

Photpho tổng và hoạt tính (Orthophosphate)

DOC316.53.01071

Phương pháp Ascorbic Acid

Phương pháp 10209 (hoạt tính)

Phương pháp 10209 (tổng)

HR (1.5 đến 15.0 mg/L PO_4^{3-}

TNTplus 844

hoặc 0.5 đến 5.0 mg/L $\text{PO}_4\text{-P}$)

Phạm vi ứng dụng: nước thải, nước uống, nước mặt và nước công nghệ

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	Tấm chắn sáng
DR 5000	—
DR 2800	LZV646

Trước khi làm thí nghiệm

Chỉ đối với DR 2800: Đặt tấm chắn ánh sáng vào buồng đo số 2 trước khi làm thí nghiệm.

Xem Hướng dẫn An toàn và Hạn sử dụng trên nhãn của hóa chất.

Điều chỉnh nhiệt độ của mẫu và hóa chất từ 15 – 25°C (59 – 77°F). Nhiệt độ bảo quản hóa chất từ 15 – 25°C (59 – 77°F).

Điều chỉnh pH của mẫu từ 2 – 10.

Sản phẩm sau khi phân tích có chứa Molybdenum. Ngoài ra, mẫu sau cùng có pH < 2 được xem như chất ăn mòn (D002) theo quy định của RCRA. Tham khảo MSDS để có thông tin về an toàn và thải bỏ đúng cách.

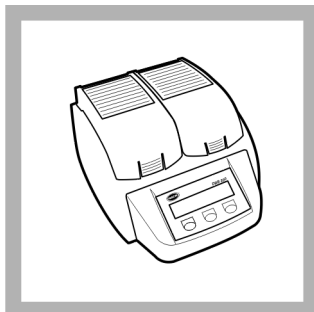
Phương pháp TNTplus được khởi động trên màn hình Menu chính khi ống mẫu được đặt vào buồng đo.

Các dụng cụ cần dùng

Mô tả	Số lượng
Phosphorus, Reactive Total HR TNT 844 Reagent Set	1
DRB Reactor for use with 13 mm wells (use adapters with 16 mm wells)	1
Light Shield (xem Thông tin thiết bị sử dụng)	1
Pipettor for 100–1000 µL Sample	1
Pipettor Tips for 100–1000 µL Pipettor	1
Test Tube Rack	1

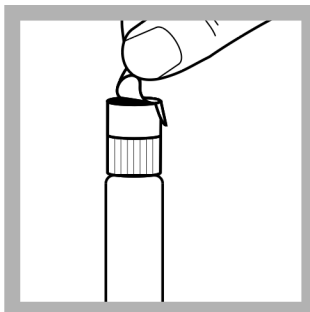
Xem [Danh mục các thiết bị và hóa chất có thể sử dụng và thay thế](#) để có thông tin mua hàng.

Phương pháp 10210, xác định Tổng photpho

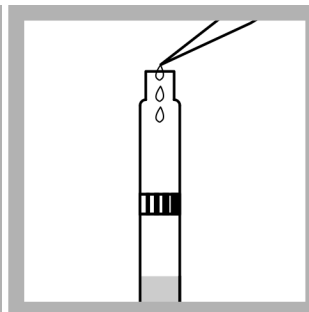


1. Bật bếp nung DRB200. Gia nhiệt đến 100 °C.

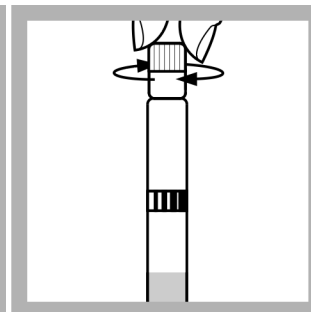
Đặt vào khối nung có lỗ 16mm adapter giảm kích thước xuống 13-mm trước khi bật bếp



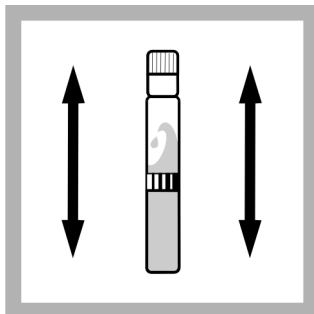
2. Cẩn thận tháo miếng bạc che phía trên nắp ống Dosicap™ **Zip**. Tháo nắp khỏi ống nghiệm.



