g natri nitrit (NaNO_2) đã sấy khô ít nhất 2 h ở 105°C) trong khoảng 750 ml nước. Chuyển sang bình định mức 1000 ml và thêm nước đến vạch. Giữ trong bình thủy tinh màu nâu ở 2°C đến 5°C , dung dịch này bền ít nhất 1 tháng.

6.17 Dung dịch nitrit, 4 mg/l, tính theo N.

Dùng pipet hút ($2,00 \pm 0,01$) ml dung dịch nitrit (6.16) vào bình định mức 50 ml và thêm nước đến vạch. Chuẩn bị dung dịch này ngay khi dùng.

7 Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm và:

7.1 Máy trộn

7.2 Bình phân hủy mẫu

Các bình bằng polytetrafloeten (PTFE) hoặc bằng vật liệu thích hợp, có nút vặn, thể tích từ 100 ml đến 125 ml, chịu được áp suất đến 200 kPa. Xem 9.3.

TCVN 6624-1 : 2000

7.3 Thiết bị autoclave chịu áp suất 200 kPa và vận hành ở nhiệt độ 120 °C . Xem thêm chú thích ở phụ lục C.

7.4 Thiết bị phân tích dòng liên tục

- bộ nạp mẫu;
- bơm nhu động nhiều kênh;
- bộ phân tích gồm các ống, vòng trộn, cột khử (7.5) máy đo phổ và bộ phận tách gồm cuvet và bình đo có khả năng đo ở bước sóng 520 nm và 550 nm;
- máy ghi.

7.5 Cột khử

Ống thủy tinh hoặc plastic, đường kính trong đúng bằng đường kính trong của cuộn trộn lẫn dùng trong thiết bị. Nhồi cột bằng các hạt cadmi đã xử lý với đồng (6.10) (ĐỘC). Thể tích, tính bằng mililit, chiếm bởi các hạt càng gần với tốc độ dòng, tính bằng ml/min, chảy qua cột càng tốt.

8 Lấy mẫu

Lấy mẫu vào bình thủy tinh hoặc plastic. Phân tích ngay nếu có thể. Nếu giữ mẫu thì phải để ở 2 °C đến 5 °C trong vòng 48 giờ.

Chú thích - Axit hóa mẫu bằng axit sunfuric (6.1) đến pH 2 là một trợ giúp khi lưu giữ mẫu. Cần tránh sự nhiễm bẩn của mẫu đã axit hóa do hấp thụ amoniac từ không khí. Trường hợp axit hóa thì mẫu có thể lưu giữ đến 8 ngày.

9 Cách tiến hành

9.1 Phần mẫu thử

Phần mẫu thử tối đa cho phép xác định hàm lượng nitơ đến 5 mg/l là 50 ml. Dùng lượng mẫu ít hơn nếu nồng độ nitơ cao hơn. Trong mọi trường hợp mẫu thử cần được kiểm tra cacbon hữu cơ tổng số (TOC) không quá 2 mg cacbon hoặc COD để không vượt quá 6 mg oxy.

Trước khi lấy mẫu thử cần lắc mẫu thật kĩ. Nếu mẫu không đồng nhất thì có thể dùng máy trộn (7.1). Nếu mẫu có môi trường axit mạnh (pH < 2) thì cần bảo đảm rằng sau khi thêm dung dịch chất oxy hóa (6.3) vào mẫu thử, cần dùng natri hydroxit (6.2) điều chỉnh để pH đạt 9,7.

9.2 Thử trắng

Thực hiện ít nhất một thử trắng cho mỗi lô mẫu, dùng (50 ± 1) ml nước cất thay cho mẫu thử.

9.3 Rửa sạch các bình phân huỷ mẫu

Trước khi phân tích lần đầu, rót vào mỗi bình phân huỷ mẫu mới (7.2) khoảng (60 ± 1) ml (7.2) dung dịch oxy hóa (6.3). Đậy bình và đun trong thiết bị (7.3) trong (30 ± 5) min. Lấy bình ra để nguội đến nhiệt độ phòng và đổ bỏ phần dung dịch ở trong. Tráng kỹ bình bằng nước, nạp đầy đến miệng bằng axit clohydric (6.5), đậy kín và giữ để phân tích. Ngay trước khi dùng cần đổ axit đi và tráng cẩn thận bằng nước.

Sau khi rửa bình như trên tráng bình bằng nước. Nếu ngờ bị nhiễm bẩn thì rửa lại bình như đã trình bày. Nếu có thể, giữ riêng các bình đã rửa để xác định nitơ.

