

Photpho, hoạt tính (orthophosphate)

DOC316.53.01116

Phương pháp Molybdovanadate¹

Phương pháp 8114

HR (1.0 đến 100.0 mg/L PO₄³⁻)

Test'N Tube™

Phạm vi ứng dụng: nước, nước thải

¹Theo Phương pháp chuẩn để kiểm tra nước và 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	Light shield	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.

Mẫu trắng thuốc thử của mỗi lô thuốc thử có thể dùng nhiều lần. Ở nhiệt độ phòng, mẫu trắng thuốc thử bền đến 3 tuần.

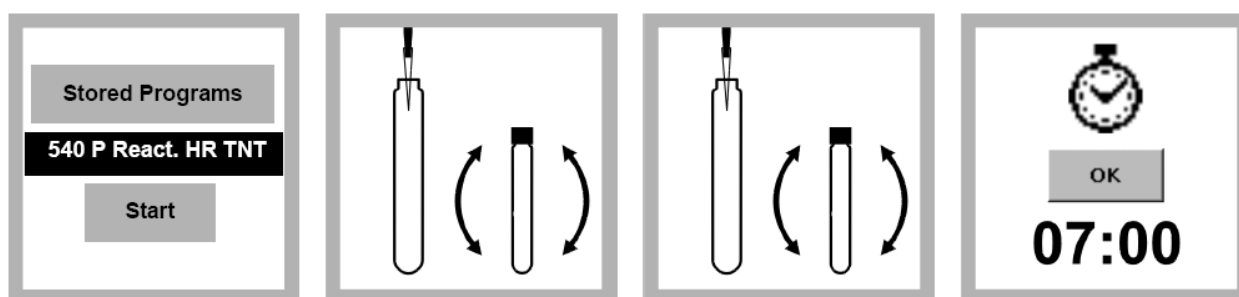
Thời gian phản ứng của mẫu ở 23°C trong bước 5 là 7 phút. Đối với mẫu ở 13°C, chờ 15 phút. Đối với mẫu ở 33°C, chờ 2 phút.

Những mẫu cuối cùng sẽ chứa molybden. Ngoài ra, các mẫu cuối sẽ có pH ≤ 2 và là chất ăn mòn (D002) theo đạo luật Liên bang RCRA của Mỹ. Tham khảo MSDS hiện hành để biết cách thao tác an toàn và xem hướng dẫn loại bỏ chất thải.

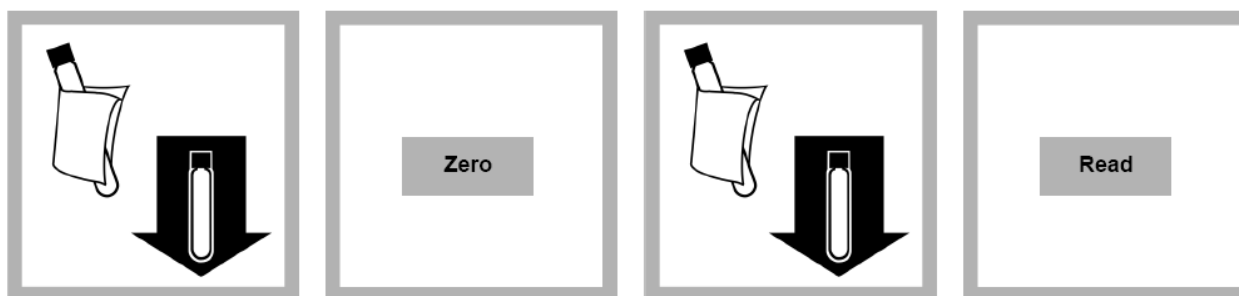
Description	Quantity
High Range Reactive Phosphorus Test 'N Tube Vials	1
Water, deionized	5 mL
Light Shield	1
Pipet, TenSette®, 1 to 10 mL	1
Pipet Tips, for TenSette Pipet	1
Test Tube Rack	1

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

Phương pháp Molybdovanadate, TNT



1. Chọn thí nghiệm.
Chèn adapter hợp nếu cần (xem Thông tin thiết bị).
2. Chuẩn bị mẫu trắng: dùng một TenSette Pipet để thêm 5.0 mL nước khử ion vào một ống nghiệm Reactive High Range Phosphorus Test 'N
3. Chuẩn bị mẫu: dùng một TenSette Pipet để thêm 5.0 mL mẫu vào một ống nghiệm Reactive High Range Phosphorus Test 'N
4. Khởi động máy, chọn chức năng đếm thời gian. Bắt đầu chờ thời gian phản ứng là 7 phút. Đọc mẫu trong vòng 2 phút sau khi hết thời gian phản ứng



5. Lau sạch mẫu trắng thuốc thử và đặt vào buồng đo 16 mm
6. Bấm ZERO. Màn hình sẽ hiện: 0.00 mg/L PO_4^{3-}
7. Lau sạch mẫu và đặt vào buồng đo 16mm.
8. 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 mg/L) trình bày các chất không gây nhiễu khi nồng độ < 1000 mg/L

Bảng 2 Các chất gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Asen	Chỉ gây nhiễu khi mẫu bị nung nóng
Sắt	Tạo màu xanh da trời. Không gây nhiễu khi nồng độ < 100 mg/L
molybdate	Gây nhiễu khi trên 1000 mg/L
Silic	Chỉ gây nhiễu khi mẫu bị nung nóng ¹
Lưu huỳnh	Gây nhiễu. Cách loại bỏ như sau: 1. Lấy 25 mL mẫu cho vào beaker 50 mL 2. Thêm nước bromine ² và khuấy đều cho đến khi tạo màu vàng bền. 3. Thêm dung dịch phenol ² cho đến khi màu vàng biến mất. Tiếp tục với bước 3.
Mẫu đậm cao hoặc pH mẫu lớn	Có thể vượt quá khả năng đệm của thuốc thử và cần xử lý mẫu trước. pH của mẫu nên ở khoảng 7
Fluoride, thorium, bismuth, thiosulfate hoặc thiocyanate	Gây nhiễu
Nhiệt độ thấp (< 20°C)	Gây nhiễu
Nhiệt độ cao (>25°C)	Gây nhiễu