3. Pipet cẩn thận 0.5 mL (500 µL) mẫu vào trong ống

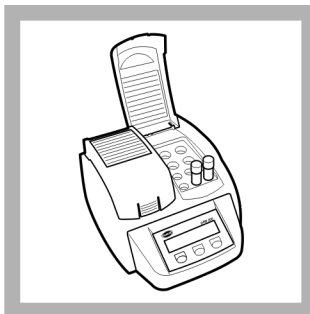


4. Vận đầu nắp DosiCap **Zip** sao cho thuốc thử hướng vào trong ống. Vận chặt nắp.

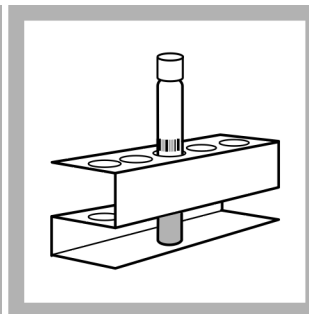


5. Lắc ống 2-3 lần để hòa tan thuốc thử trong nắp.

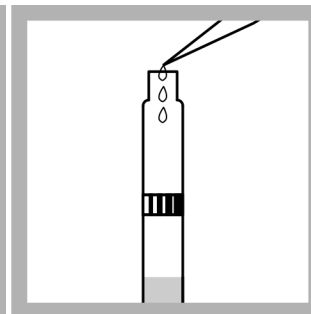
Kiểm tra thuốc thử có hòa tan hết bằng cách nhìn xuyên từ ngoài ống Dosicap **Zip** xuống.



6. Đặt ống nghiệm vào bếp nung DRB200. Đậy nắp che của bếp nung lại. Cho gia nhiệt ở 100 °C trong 1 giờ.

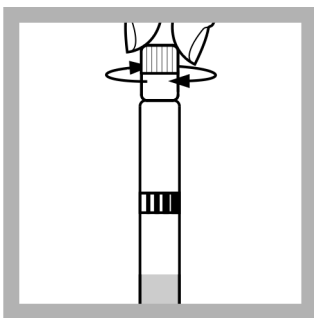


7. Hết thời gian nung, lấy ống nghiệm đang nóng đặt vào rãnh, và để nguội đến nhiệt độ phòng (15–25 °C).

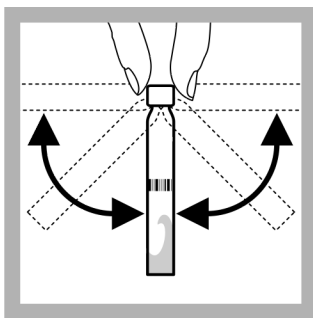


8. Pipet 0.2 mL (200 µL) Reagent B vào ống nghiệm đã nguội.

Đậy chai chứa Reagent B ngay lập tức.



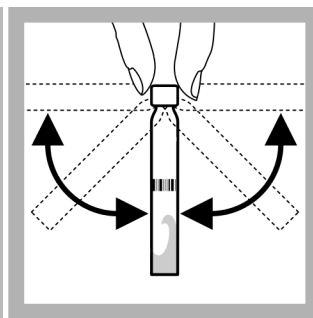
9. Vận phần màu xám DosiCap C lên trên ống nghiệm.



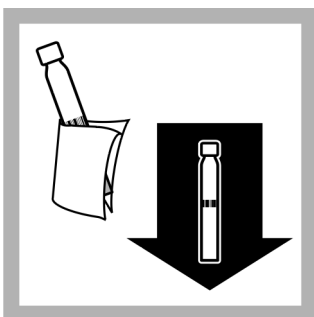
10. Lắc ống 2-3 lần để hòa tan thuốc thử trong DosiCap.



11. Chờ 10 phút. Gắn miếng che sáng vào buồng đo #1



12. Khi hết thời gian, đảo ống 2-3 lần nữa.

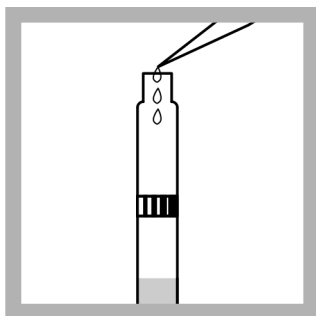


13. Lau sạch bên ngoài ống và đặt vào buồng đo #2. Máy sẽ tự động đọc mã vạch, chọn chương trình và cho kết quả.

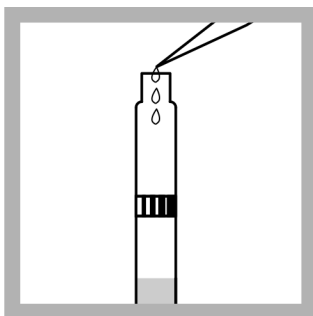
Kết quả theo đơn vị mg/L PO_4 .