9.4 Phân huỷ mẫu

Dùng pipet hút 50 ml (V ml) phần mẫu thử (9.1) cho vào bình phân huỷ mẫu (7.2), nếu cần thì thêm nước cho đủ thể tích (50 ± 1) ml. Hút bằng pipet $(10,0 \pm 0,1)$ ml dung dịch oxy hóa (6.3) cho vào bình phân huỷ mẫu và đậy ngay. Trộn cẩn thận. Phá mẫu trong (30 ± 5) min ở (120 ± 5) °C. Có những mẫu cần tăng thời gian phá mẫu lên đến 60 min.

Lấy bình mẫu ra và để nguội đến nhiệt độ phòng.

Lắc bình để làm tan kết tủa có thể sinh ra, chuyển định lượng dung dịch vào bình định mức 100 ml. Thêm nước đến vạch.

Chú thích 1 - Nếu còn lại kết tủa không tan trong quá trình phân huỷ mẫu, cần lọc qua màng lọc bằng sợi thủy tinh vào bình 100 ml đã được hiệu chuẩn. Tráng màng lọc bằng nước để đảm bảo chuyển hết lượng.

Chú thích 2 - Nếu cần có thể phá mẫu nhiều tuần trong các bình kín trước khi tiến hành phân tích. Cần tránh hấp thụ amoniac từ không khí.

9.5 Kiểm tra độ tìm thấy nitơ hữu cơ

Với mỗi lô mẫu phân huỷ cần tiến hành ít nhất một phép thử độ tìm thấy sử dụng $(50,00 \pm 0,05)$ ml dung dịch glycin (6.7) thay cho phần mẫu thử. Hàm lượng nitơ tìm thấy sẽ phải là $2,00 \text{ mg/l} \pm 0,20 \text{ mg/l}$. Nếu có sự khác biệt lớn thì cần kiểm tra lại cách làm và kết quả của cả lô mẫu sẽ không được báo cáo.

