

# Photpho, hoạt tính (Orthophosphate)

DOC316.53.01119

Phương pháp<sup>1</sup> USEPA<sup>2</sup> PhoVer<sup>®</sup> 3 (Axit Ascorbic)

Phương pháp 8048

0.02 đến 2.50 mg/L PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>

Powder Pillows hoặc AccuVac<sup>®</sup>

Phạm vi ứng dụng: nước, nước thải và nước biển

<sup>1</sup> USEPA chấp nhận dùng trong báo cáo phân tích nước thải. Quy trình tương đương với USEPA và Standard Method 4500-P E phân tích nước thải.

<sup>2</sup> Theo Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater

## 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

| Instrument | Powder pillows |                       |         | AccuVac Ampuls |            |
|------------|----------------|-----------------------|---------|----------------|------------|
|            | Sample cell    | Cell orientation      | Adapter | Sample cell    | Adapter    |
| DR 5000    | 2495402        | Fill line faces user  | A23618  | 2427606        | A23618     |
| DR 2800    | 2495402        | Fill line faces right | —       | 2122800        | LZV584 (C) |
| DR 2700    | 2495402        | Fill line faces right | —       | 2122800        | LZV584 (C) |
| DR/2500    | 2427606        | —                     | —       | 2427606        | —          |
| DR/2400    | 2427606        | —                     | —       | 2427606        | —          |

## Trước khi làm thí nghiệm

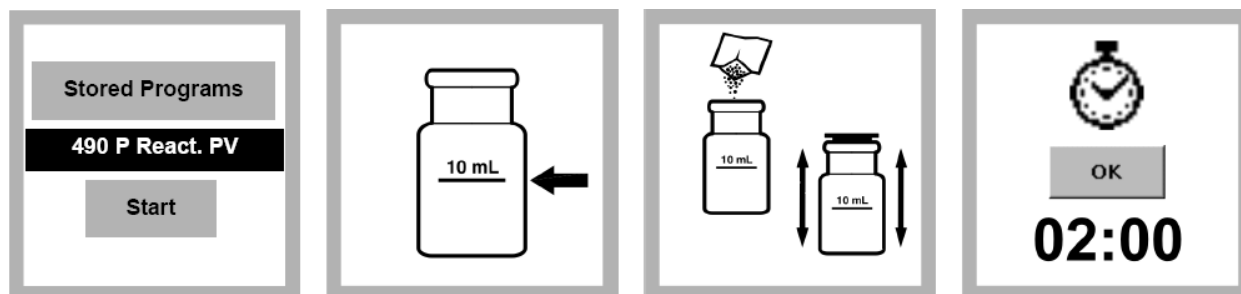
Để kết quả chính xác hơn, xác định một giá trị mẫu trắng cho mỗi lô hóa chất mới. Theo qui trình, sử dụng nước khử ion thay cho mẫu. Trừ giá trị mẫu trắng vào kết quả cuối cùng hoặc điều chỉnh giá trị mẫu trắng.

| Description                                        | Quantity |
|----------------------------------------------------|----------|
| <b>Powder Pillow Test:</b>                         |          |
| PhosVer® 3 Phosphate Reagent powder pillow         | 1        |
| Sample Cells, 1-inch, 10-mL                        | 2        |
| Stopper for 18 mm Tube (square sample cells only)  | 1        |
| <b>AccuVac Test:</b>                               |          |
| Collect at least 40 mL of sample in a 50-mL beaker | 40 mL    |
| PhosVer® 3 Phosphate Reagent AccuVac® Ampul        | 1        |

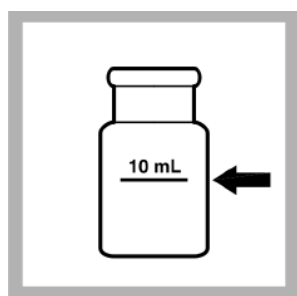
| Description                                             | Quantity |
|---------------------------------------------------------|----------|
| Beaker, 50-mL                                           | 1        |
| Sample Cell, 10-mL round                                | 1        |
| Stopper for 18-mm Tube (supplied with PhosVer AccuVacs) | 1        |