Không cần thực hiện Zero

Phương pháp 10209, xác định Photpho hoạt tính

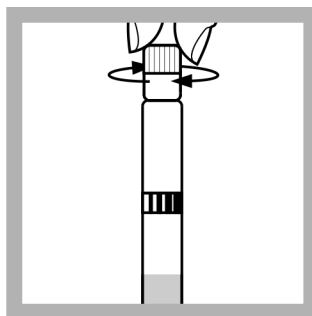


1. Pipet cẩn thận 0.5 mL mẫu vào ống.

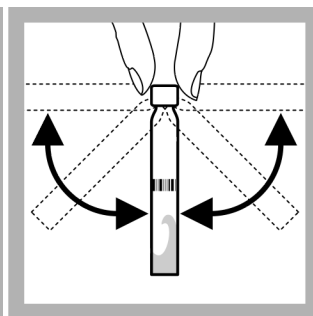


2. Pipet 0.2 mL (200 μ L) Reagent B vào trong ống.

Đậy chai chứa Reagent B ngay lập tức.



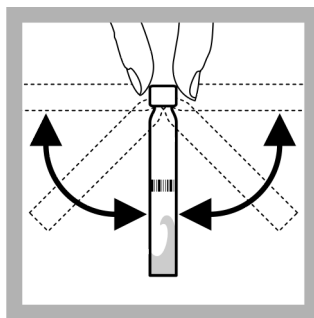
3. Vận nắp DosiCap C màu xám lên trên ống.



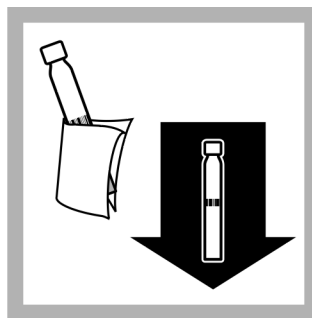
4. Lắc ống 2–3 lần để hòa tan thuốc thử trong DosiCap.



5. Chờ 10 phút phản ứng. Đặt miếng che sáng nếu có áp dụng.



6. Khi hết thời gian phản ứng, đảo ống lần nữa 2–3 lần.



7. Lau sạch bên ngoài ống và đặt vào buồng đo #2. Máy sẽ tự động đọc mã vạch, chọn chương trình và cho kết quả.

Kết quả theo đơn vị mg/L PO_4 .

Không cần thực hiện Zero

Mẫu trắng thuốc thử

Giá trị mẫu trắng thuốc thử được đo và trừ vào kết quả của mỗi thí nghiệm tiến hành trong cùng một lô thuốc thử. Dùng nước khử ion thay cho mẫu trong phương pháp 10210, Tổng photpho hoặc phương pháp 10209, photpho hoạt tính.

Trừ giá trị mẫu trắng thuốc thử trong một loạt các phép đo:

1. Đo mẫu trắng trong bước 13 trong phương pháp 10210 hoặc ở bước 7 phương pháp 10209.
2. Bật chế độ mẫu trắng thuốc thử. Giá trị đo được được hiển thị trong hộp thoại được tô sáng
3. Nhận giá trị này. Giá trị mẫu trắng thuốc thử được trừ vào tất cả kết quả cho đến khi tắt chế độ này hoặc chọn một phương pháp khác.

Ngoài ra, mẫu trắng có thể được ghi lại và nhập vào bất cứ khi nào bằng cách ấn chọn hộp thoại mẫu trắng thuốc thử và dùng bàn phím để nhập giá trị vào.

Mẫu trắng

Màu hoặc độ đục của mẫu phân tích có thể làm tăng giá trị của kết quả. Để khắc phục, qui trình thí nghiệm thường được lặp lại mà không cần thêm thuốc thử.