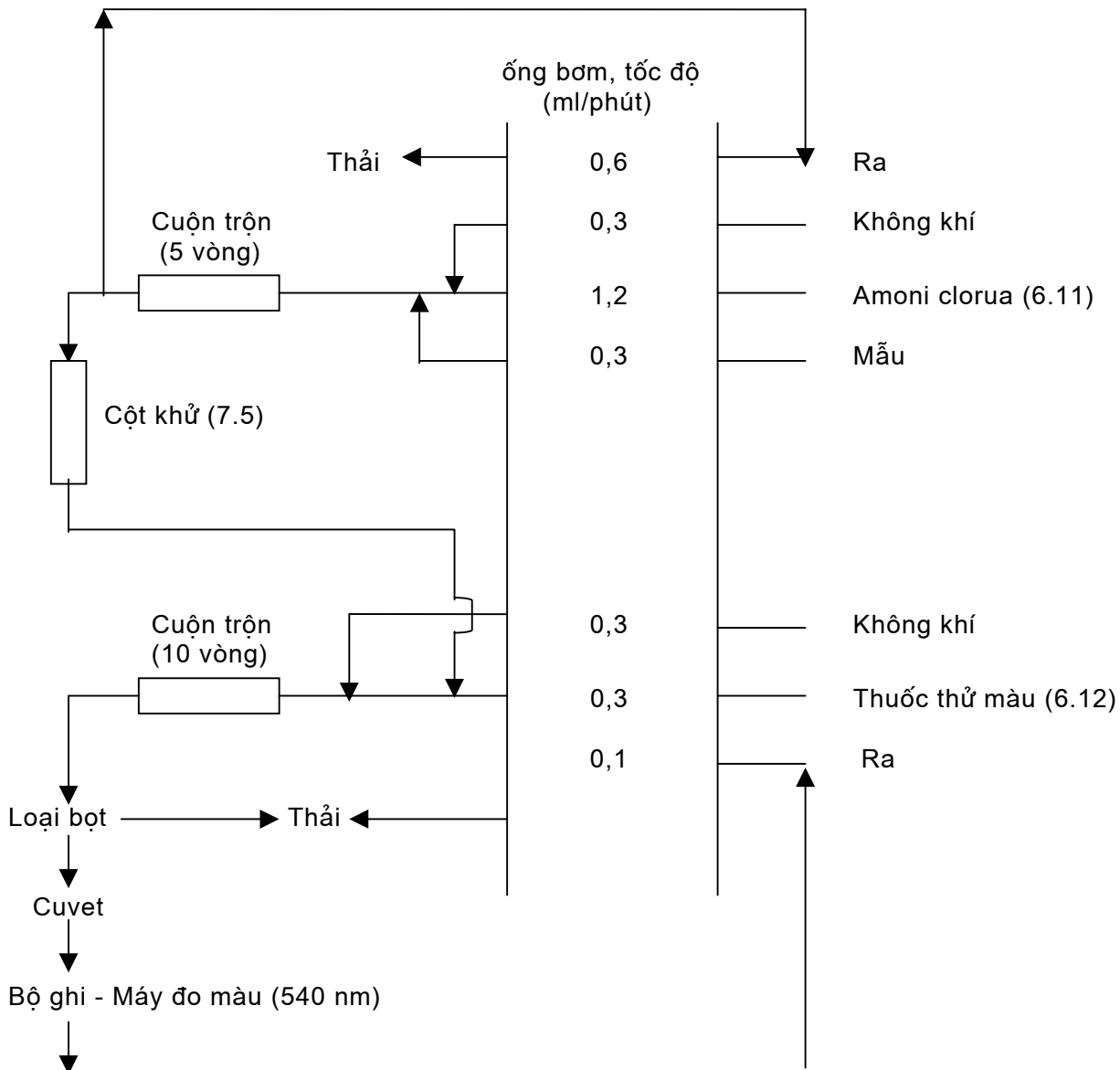
9.6 Vận hành

Nối hệ thống như trình bày trên hình 1, nhưng không nối cột khử. Cần tuân thủ hướng dẫn của hãng sản xuất.

Với phần mẫu ở phép thử trắng (6.8) đặt các ống dẫn thuốc thử vào vị trí thuốc thử tương ứng và khởi động bơm. Khi các ống dẫn thuốc thử và vòng trộn đã đầy thì ngừng bơm và nối cột khử vào hệ thống. Cách này ngăn không cho không khí lọt vào cột.

TCVN 6624-1 : 2000

Để hệ thống đạt cân bằng, trong thời gian đó kiểm tra chế độ làm việc của hệ thống, nếu cần thì khắc phục sự cố rồi tiếp tục theo 9.7.



Hình 1

9.7 Đặt độ nhạy ban đầu

Khi đường nền trên máy ghi ổn định, điều chỉnh kim ghi ở 5 % toàn thang, chuyển mẫu thử vào dung dịch tiêu chuẩn nitrat 4,0 mg/l (9.8). Nếu bộ ghi chỉ giá trị dương ổn định thì điều chỉnh giá trị này vào 95 % của toàn thang.

Chú thích 1 - Mẫu cần ở trong dung dịch tiêu chuẩn một thời gian đủ để số đọc ổn định.

Chuyển mẫu về vị trí rửa, loại hết vết của dung dịch chuẩn ở phần ngoài của mẫu bằng cách tráng bằng nước và thấm bằng vải sạch.

Chú thích 2 - Hiệu quả khử được định kì kiểm tra bằng cách so với dung dịch nitrat tiêu chuẩn 4,0 mg/l (9.8) và với dung dịch nitrit tiêu chuẩn 4,0 mg/l (6.17). Kết quả ở dung dịch nitrat cần phải ít nhất bằng 90 % kết quả của dung dịch nitrit. Nếu kết quả thấp hơn thì cần lưu ý đến hệ thống khử.

9.8 Dụng cụ chuẩn

Chọn khoảng hiệu chuẩn phù hợp với khoảng nồng độ cần xác định (xem 9.5). Thí dụ, thêm vào một loạt 5 bình định mức 50 ml từ microburet hay micropipet 1,0 ; 0,8 ; 0,6 ; 0,4 và 0,2 ml dung dịch nitrat (6.15). Thêm nước đến vạch. Các bình này tương đương với 4,0 ; 3,2 ; 2,4 ; 1,6 và 0,8 mg/l tính theo nitơ trong mẫu thử 50 ml (9.1). Nồng độ này tương đương với 0,2 ; 0,16 ; 0,12 ; 0,08 ; và 0,04 mg N trong mẫu thử.

Chạy 5 dung dịch hiệu chuẩn như chỉ ra ở 9.9.

Đo kết quả trên thiết bị ghi, dùng đường nền khi đặt độ nhạy làm giá trị trắng (9.7).

Vẽ đồ thị kết quả đo được và nồng độ nitơ mg/l. Đường chuẩn phải thẳng và đi qua gốc tọa độ. Nếu không, kiểm tra quá trình sao cho đường chuẩn phải thẳng.

9.9 Xác định

Tráng và đổ đầy vào mỗi bình một lượng thích hợp dung dịch mẫu thử, mẫu chuẩn hoặc mẫu trắng. Đặt các bình đó lên bàn quay và vận hành theo hướng dẫn của hãng sản xuất.