Xem Danh mục các thiết bị và hóa chất tiêu hao để có thông tin đặt hàng

### Phương pháp PhosVer 3 (Axit Ascorbic), Powder Pillow



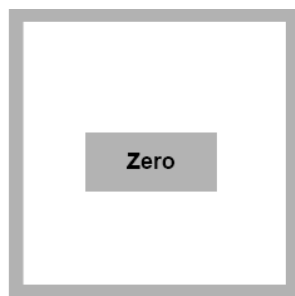
1. Chọn thí nghiệm. Chèn adapter thích hợp nếu cần (xem Thông tin sử dụng thiết bị).
2. Cho 10 mL mẫu vào cốc đo
3. Chuẩn bị mẫu: thêm một gói bột PhoVer 3 phosphate vào cốc mẫu. Đậy nút lại ngay và lắc mạnh trong 30 giây
4. Khởi động đồng hồ đếm thời gian. Bắt đầu cho thời gian phản ứng là 2 phút. Nếu phá mẫu bằng axit persulfate, thời gian phản ứng là 10 phút.



5. Chuẩn bị mẫu trắng: Cho 10 mL mẫu vào một cốc đo khác



6. Khi hết thời gian, lau mẫu trắng và đặt vào buồng đo

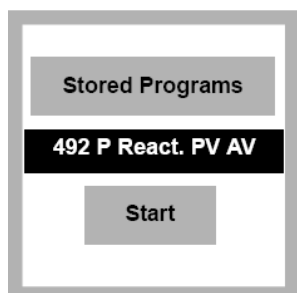


7. Bấm ZERO. Màn hình sẽ hiện: 0.00 mg/L  $\text{PO}_4^{3-}$

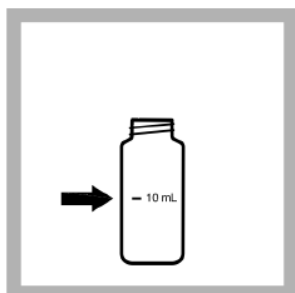


8. Lau bên ngoài cốc mẫu và đặt vào buồng đo. Đọc kết quả, đơn vị là mg/L  $\text{PO}_4^{3-}$

### Phương pháp PhosVer 3 (Axit Ascorbic), AccuVac



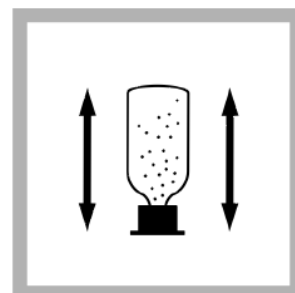
1. Chọn thí nghiệm. Chèn adapter thích hợp nếu cần (xem Thông tin sử dụng thiết bị).



2. Chuẩn bị mẫu trắng: Cho 10 mL mẫu vào cốc mẫu



3. Chuẩn bị mẫu: để cho mẫu hút vào đáy ống AccuVac PhoVer 3 phosphate. Giữ đầu ống chìm trong khi hút mẫu.



4. Đậy nắp. Lắc ống trong khoảng 30 giây.

Độ chính xác không bị ảnh hưởng bởi lượng bột không tan



5. Khởi động đồng hồ đếm thời gian. Bắt đầu cho thời gian phản ứng là 2 phút.

Nếu phá mẫu bằng axit persulfate, thời gian phản ứng là 10 phút.

