

Phosphonates

DOC316.53.01109

Phương pháp oxi hóa bằng UV Persulfate ¹

Phương pháp 8007

Từ 0.02 đến 125.0 mg/L

Gói bột

Phạm vi ứng dụng: nước làm mát và nước lò hơi, nước thải và nước biển

¹ Áp dụng theo Blystone, P., Larson, P., A Rapid Phương pháp phân tích hợp chất Phosphates, hội đồng nước thế giới, Pittsburgh, PA. (Oct 26-28, 1981)

 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	Cốc đo	Hướng đặt cốc	Adapter
DR 5000	2495402	Vạch hướng về người sử dụng	A23618
DR 2800	2495402	Vạch hướng phải	—
DR 2700	2495402	Vạch hướng phải	—
DR/2500	2427606	—	—
DR/2400	2427606	—	—

Trước khi làm thí nghiệm

Rửa dụng cụ thủy tinh bằng dung dịch acid Hydrochloric 1:1, sau đó tráng lại bằng nước cất. Không rửa dụng cụ thủy tinh bằng hóa chất thương mại
Mang kính bảo vệ khi mở đèn UV
Không chạm đến bề mặt đèn UV. Dầu tay sẽ khắc axit thủy tinh. Lau đèn bằng khăn mềm, sạch
Phá mẫu ở bước 7 thường tiến hành trong vòng 10 phút. Tuy nhiên, mẫu có tải lượng hữu cơ cao hoặc đèn yếu có thể khiến phosphate không được chuyển hóa hoàn toàn. Để kiểm tra hiệu quả, tiến hành phá mẫu với thời gian lâu hơn và đảm bảo là kết quả tăng lên.

Các dụng cụ cần thiết

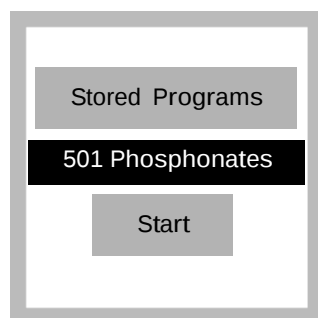
Mô tả	Số lượng
Bottle, square, with 25-mL mark	1
Cylinder, mixing, graduated, 50-mL	1
Goggles, UV safety	1
Pipet, serological, 10-mL	1
PhosVer® 3 Phosphate Reagent Powder Pillows	2

Các dụng cụ cần dùng (tiếp theo)

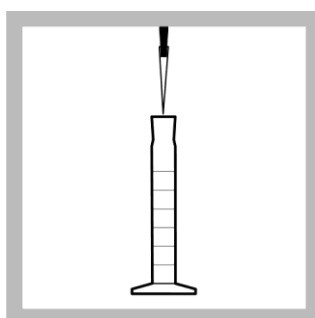
Mô tả	Số lượng
Potassium Persulfate Powder Pillow for Phosphonate	1
Safety bulb	1
Sample Cells (see Instrument-specific information)	2
Water, deionized	varies
UV Lamp with Power Supply	1

Xem Danh mục các thiết bị và hóa chất có thể sử dụng và thay thế để biết thêm thông tin.

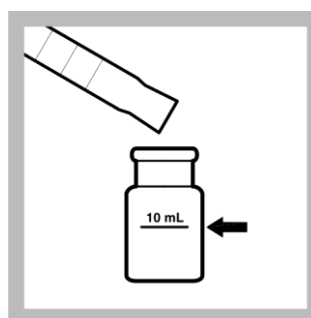
Phương pháp oxy hóa UV Persulfate sử dụng gói bột



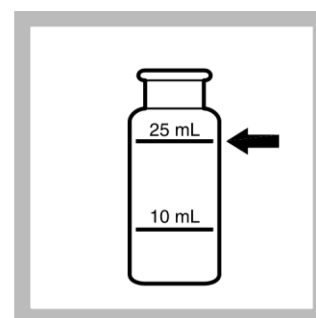
1. Chọn chương trình. Chèn adapter thích hợp hoặc tấm chắn sáng nếu cần thiết (xem bảng Thông tin thiết bị).



2. Chọn thể tích mẫu thích hợp dựa theo Bảng Nồng độ dự đoán với hệ số nhân tương ứng. Dùng Pipet lấy lượng thể tích đã chọn cho vào ống đong 50-mL. Nếu cần, pha loãng mẫu đến vạch 50-mL bằng nước khử ion và lắc đều.