Chú thích - Nếu có biểu hiện bị nhiễu lẫn nhau của hai mẫu (tín hiệu không tách hoàn toàn) thì phải phân tích lại cả hai.

Khi đường nền ổn định trên máy ghi thì điều chỉnh lại điểm 5 % toàn thang và tiến hành đo. Khi toàn bộ các mẫu đã đo và trên máy ghi kim lại trở về đường nền thì bỏ cột khử ra khỏi hệ thống và tắt điện bộ ghi và máy đo phổ. Chuyển tất cả đường dẫn thuốc thử vào nước cất và bơm ít nhất 15 min nữa hoặc một thời gian theo chỉ dẫn của hãng sản xuất.

10 Biểu thị kết quả

10.1 Phương pháp tính

Đo các kết quả tương ứng với các mẫu hoặc dung dịch chuẩn từ giấy ghi, lấy đường nền (9.7) làm giá trị trắng. Đọc giá trị nồng độ nitơ tương đương, tính bằng miligam trên lít, theo đường chuẩn. Nồng độ này tương ứng với nồng độ nitơ trong mẫu khi 50 ml mẫu thử (9.1) đã dùng để phá mẫu. Nhân với 50/V khi lượng mẫu ít hơn, tính bằng V ml, đã lấy. Có thể xử lý bằng máy tính.

10.2 Độ chính xác

Độ chính xác của các phép thử liên phòng thí nghiệm quốc tế được trình bày trong bảng A.1 phụ lục A. Số liệu được xử lý theo TCVN 4550: 1989 (ISO 5725-2).

11 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả cần có các thông tin sau:

- a) trích dẫn tiêu chuẩn này;
- b) mọi thông tin để nhận dạng mẫu;
- c) kết quả và phương pháp biểu thị kết quả;
- d) nhận xét về các kết quả thu được theo TCVN 6624-1: 2000 (ISO 11905-1) và kết quả thu được bằng kỹ thuật khác;
- e) nhu cầu oxi hóa học hoặc nồng độ cacbon hữu cơ tổng số trong mẫu;
- f) thể tích phần mẫu thử;
- g) chi tiết những vận hành không có trong TCVN 6624-1: 2000 (ISO 11905-1) và mọi tính huống có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Phụ lục A
(tham khảo)
Độ chính xác

Bảng A.1 - Độ chính xác của kết quả thử nitơ tổng số của liên phòng thí nghiệm quốc tế

Mẫu	LAB	No.	NAP	Trung bình	s_R	CV_R %	s_r	CV_r %	Độ tìm thấy trung bình %
L	17	34	2	1,989	0,071	3,558	0,047	2,364	100
O	17	34	1	99,263	5,692	5,734	2,776	2,796	99
M	17	34	0	7,401	0,535	7,226	0,166	2,241	
R	17	34	1	15,002	0,586	3,904	0,318	2,119	96
N	17	34	0	7,179	0,463	6,447	0,141	1,960	
S	17	34	0	16,941	0,900	5,313	0,202	1,195	98
P	17	34	2	7,222	0,291	4,031	0,171	2,373	
Q	17	34	0	22,247	1,138	5,117	0,501	2,252	99

LAB = Số phòng thí nghiệm

L = Chuẩn 2 mg/l

O = Chuẩn 100 g/l

M = Nước thải đã lắng

R = Nước thải đã lắng, lấy với 8 mg/l

N = Nước thải công nghiệp sau xử lý

S = Nước thải công nghiệp sau xử lý, lấy với 10 mg/l

P = Cửa sông

Q = Cửa sông lấy với 15 mg/l

No = Số các kết quả

NAP = Số phòng thí nghiệm có kết quả bị loại ra

s_R = Độ lệch chuẩn của độ tái lập

CV_R = Hệ số biến động của độ tái lập

s_r = Độ lệch chuẩn của độ lặp lại

CV_r = Hệ số biến động của độ lặp lại.

Phụ lục B

(tham khảo)

Độ tìm thấy ở một số hợp chất chứa nitơ

Hợp chất	Lượng nitơ	Thời gian phá mẫu	Độ tìm thấy
	mg/l	min	%
Amoni clorua	4	30	99-101
Metyl da cam	4	30	35-38
Natri azit	4	30	7-17
4-nitrophenol	0,6	30	102-107
4-nitroanilin	3	30	99-101
	0,6	30	88-93
	0,6	60	85-88
	3	30	79-82
	3	60	79-82
Adenosin triphosphat	0,5	30	72-87
	3	30	75-94
Dimetyl fomamit	0,5	30	92-99
	3	30	98-103
Pyridin	0,5	30	94-98
	3	30	96-97
Axit nicotinic	2-4	30	89-103
Muối dinatri EDTA thế 2 natri	2-4	30	87-98
Kali ferocyanua	2-4	30	84-99
Urê	2-4	30	91-103
Cloramin	2-4	30	77-88
1-aminoanthraquinon-2-sunfonic	2-4	30	98-99
Thiourê	0,5-3	30	78-107