10. Sau khi hết thời gian, đặt ống nghiệm vào buồng đo.

Bấm ZERO. Màn hình sẽ hiện: 0.00 mg/L  $\text{PO}_4^{3-}$

11. Lau mẫu và đặt vào buồng đo.

Đọc kết quả, đơn vị là mg/L  $\text{PO}_4^{3-}$

## Chất gây nhiễu

Bảng 2 Các chất gây nhiễu

| Chất gây nhiễu              | Mức độ gây nhiễu                                                                                                                                                                                                                                                           |
|-----------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Nhôm                        | > 200 mg/L                                                                                                                                                                                                                                                                 |
| Asen                        | Mọi mức độ                                                                                                                                                                                                                                                                 |
| Crom                        | > 100 mg/L                                                                                                                                                                                                                                                                 |
| Đồng                        | > 10 mg/L                                                                                                                                                                                                                                                                  |
| Sắt                         | > 100 mg/L                                                                                                                                                                                                                                                                 |
| Niken                       | > 300 mg/L                                                                                                                                                                                                                                                                 |
| Silic                       | > 50 mg/L                                                                                                                                                                                                                                                                  |
| Silicat                     | > 10 mg/L                                                                                                                                                                                                                                                                  |
| Lưu huỳnh                   | > 9 mg/L. Loại bỏ ảnh hưởng của lưu huỳnh như sau:<br>1. Cho 25 mL mẫu vào một beaker 50 mL<br>2. Khuấy liên tục, thêm nước brom cho đến khi xuất hiện màu vàng bền.<br>3. khuấy liên tục, thêm dung dịch Phenol cho đến khi màu vàng biến mất. Tiếp tục thực hiện bước 1. |
| Độ đục                      | Độ đục lớn sẽ khiến kết quả không đáng tin cậy vì axit có trong gói bột có thể hòa tan một số hạt lơ lửng và do khả năng hấp thụ orthophosphate từ các hạt                                                                                                                 |
| Kẽm                         | > 80 mg/L                                                                                                                                                                                                                                                                  |
| Mẫu đậm đặc hoặc pH mẫu lớn | Có thể vượt quá khả năng đệm của thuốc thử và cần xử lý mẫu trước.                                                                                                                                                                                                         |

## Thu thập, chuẩn bị và bảo quản mẫu

- Thu mẫu vào bình thủy tinh hoặc nhựa được rửa bằng dung dịch axit hydrochloric 1:1 và tráng bằng nước khử ion.
- Không sử dụng hóa chất thương mại để tráng rửa các dụng cụ thủy tinh dùng trong thí nghiệm này.
- Phân tích mẫu ngay để có kết quả tốt nhất.
- Nếu không thể phân tích ngay, bảo quản mẫu đến 48 giờ bằng cách lọc và giữ ở 4°C (39°F)
- Đưa mẫu bảo quản về nhiệt độ phòng trước khi phân tích.

## Kiểm tra độ chuẩn xác

### Phương pháp thêm chuẩn (spike mẫu)

Yêu cầu cho việc kiểm tra độ chính xác:

- Ống 10 mL dung dịch chuẩn Phosphate, 50 mg/L  $\text{PO}_4^{3-}$
- Beaker
- TenSette Pipet

1. Sau khi đọc kết quả thí nghiệm lấy ô mẫu (mẫu chưa thêm chuẩn) ra khỏi thiết bị
2. Chọn các điều kiện chuẩn từ menu của thiết bị

| Thiết bị | Đường dẫn                       |
|----------|---------------------------------|
| DR 5000  | OPTIONS>MORE>STANDARD ADDITIONS |
| DR 2800  | OPTIONS>MORE>STANDARD ADDITIONS |
| DR 2700  | OPTIONS>MORE>STANDARD ADDITIONS |
| DR/2500  | OPTIONS>STANDARD ADDITIONS      |
| DR/2400  | OPTIONS>STANDARD ADDITIONS      |

3. Chấp nhận các giá trị mặc định của nồng độ chuẩn, thể tích mẫu và thể tích thêm chuẩn. Sau khi các giá trị được chấp nhận, kết quả của mẫu chưa thêm chuẩn sẽ hiển thị ở đầu dòng. Xem các hướng dẫn để biết thêm thông tin
4. Mở ống dung dịch chuẩn.
5. Chuẩn bị 0.1 mL mẫu thêm chuẩn bằng cách thêm 0.1 mL chuẩn vào mẫu chưa thêm chuẩn. Ấn nút đo thời gian. Sau khi hết giờ, đọc kết quả.
6. Chuẩn bị 0.2 mL mẫu thêm chuẩn bằng cách thêm 0.1 mL chuẩn vào 0.1 mL mẫu thêm

chuẩn. Ấn nút đo thời gian. Sau khi hết giờ, đọc kết quả.