Các bước xác định mẫu trắng:

1. Tiến hành phương pháp 10209, không cho DosiCap C ở bước 3
2. Đặt ống nghiệm với nắp ban đầu DosiCap Zip không tháo miếng che bằng nhôm. Sử dụng mặt không có thuốc thử.
3. Trừ giá trị thu được trong bước 7 vào giá trị thu được trong mẫu ban đầu để có được kết quả đúng.

Những mẫu chỉ có độ đục có thể được lọc trước qua một màng lọc và phân tích sau.

Mẫu không có màu hoặc độ đục thì không cần thực hiện mẫu trắng.

Chất gây nhiễu

Các ion được liệt kê trong bảng [Các chất gây nhiễu](#) đã được kiểm tra riêng để ghi nhận nồng độ không gây nhiễu. Ảnh hưởng tích lũy của những ion này hoặc tác động của các ion khác chưa được xác định. Kết quả đo được có thể được kiểm tra bằng cách sử dụng pha loãng mẫu hoặc thêm chuẩn.

Bảng 2 Các chất gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức gây nhiễu
SO_4^{2-}	20 g/L
Cl^-	10 g/L
Ca^{2+}	1000 mg/L
K^+, Na^+	4000 mg/L
NO_3^-	500 mg/L
Mg^{2+}	400 mg/L
$\text{Co}^{2+}, \text{Fe}^{2+}, \text{Fe}^{3+}, \text{Zn}^{2+}, \text{Cu}^{2+}, \text{Ni}^{2+}, \text{NO}_2^-, \text{Cd}^{2+}, \text{NH}_4^+, \text{Mn}^{2+}, \text{Al}^{3+}, \text{CO}_3^{2-}$	200 mg/L
I^-	100 mg/L
SiO_2	50 mg/L
Hg^{2+}	40 mg/L
Pb^{2+}	20 mg/L
$\text{Ag}^+, \text{Sn}^{4+}$	10 mg/L
Cr^{3+}	5 mg/L
Cr^{6+}	1 mg/L

Thu thập, chuẩn bị và bảo quản mẫu

- Thu mẫu vào bình thủy tinh hoặc nhựa đã rửa sạch bằng dung dịch axit HCl 1:1 và tráng lại bằng nước khử ion.
- Không dùng chất tẩy rửa thương mại có chứa photphat để rửa dụng cụ thí nghiệm trong test này
- Nếu không thể phân tích ngay, bảo quản mẫu dùng phân tích photpho tổng có thể đến 28 ngày bằng cách điều chỉnh pH xuống 2 hoặc thấp hơn với axit H₂SO₄ đậm đặc (khoảng 2mL/lit) và bảo quản mẫu ở 4°C (39°F)
- Mẫu dùng cho phân tích photpho hoạt tính không được bảo quản bằng axit, lưu mẫu ở 4°C (39°F) và phân tích trong vòng 48 giờ.
- Làm nóng mẫu đến 15 -25°C và trung hòa mẫu đến pH = 7 bằng dung dịch NaOH 5.0 N trước khi phân tích.
- Điều chỉnh kết quả thí nghiệm khi có pha loãng thể tích.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp dung dịch chuẩn

Lưu ý: xem phần hướng dẫn sử dụng thiết bị để có thông tin hướng dẫn sử dụng riêng

Yêu cầu cho việc kiểm tra độ chính xác:

- Dung dịch chuẩn photphat, 10 mg/L
HOẶC
 - Dung dịch chuẩn cho nhiều thông số vô cơ trong nước thải đầu vào
1. Sử dụng 0.5 mL dung dịch chuẩn 10 mg/L thay cho mẫu trong bước 3 ở phương pháp 10210 hoặc ở bước 1 trong phương pháp 10209
Hoặc
 2. Sử dụng 0.5 mL dung dịch chuẩn cho nhiều thông số vô cơ trong nước thải đầu vào
 3. thay cho mẫu trong bước 3 ở phương pháp 10210 hoặc ở bước 1 trong phương pháp 10209. Dung dịch chuẩn này chứa 10 mg/L phosphate và một số ion khác như sulfate , nitrate, ammonia.

