

Photpho, hoạt tính (Orthophosphate)

DOC316.53.01118

Phương pháp USEPA¹ PhoVer[®] 3

Phương pháp 8048

(0.06 đến 3.50 mg/L PO₄³⁻
hoặc 0.02 đến 1.60 mg/L P)

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

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

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	Sample cell	Adapter
DR 5000	—	—
DR 2800	LZV646	—
DR 2700	LZV646	—
DR/2500	—	—
DR/2400	—	5945700

Trước khi làm thí nghiệm

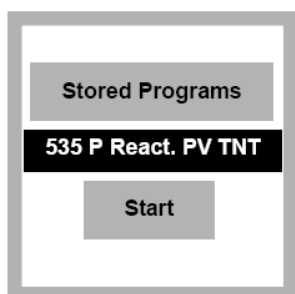
Chỉ đối với DR 2800 và DR 2700: Đặt tấm chắn ánh sáng vào buồng đo số 2 trước khi làm thí nghiệm.

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.

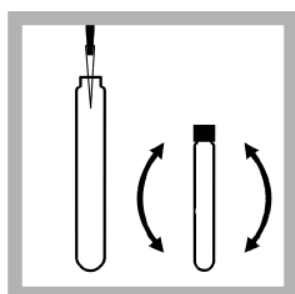
Description	Quantity
PhosVer® 3 Reagent Powder Pillow	1
Reactive Phosphorus Test 'N Tube Vial	1
Light Shield	1
Micro funnel	1
Pipet, TenSette®, 1–10 mL	1
Pipet Tips for TenSette Pipet	1
Test Tube Rack	varies

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

Phương pháp PhosVer 3, TNT



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



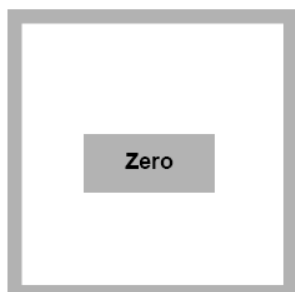
2. Dùng một TenSette Pipet để thêm 5.0 mL mẫu vào ống nghiệm pha loãng Reactive Phosphorus Test 'N. Đậy nút và trộn đều.



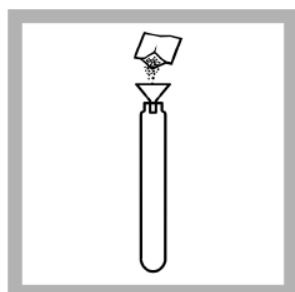
3. Sau khi lau bên ngoài ống nghiệm bằng khăn ướt, lau lại bằng khăn khô để xóa dấu tay và các vết bẩn khác



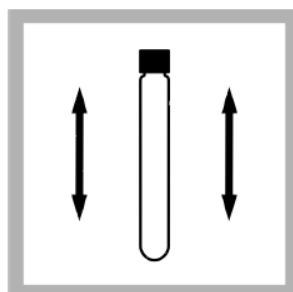
4. Đặt ống nghiệm vào buồng đo 16 mm.



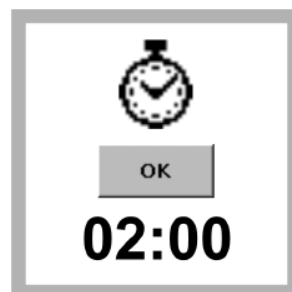
5. Bấm ZERO. Màn hình sẽ hiện: 0.00 mg/L PO_4^{3-}



6. Dùng một cái phễu, thêm một gói bột PhosVer 3 Phosphate vào ống nghiệm



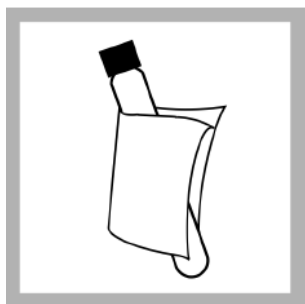
7. Đậy nút lại ngay và lắc ít nhất 20 giây. Bột sẽ không tan hết.



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

phút.

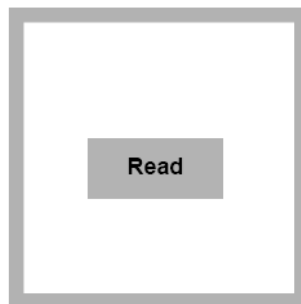
Đọc mẫu trong vòng từ 2 đến 8 phút sau khi thêm thuốc thử PhosVer 3.