- Chuẩn bị 0.3 mL mẫu thêm chuẩn bằng cách thêm 0.1 mL chuẩn vào 0.2 mL mẫu thêm chuẩn. Ấn nút đo thời gian. Sau khi hết giờ, đọc kết quả. Mỗi phần thêm phản ánh độ thu hồi 100%

### **Phương pháp thêm chuẩn dùng cho AccuVac**

Yêu cầu cho việc kiểm tra độ chính xác:

- Ống đong (3)
- Cho vào 3 ống đong 50 mL mẫu và thêm chuẩn 0.2 mL, 0.4 mL, 0.6 mL.
  - Chuyển 40 mL từ mỗi ống đong sang 3 beaker 50 mL
  - Phân tích mỗi mẫu thêm chuẩn theo phương pháp PhoVer 3 (axit ascorbic) cho ống AccuVAc.
  - Chấp nhận các giá trị đọc được. Mỗi phần thêm phản ánh độ thu hồi 100%

### **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 phosphate, 50 mg/L
  - Nước khử ion
  - Bình thể tích loại A 100 mL
  - Pipet thể tích loại A
  - TenSette pipet
- Chuẩn bị một dung dịch phosphate chuẩn 2.00 mg/L như sau:
    - Dùng pipet lấy 4.00 mL dung dịch phosphate chuẩn 50 mg/L cho vào một bình thể tích 100 mL
    - Pha loãng đến vạch bằng nước khử ion. Lắc đều. Chuẩn bị dung dịch này mỗi ngày.

Lưu ý: có thể sử dụng dung dịch chuẩn hỗn hợp có chứa 2.0 mg/L phosphate.

- Sử dụng dung dịch này thay cho mẫu. Thực hiện phương pháp PhosVer 3 (axit ascorbic) cho gói bột
- Để điều chỉnh đường chuẩn bằng giá trị thu được từ dung dịch chuẩn, sử dụng chế độ Điều chỉnh chuẩn (Standard Adjust) trong phần menu.

| Thiết bị | Đường dẫn                    |
|----------|------------------------------|
| DR 5000  | OPTIONS>MORE>STANDARD ADJUST |
| DR 2800  | OPTIONS>MORE>STANDARD ADJUST |
| DR 2700  | OPTIONS>MORE>STANDARD ADJUST |

|         |                         |
|---------|-------------------------|
| DR/2500 | OPTIONS>STANDARD ADJUST |
| DR/2400 | OPTIONS>STANDARD ADJUST |

4. Bật chế độ Điều chỉnh chuẩn và xác nhận nồng độ hiển thị trên máy. Nếu sử dụng nồng độ thay thế, nhập nồng độ và điều chỉnh đường cong tới giá trị đó.

### Đánh giá hiệu quả phương pháp

| Program | Instrument | Standard                     | Precision—95% Confidence Limits of Distribution | Sensitivity—DCongcentration per 0.010 DAbs |
|---------|------------|------------------------------|-------------------------------------------------|--------------------------------------------|
| 490     | DR 5000    | 2.00 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$ | 1.98–2.02 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$               | 0.02 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$               |
|         | DR 2800    | 2.00 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$ | 1.98–2.02 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$               | 0.02 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$               |
|         | DR 2700    | 2.00 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$ | 1.98–2.02 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$               | 0.02 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$               |
|         | DR/2500    | 1.00 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$ | 0.97–1.03 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$               | 0.02 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$               |
|         | DR/2400    | 1.00 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$ | 0.97–1.03 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$               | 0.02 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$               |

| Program | Instrument | Standard                     | Precision—95% Confidence Limits of Distribution | Sensitivity— $\Delta$ Concentration per 0.010 $\Delta$ Abs |
|---------|------------|------------------------------|-------------------------------------------------|------------------------------------------------------------|
| 492     | DR 5000    | 2.00 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$ | 1.98–2.02 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$               | 0.02 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$                               |
|         | DR 2800    | 2.00 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$ | 1.98–2.02 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$               | 0.02 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$                               |
|         | DR 2700    | 2.00 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$ | 1.98–2.02 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$               | 0.02 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$                               |
|         | DR/2500    | 1.00 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$ | 0.98–1.02 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$               | 0.02 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$                               |
|         | DR/2400    | 1.00 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$ | 0.98–1.02 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$               | 0.02 mg/L $\text{PO}_4^{3-}$                               |

### Tóm tắt phương pháp

Orthophosphate phản ứng với molybdate trong môi trường acid tạo thành một hỗn hợp phức phosphate/molybdate. Sau đó, acid ascorbic khử phức và tạo thành màu xanh đậm molybden. Kết quả thí nghiệm được đo ở 880 nm.