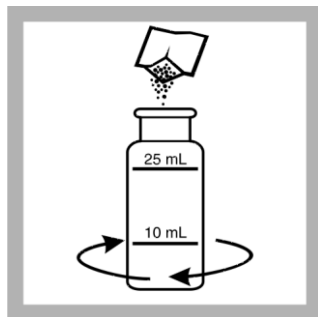


3. Chuẩn bị mẫu trắng: cho 10-mL dung dịch pha loãng trong bước 2 vào cốc mẫu tới vạch 10mL

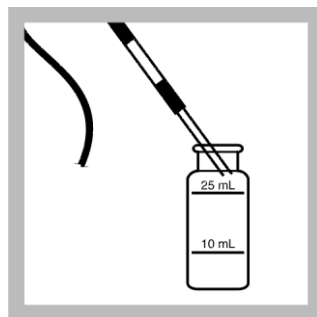


4. Mẫu đã phá: định mức mẫu trong bình đo đến vạch 25 mL bằng mẫu pha loãng trong bước 2

Phương pháp oxi hóa UV Persulfate sử dụng gói bột



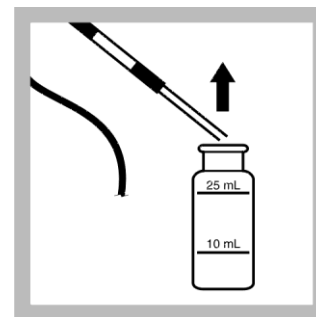
5. Thêm Potassium Persulfate trong gói bột Phosphonate vào bình chứa 25 mL mẫu. Lắc đều để hòa tan bột



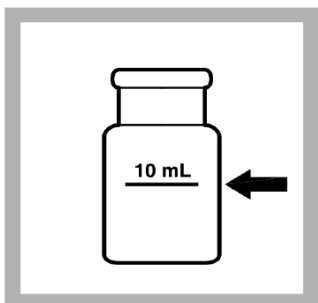
6. Lắp đèn UV vào bình mẫu
CẢNH BÁO:
Mang kính bảo vệ khi mở đèn UV



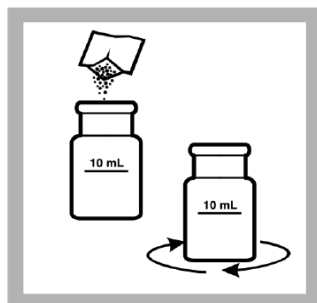
7. Bật đèn UV. Khởi động đồng hồ đếm thời gian. Thời gian phản ứng là 10 phút.
Phosphonates sẽ chuyển thành orthophosphate



8. Khi hết thời gian, tắt đèn UV và tháo nó khỏi cốc chứa mẫu



9. Mẫu được chuẩn bị: cho 10- mL mẫu đã phá tới vạch định mức của cốc mẫu thứ hai.



10. Thêm một gói bột PhosVer 3 Phosphate Reagent vào mẫu trắng và mẫu đã chuẩn bị. Lắc ngay trong 20–30 giây. Bột có thể không hòa tan hoàn toàn.
Màu xanh da trời sẽ xuất hiện nếu có phosphate. Mẫu và mẫu trắng đều có màu. Độ màu tỉ lệ với nồng độ phosphonate

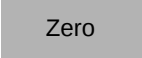


11. Khởi động đồng hồ đếm thời gian. Thời gian phản ứng là 2 phút.
Nếu mẫu có nhiệt độ thấp hơn 15 °C thì để đến 4 phút để tạo màu



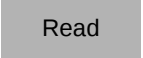
12. Khi hết thời gian, đặt mẫu trắng vào buồng đo. Hoàn thành bước 13–16 trong vòng 3 phút sau khi hết thời gian phản ứng tạo màu.

Phương pháp oxi hóa UV Persulfate sử dụng gói bột

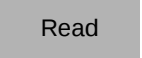


Zero





Read



Read

13. Bấm ZERO thiết bị
Màn hình sẽ hiển thị: 0.00
mg/L PO_4^{3-}

14. Lau cốc mẫu đã chuẩn bị
và đặt vào buồng đo.

15. Đọc kết quả với đơn
vị là mg/L PO_4^{3-} .

16. Nhân giá trị ở bước 15
với hệ số nhân thích hợp
trong bảng Bảng Nồng độ dự
đoán với hệ số nhân tương
ứng để có nồng độ thực của
phosphonate.