Phụ lục C

(tham khảo)

Xác định nitrat

C.1 Đại cương

Có nhiều phương pháp xác định ion nitrat trong dung dịch. Mọi kỹ thuật đều được dùng rộng rãi để phân tích nước, nhưng chỉ có kỹ thuật viết ở dưới đây mới phân tích được chính xác nitrat trong dung dịch mẫu. Nên sử dụng các kỹ thuật có độ chính xác tốt hơn hoặc bằng với kết quả đã cho trong bảng A.1.

Chú thích – Máy phân huỷ mẫu vi sóng có thể được dùng trong các phương pháp đối chiếu hay thay thế Qui trình vận hành thiết bị cần được đánh giá và kết quả thu được phải bằng hoặc hơn kết quả đã cho trong bảng A.1.

C.2 Phương pháp trắc quang tự động trong dòng chảy liên tục với việc khử nitrat thành nitrit bằng hydrazin

Phương pháp này tương tự với phương pháp đối chiếu đã nêu nhưng phải dùng dung dịch hydrazin sulfat, được thêm vào trước khi thêm thuốc thử màu thay cho cột khử chứa hạt cadmi được xử lý với đồng.

C.3 Khử nitrat thành nitrit bằng cách cho dung dịch mẫu đã phân huỷ qua cột chứa cadmi, tiếp theo là phản ứng và đo phổ

Phương pháp này tương tự với phương pháp dòng chảy liên tục đã nêu. Axit dùng trong phá mẫu cần trung hòa bằng dung dịch natri hydroxit trước khi định mức đến 100 ml ở bước 9.4.

C.4 Đo quang trực tiếp dùng máy tử ngoại

Phương pháp này gồm việc đo độ hấp thụ tử ngoại của dung dịch sau phá mẫu ở bước sóng 210 nm.

Đó là phương pháp nhanh nhưng cần kiểm tra độ hấp thụ ở bước sóng 210 nm với bất kỳ dư lượng chất hữu cơ nghi ngờ. Nếu độ hấp thụ ở 275 nm vượt 5 % độ hấp thụ ở bước sóng 210 nm (cùng cuvet) thì phương pháp được coi là không đạt.

C.5 Các phương pháp sắc kí lỏng

Tách bằng sắc kí lỏng ion dùng nhựa trao đổi ion dung lượng thấp làm pha tĩnh và dùng dung dịch muối của axit yếu đơn chức hay bậc hai chức làm pha động. Có thể dùng phương pháp đo độ dẫn hoặc hấp thụ tử ngoại để phát hiện. Xem TCVN 6494: 1999 (ISO 10304-1).

Phụ lục D

(tham khảo)

Tài liệu tham khảo

- [1] F Nydal Về phương pháp persulfat oxi hóa để xác định nitơ tổng số trong nước. Nghiên cứu nước (On the peroxodisulfate oxidation of total nitrogen in waters to nitrate. Water Research), 12, 1987, tr.1123.
- [2] F Koroleff Phương pháp phân tích nước biển(Methods of seawater analysis.), xuất bản bởi K Grasshoff, M Ehrhardt và K Kremling. Xuất bản lần thứ hai, Verlag Chemic, Wein heim, 1983.
- [3] ISO 2854:1976 Thống kê số liệu – Kỹ thuật đánh giá và thử liên quan đến trung bình và phương sai. (Statistical interpretation of data – Techniques of estimation and tests relating to means and variances.)
- [4] ISO 6060:1989 Chất lượng nước – Xác định yêu cầu oxi hóa học.(Water quality – Determination of the chemical oxygen demand.)
- [5] ISO 10304-1:1992 Chất lượng nước – Xác định florua, clorua, nitrit, phosphat, bromua, nitrat và sunfat hòa tan, dùng sắc kí lỏng ion – Phần 1: Phương pháp dùng cho nước với nồng độ thấp. (Water quality – Determination of dissolved fluoride, chloride, nitrite, orthophosphate, bromide, nitrate and sulfate, using liquid chromatography of ions – Part 1: Method for water with low concentration.)
- [6] EN 1484:1994 Phân tích nước – Hướng dẫn xác định cacbon hữu cơ tổng số (TOC). (Water analysis – Guidelines for the determination of total organic carbon (TOC)).
-