### Danh mục các thiết bị và hóa chất tiêu hao

#### Thuốc thử sử dụng

| Description                                        | Quantity/Test | Unit    | Catalog number |
|----------------------------------------------------|---------------|---------|----------------|
| PhosVer® 3 Phosphate Reagent Powder Pillows, 10-mL | 1             | 100/pkg | 2106069        |
| OR                                                 |               |         |                |
| PhosVer® 3 Phosphate Reagent AccuVac® Ampuls       | 1             | 25/pkg  | 2508025        |

### Dụng cụ sử dụng (cho Powder Pillow)

| Description            | Quantity/Test | Unit  | Catalog number |
|------------------------|---------------|-------|----------------|
| Stopper for 18 mm Tube | 1             | 6/pkg | 173106         |

### Dụng cụ sử dụng (cho AccuVac)

| Description            | Quantity/Test | Unit  | Catalog number |
|------------------------|---------------|-------|----------------|
| Beaker, 50-mL          | 1             | each  | 50041H         |
| Stopper for 18 mm Tube | 1             | 6/pkg | 173106         |

### Dung dịch chuẩn

| Description                                                                                                                              | Unit   | Catalog number |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------|----------------|
| Phosphate Standard Solution, 10-mL Voluette® Ampul, 50-mg/L as PO <sub>4</sub>                                                           | 16/pkg | 17110          |
| Phosphate Standard Solution, 50-mg/L as PO <sub>4</sub>                                                                                  | 500 mL | 17149          |
| Phosphate Standard Solution, 1-mg/L as PO <sub>4</sub>                                                                                   | 500 mL | 256949         |
| Standard, Drinking Water, Mixed Parameter, Inorganic: F, NO <sub>3</sub> , PO <sub>4</sub> , SO <sub>4</sub>                             | 500 mL | 2833049        |
| Wastewater Effluent Standard, for mixed parameters: NH <sub>3</sub> -N, NO <sub>3</sub> -N, PO <sub>4</sub> , COD, SO <sub>4</sub> , TOC | 500 mL | 2833249        |
| Water, deionized                                                                                                                         | 4 L    | 27256          |

### Các hóa chất và dụng cụ tự chọn

| Description                                                | Unit     | Catalog number |
|------------------------------------------------------------|----------|----------------|
| Hydrochloric Acid Solution, 6.0N, 1:1                      | 500 mL   | 88449          |
| Mixing Cylinder 50 mL                                      | each     | 189641         |
| Phosphate Treatment Powder Pillow                          | 100/pkg  | 1450199        |
| Pipet, TenSette®, Pipet, 0.1–1.0 mL                        | each     | 1970001        |
| Pipet Tips, for TenSette Pipet 1970001 <sup>1</sup>        | 50/pkg   | 2185696        |
| Pipet Tips, for TenSette Pipet 1970001 <sup>1</sup>        | 1000/pkg | 2185628        |
| Pipet, TenSette, Pipet, 1.0 - 10.0 mL                      | each     | 1970010        |
| Pipet Tips, for TenSette Pipet 1970010 <sup>1</sup>        | 50/pkg   | 2199796        |
| Pipet Tips, for TenSette Pipet 1970010 <sup>1</sup>        | 250/pkg  | 2199725        |
| Sampling Bottle with cap, low density polyethylene, 250 mL | 12/pkg   | 2087076        |

| Description                      | Unit    | Catalog number |
|----------------------------------|---------|----------------|
| pH Paper, 0–14 pH range          | 100/pkg | 2601300        |
| AccuVac snapper                  | each    | 2405200        |
| AccuVac ampule blanks            | 25/pkg  | 2677925        |
| Flask, volumetric, 100 mL        | each    | 1457442        |
| Pipet, volumetric, Class A, 4 mL | each    | 1451504        |
| AccuVac ampule drainer           | each    | 4103600        |

<sup>1</sup>Có các thể tích khác

## Các dung dịch chuẩn tự chọn

| Description                                 | Unit   | Catalog number |
|---------------------------------------------|--------|----------------|
| Voluette Ampule breaker 10 mL               | each   | 2196800        |
| Phosphate, 10 mg/L                          | 946 mL | 1420416        |
| Phosphate, 15 mg/L                          | 100 mL | 1424342        |
| 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        |