Hiệu quả phương pháp

Chương trình	Thiết bị	Chất chuẩn	95% độ tin cậy trong phân phối chuẩn	Độ nhạy nồng độ thay đổi trên mỗi 0.010 Abs thay đổi
Barcode	DR 5000	10.0	9.5–10.5 mg/L	1.5–15.0 mg/L PO ₄ ³
	DR 2800	10.0	9.5–10.5 mg/L	1.5–15.0 mg/L PO ₄ ³

Tóm tắt phương pháp

Photphat hiện diện ở dạng hữu cơ và vô cơ dạng trùng ngưng (meta-, pyro- hay các polyphosphates khác) đầu tiên được chuyển đổi thành các photpho hoạt tính trong quá trình phân tích photpho tổng. Xử lý mẫu với axit và nhiệt để thủy phân các dạng vô cơ trùng ngưng. Photphat hữu cơ cũng được chuyển đổi thành photphat hoạt tính trong quá trình phân tích photpho tổng nhờ gia nhiệt với axit và persulfate. Quy trình phân tích photpho hoạt tính chỉ đo các photpho hoạt tính (ortho) có sẵn trong mẫu. Các ion photpho hoạt tính hoặc ortho phản ứng với ion molybdate and antimony trong dung dịch axit để tạo thành phức antimonyl phosphomolybdate bị khử bởi axit ascorbic cho ra phosphomolybdate có màu xanh dương. Kết quả thí nghiệm được đo ở bước sóng 890nm.

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

Thuốc thử sử dụng

Mô tả	Số lượng/Test	Đơn vị	Cat. #
Phosphorus, Reactive and Total, HR TNT844 Reagent Set	1	25/pkg	TNT844

Dụng cụ sử dụng

Mô tả	Số lượng/Test	Đơn vị	Cat. #
DRB200 Reactor, 115 V, 9x13mm + 2x20 mm (mono block)	1	cái	DRB20001
OR			
DRB200 Reactor, 230 V, 9x13mm + 2x20 mm (mono block)	1	cái	DRB20005
Pipettor, variable volume, 100–1000 µL	1	cái	2794900
Pipettor Tips, for 27949-00 pipettor	1	400/pkg	2795000
Test Tube Rack	1	cái	1864100

Dung dịch chuẩn

Mô tả	Đơn vị	Cat. #
Phosphate Standard Solution, 10-mg/L as PO ₄	946 mL	1420416
Wastewater Influent Inorganics Standard for NH ₃ -N, NO ₃ -N, PO ₄ , COD, SO ₄ , TOC	500 mL	2833149

Các hóa chất và dụng cụ tự chọn

Mô tả	Đơn vị	Cat. #
TNTplus Reactor adapter sleeves, 16-mm to 13-mm diameter	5/pkg	2895805

Bottle, sampling, low density poly, w/cap, 500 mL	12/pkg	2087079
DRB200 Reactor, 115 V, 21x13 mm + 4x20 mm (dual block)	cái	DRB20002
DRB200 Reactor, 115 V, 15x13 mm + 15x13 mm (dual block)	cái	DRB20003
DRB200 Reactor, 115 V, 12x13 mm + 8x20 mm (dual block)	cái	DRB20004
DRB200 Reactor, 230 V, 21x13 mm + 4x20 mm (dual block)	cái	DRB20006
DRB200 Reactor, 230 V, 15x13 mm + 15x13 mm (dual block)	cái	DRB20007
DRB200 Reactor, 230 V, 12x13 mm + 8x20 mm (dual block)	cái	DRB20008
Filter Holder, glass for vacuum filtration	cái	234000
Filter, membrane, 47-mm, 0.45-micron, hydrophilic, polyethersulfone	cái	2894700
Flask, filtering, glass, 1000-mL	cái	54653
Hydrochloric Acid 6N (1:1)	500 mL	88449
Sodium Hydroxide, 5.0 N	1000 mL	245053
Sulfuric Acid, concentrated	500 mL	97949
Tubing, rubber	12 ft	56019
pH Paper, 0–14 pH range	100/pkg	2601300

Thermometer, Non-Mercury, -10 to 225 °C	cái	2635700
Finger cots	2/pkg	1464702
Pipet, serological, 2 mL	cái	53236

Dung dịch chuẩn tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Cat. #
Voluette Ampule breaker 10 mL	cái	2196800
Phosphate, 15 mg/L	100 mL	1424342
Phosphate, 30 mg/L	946 mL	1436716
Phosphate, 50 mg/L, 10 mL Voluette Ampules	16/pkg	17110
Phosphate, 100 mg/L	100 mL	1436832
Phosphate, 500 mg/L, 10 mL Voluette Ampules	16/pkg	1424210
Phosphate, 500 mg/L	100 mL	1424232