Bảng 2 Dự đoán nồng độ với hệ số nhân tương ứng

Khoảng giá trị (mg/L phosphonate)	Thể tích mẫu (mL)	Hệ số nhân
0 – 2.5	50	0.1
0 – 5	25	0.2
0 – 12.5	10	0.5
0 – 25	5	1.0
0 – 125	1	5.0

Để biểu diễn kết quả theo phosphonate hoạt tính, nhân giá trị cuối cùng trong bước 16 với hệ số chuyển đổi thích hợp trong bảng Các hệ số chuyển đổi theo loại phosphonate

Bảng 3 Các hệ số chuyển đổi theo loại phosphonate

Loại Phosphonate	Hệ số chuyển đổi
PBTC	2.84
NTP	1.050
HEDPA	1.085
EDTMPA	1.148
HMDTMPA	1.295
DETPMPA	1.207
HPA	1.49
phosphonate hoạt tính(mg/L) =nồng độ phosphonate trong bước 16 x hệ số chuyển đổi	

Chất gây nhiễu

Mức độ gây nhiễu giảm dần theo sự tăng dần của kích thước mẫu. Ví dụ: đồng không gây nhiễu khi dưới 100 mg/L cho 5.00 mL mẫu. Nếu thể tích mẫu tăng lên 10 mL, đồng sẽ bắt đầu gây nhiễu khi trên 50 mg/L.

Bảng 4 Các chất gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu (dùng 5 mL mẫu)
Nhôm	100 mg/L
Arsenate	Mọi mức độ
Benzotriazole	10 mg/L
Bicarbonate	1000 mg/L
Bromide	100 mg/L
canxi	5000 mg/L
CDTA	100 mg/L
Chloride	5000 mg/L
Chromate	100 mg/L
Đồng	100 mg/L
Cyanide	100 mg/L (tăng thời gian phá mẫu bằng UV lên 30 phút.)
Diethanoldithiocarbamate	50 mg/L
EDTA	100 mg/L
Sắt	200 mg/L
Nitrate	200 mg/L
NTA	250 mg/L
Orthophosphate	15 mg/L
Hợp chất Phosphites and organophosphorus	Phản ứng định lượng. Meta- and polyphosphates không gây nhiễu.
Silica	500 mg/L
Silicate	100 mg/L
Sulfate	2000 mg/L
Sulfide	Mọi mức độ
Sulfite	100 mg/L
Thiourea	10 mg/L
Mẫu có tính đệm cao hay mẫu có pH cao	Có thể vượt quá khả năng đệm của thuốc thử và cần phải xử lý mẫu trước

Thu thập, chuẩn bị và bảo quản mẫu

- Thu mẫu trong chai nhựa hoặc thủy tinh có axit (1:1 HCl) đã được tráng rửa bằng nước chưng cất. Không dùng hóa chất thương mại.
- Nếu không phân tích ngay, bảo quản mẫu ở pH ≤ 2 bằng Axit Sulfuric (khoảng 2 mL/L)
- Bảo quản ở 4°C (39 °F) trong vòng 24 giờ
- Nhân hệ số pha loãng để cho kết quả cuối cùng

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp dung dịch chuẩn

Chuẩn bị một dung dịch chứa sản phẩm phosphonate chính xác để kiểm tra. Thí nghiệm này sẽ kiểm tra sự chuyển đổi UV của phosphonate thành orthophosphate. Một dung dịch chuẩn phosphate có thể dùng để kiểm tra sự lên màu của phương pháp

Lưu ý: xem hướng dẫn sử dụng để biết hướng dẫn sử dụng phần mềm

Yêu cầu cho việc kiểm tra độ chuẩn xác

- Dung dịch chuẩn Phosphate, 1 mg/L
- Nước khử ion

Dùng 10 mL dung dịch chuẩn Phosphate, 1 mg/L thay cho mẫu ở bước 9 trong phương pháp oxi hóa Persulfate bằng UV cho gói bột. Dùng nước khử ion cho mẫu trắng. Không cần hệ số nhân theo khoảng giá trị. Kết quả mong đợi là 10.0 mg/L phosphate, do hệ số 10 trong hiệu chuẩn.