9. Sau khi lau bên ngoài ống nghiệm bằng khăn ướt, lau lại bằng khăn khô để xóa dấu tay và các vết bẩn khác



10. Sau khi hết thời gian, đặt ống nghiệm vào buồng đo 16 mm



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

Chất gây nhiễu

Bảng các chất gây nhiễu trình bày các chất gây nhiễu và mức độ tác động. Bảng các chất không gây nhiễu ở nồng độ thấp ($< 1000 \text{ mg/L}$) trình bày các chất không gây nhiễu khi nồng độ $< 1000 \text{ mg/L}$

Bảng 2 Các chất gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Nhôm	$> 200 \text{ mg/L}$
Asen	Mọi mức độ
Crom	$> 100 \text{ mg/L}$
Đồng	$> 10 \text{ mg/L}$
Sắt	$> 100 \text{ mg/L}$
Niken	$> 300 \text{ mg/L}$
Silic	$> 50 \text{ mg/L}$
Silicat	$> 10 \text{ mg/L}$
Lưu huỳnh	$> 9 \text{ mg/L}$. Loại bỏ ảnh hưởng của lưu huỳnh như sau: 1. Cho 25 mL mẫu vào một beaker 50 mL

	2. Khuấy liên tục, thêm nước brom cho đến khi xuất hiện màu vàng bền. 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 cao 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 2mL dung dịch chuẩn Phosphate, 50 mg/L 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. Sử dụng TenSette Pipet để rút mẫu chuẩn: thêm 0.1 mL, 0.2 mL and 0.3 mL chuẩn vào 3 phần mẫu sạch 25 mL.
6. Thực hiện phương pháp Thủy phân axit, TNT cho từng mẫu thêm chuẩn, bắt đầu với mẫu 0.1 mL. Đo từng mẫu bằng thiết bị.
7. Chọn GRAPH để xem kết quả. Chọn IDEAL LINE (hoặc best-fit) để so sánh kết quả mẫu thêm chuẩn với độ thu hồi 100% lí thuyết

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, 3.0 mg/L
1. Sử dụng dung dịch chuẩn phosphate, 3.0 mg/L thay cho mẫu. Thực hiện phương pháp PhosVer 3, TNT.
 2. 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

3. 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—DConcentration per 0.010 DAbs
535	DR 5000	3.00 mg/L PO_4^{3-}	2.94–3.06 mg/L PO_4^{3-}	0.06 mg/L PO_4^{3-}
	DR 2800	3.00 mg/L PO_4^{3-}	2.94–3.06 mg/L PO_4^{3-}	0.06 mg/L PO_4^{3-}
	DR 2700	3.00 mg/L PO_4^{3-}	2.94–3.06 mg/L PO_4^{3-}	0.06 mg/L PO_4^{3-}
	DR/2500	3.00 mg/L PO_4^{3-}	2.89–3.11 mg/L PO_4^{3-}	0.06 mg/L PO_4^{3-}
	DR/2400	3.00 mg/L PO_4^{3-}	2.89–3.11 mg/L PO_4^{3-}	0.06 mg/L 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
Reactive Phosphorus Test 'N Tube™ Reagent Set (50 tests), includes:	—	—	2742545
PhosVer® 3 Phosphate Reagent Powder Pillows	1	50/pkg	2106046
Reactive Phosphorus Test 'N Tube Dilution Vials	1	50/pkg	NA ¹

¹ Không bán riêng

Dụng cụ sử dụng

Description	Quantity/Test	Unit	Catalog number
Funnel, micro	1	each	2584335
Pipet, TenSette®, 1 to 10 mL	1	each	1970010
Pipet Tips, for TenSette Pipet 19700-10	1	50/pkg	2199796
Test Tube Rack	1–3	each	1864100

Dung dịch chuẩn

Description	Unit	Catalog number
Phosphate Standard Solution, PouRite® Ampule, 50-mg/L as PO_4^{3-} , 2-mL	20/pkg	17120H
Phosphate Standard Solution, 50-mg/L	500 mL	17149
Phosphate Standard Solution, 1-mg/L as PO_4^{3-}	500 mL	256949
Phosphate Standard Solution, 3 mg/L as PO_4^{3-}	946 mL	2059716
Standard, Drinking Water, Mixed Parameter, Inorganic for F^- , NO_3^- , PO_4 , SO_4	500 mL	2833049
Wastewater Effluent Standard, for mixed parameters: $\text{NH}_3\text{-N}$, $\text{NO}_3\text{-N}$, PO_4 , COD, SO_4 , TOC	500 mL	2833249
PouRite Ampule breaker, 2 mL	each	2484600

Các hóa chất và dụng cụ tự chọn

Description	Unit	Catalog number
Bromine Water 30 g/L	29 mL	221120
Hydrochloric Acid Solution, 6.0 N, 1:1	500 mL	88449
Phenol Solution 30 g/L	29 mL	211220
Pipet, TenSette®, Pipet, 0.1–1.0 mL	each	1970001
Pipet Tips, for TenSette Pipet 1970001 ¹	50/pkg	2185696
Pipet Tips, for TenSette Pipet 1970001 ¹	1000/pkg	2185628
Filter Paper, fold 12.5 cm	100/pkg	69257
Filter Funnel, Analytical, 65 mL	each	108367
Thermometer, Non-Mercury, -10 to 225 °C	each	2635700
Sampling Bottle with cap, low density polyethylene, 250 mL	12/pkg	2087076
Beaker, 50-mL	each	50041H

¹Có 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, 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