Hiệu quả phương pháp

Chương trình	Thiết bị	Chuẩn	Độ chính xác—95% giới hạn tin cậy của phân phối
501	DR 5000	2.00 mg/L PO ₄ ³⁻	1.97–2.03 mg/L PO ₄ ³⁻
	DR 2800	2.00 mg/L PO ₄ ³⁻	1.97–2.03 mg/L PO ₄ ³⁻
	DR 2700	2.00 mg/L PO ₄ ³⁻	1.97–2.03 mg/L PO ₄ ³⁻
	DR/2500	1.00 mg/L PO ₄ ³⁻	0.97–1.03 mg/L PO ₄ ³⁻
	DR/2400	1.00 mg/L PO ₄ ³⁻	0.97–1.03 mg/L PO ₄ ³⁻

Độ nhạy

Độ nhạy phụ thuộc vào kích thước mẫu. Độ nhạy theo PO₄³⁻ được trình bày trong bảng. Dùng bảng Các hệ số chuyển đổi theo loại phosphonate để biểu diễn theo từng loại phosphonate.

Khoảng giá trị (mg/L)	Thể tích (mL)	Thay đổi nồng độ
0–2.5	50	0.02 mg/L PO ₄ ³⁻
0–5	25	0.04 mg/L PO ₄ ³⁻
0–12.5	10	0.10 mg/L PO ₄ ³⁻
0–25	5	0.20 mg/L PO ₄ ³⁻
0–125	1	1.00 mg/L PO ₄ ³⁻

Tóm tắt phương pháp

Phương pháp này áp dụng trực tiếp cho các mẫu nước làm mát và lò hơi. Quy trình dựa vào sự oxi hóa UV phosphonate thành orthophosphate. Orthophosphate phản ứng với molybdate trong thuốc thử PhosVer 3 tạo một phức phosphate/molybdate. Phức này bị biến đổi bởi ascorbic acid trong PhosVer 3, tạo màu xanh da trời tỉ lệ với nồng độ phosphonate có trong mẫu. Orthophosphate có trong mẫu được trừ đi bằng cách dùng mẫu trắng và cài đặt nồng độ về zero. Thí nghiệm đo ở 880 nm.

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

Description	Quantity/Test	Unit	Catalog number
Phosphonate Reagent Set for 10-mL sample (100 tests), includes:	—	—	2429700
PhosVer® 3 Phosphate Reagent Powder Pillows, 10-mL	2	100/pkg	2106069
Potassium Persulfate Powder Pillow for Phosphonate	1	100/pkg	2084769
Water, deionized	varies	4 L	27256

Dụng cụ sử dụng

Description	Quantity/Test	Unit	Catalog number
Bottle, square, with 25-mL mark	1	each	1704200
Polypropylene Beaker, 50-mL, low form, with pour spout	1	each	108041
Cylinder, mixing, graduated, 50-mL	1	each	189641
Goggles, UV safety	1	each	2113400
Pipet, serological, graduated, 10-mL	1	each	53238
Safety Bulb	1	each	1465100
UV Lamp with Power Supply, 115 VAC	1	each	2082800
OR			
UV Lamp with Power Supply, 230 VAC	1	each	2082802
UV Lamp, shortwave, pencil type	1	each	2671000
Power Supply	—	115V/60HZ	2670700
Power Supply	—	220V/50HZ	2670702

Dung dịch chuẩn sử dụng

Description	Unit	Catalog number
Phosphate Standard Solution, 1-mg/L	500 mL	256949

thuốc thử và dụng cụ tự chọn

Description	Unit	Catalog number
Hydrochloric Acid Solution, 1:1	500 mL	88449
Sulfuric Acid, ACS Grade	500 mL	97949
Thermometer, -10 to 225 °C	405 mm	2635700
pH paper, 0–14 pH	100/pkg	2601300
Ampule Breaker		2196800
Phosver 3 Reagent	1000/pkg	2106028

Dung dịch chuẩn tùy chọn

Description	Unit	Catalog number
Phosphate, 3 mg/L	946 mL	2059716

Phosphonates

Dung dịch chuẩn tùy chọn (t.t)

Description	Unit	Catalog number
Phosphate, 10 mg/L	946 mL	1420416
Phosphate, 15 mg/L	100 mL	1424342
Phosphate, 30 mg/L	946 mL	1436716
Phosphate, 50 mg/L, 10 mL ampules	16/pkg	17110
Phosphate, 100 mg/L	100 mL	1436832
Phosphate, 500 mg/L, 10 mL ampules	10/pkg	1424210
Phosphate	100 mL	1424232



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