¹ Để mẫu hạ nhiệt độ xuống bằng nhiệt độ phòng sẽ không ngăn ngừa chất này gây nhiễu

²Xem phần Danh mục các thiết bị và hóa chất tự chọn

Bảng 3. Các chất không gây nhiễu ở nồng độ thấp (< 1000 mg/L)

Pyrophosphate	Tetraborate	Benzoate
Citrate	Lactate	Formate
Oxalate	Tartrate	Salicylate
Al ³⁺	Selenate	Mg ²⁺
Ca ²⁺	Ba ²⁺	Sr ²⁺
Li ⁺	Na ⁺	K ⁺
NH ₄ ⁺	Cd ²⁺	Mn ²⁺
NO ₃ ⁻	NO ₂ ⁻	SO ₄ ²⁻
SO ₃ ²⁻	Pb ²⁺	Hg ⁺
Hg ²⁺	Sn ²⁺	Cu ²⁺
Ni ²⁺	Ag ⁺	U
Zr ⁴⁺	AsO ₃ ⁻	Br ⁻
CO ₃ ²⁻	ClO ₄ ⁻	CN ⁻
IO ₃ ⁻	Fe ³⁺	SiO ₄ ⁴⁻

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 các hóa chất thương mại. Thành phần phosphate sẽ làm nhiễm bẩn mẫu.
- 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) hoặc thấp hơn
- 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:

- 10mL ống dung dịch chuẩn Phosphate, 500 mg/L PO_4^{3-}
 - Dung dịch axit hydrochloric 1:1
 - Nước khử ion
 - Beaker
 - TenSette Pipet
 - Ống đong (3)
1. Rửa dụng cụ thủy tinh bằng dung dịch axit hydrochloric 1:1. Tráng lại bằng nước khử ion. Không dùng các hóa chất chứa phosphate để tráng rửa dụng cụ thủy tinh.
 2. Sau khi đọc kết quả thí nghiệm lấy ô mẫu (mẫu chưa thêm chuẩn) ra khỏi thiết bị
 3. 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

4. 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

5. Mở ống dung dịch chuẩn.
6. 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 10 mL.
7. Thực hiện phương pháp *Molybdovanadate TNT* cho từng mẫu thêm chuẩn, bắt đầu với mẫu 0.1 mL. Đo từng mẫu bằng thiết bị.
8. 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% lý 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, 50 mg/L
1. Sử dụng dung dịch chuẩn phosphate, 50 mg/L thay cho mẫu. Thực hiện phương pháp *Molybdovanadate 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 Concentration change per 0.010 Abs change
540	DR 5000	50.0 mg/L PO ₄ ³⁻	49.4–50.9 mg/L PO ₄ ³⁻	0.7 mg/L PO ₄ ³⁻
	DR 2800	50.0 mg/L PO ₄ ³⁻	49.4–50.9 mg/L PO ₄ ³⁻	0.7 mg/L PO ₄ ³⁻
	DR 2700	50.0 mg/L PO ₄ ³⁻	49.4–50.9 mg/L PO ₄ ³⁻	0.7 mg/L PO ₄ ³⁻
	DR/2500	50.0 mg/L PO ₄ ³⁻	48.7–51.3 mg/L PO ₄ ³⁻	1.0 mg/L PO ₄ ³⁻
	DR/2400	50.0 mg/L PO ₄ ³⁻	48.7–51.3 mg/L PO ₄ ³⁻	1.0 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. Khi có mặt vanadium, acid molybdovanadophosphoric màu vàng được hình thành. Cường độ màu vàng tỉ lệ với nồng độ phosphate. Kết quả thí nghiệm được đo ở 420 nm.

Danh mục các thiết bị và hóa chất tiêu hao

Thuốc thử sử dụng

Description	Quantity/Test	Unit	Catalog number
High Range Reactive Phosphorus Test 'N Tube™ Reagent Set, includes:	—	50 vials	2767345
(1) Reactive High Range Phosphorus Test 'N Tube Vials ¹	1	50/pkg	—
(2) Water, deionized	5 mL	100 mL	27242

¹ Không bán riêng

Dụng cụ sử dụng

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

Dung dịch chuẩn

Description	Unit	Catalog number
Phosphate Standard Solution, 50-mg/L, as PO_4^{3-}	500 mL	17149
Phosphate Standard Solution, Voluette® ampule, 500-mg/L as PO_4^{3-} , 10-mL	16/pkg	1424210
Wastewater Influent Standard for $\text{NH}_3\text{-N}$, $\text{NO}_3\text{-N}$, PO_4 , COD, SO_4 , TOC	500 mL	2833149
Voluette Ampule breaker 10 mL	each	2196800

Các hóa chất và dụng cụ tự chọn

Description	Unit	Catalog number
Ammonium Hydroxide	500 mL	10649
Bromine Water, 30 g/L	29 mL	221120
Cylinder, mixing	25 mL	189640
Hydrochloric Acid Solution 6.0 N, 1:1	500 mL	88449
Phenol Solution, 30 g/L	29 mL	211220
Dropper, LDPE, 0.5–1.0 mL	1	20/pkg
Pipet Tips, for TenSette Pipet 1970010	250/pkg	2199725
pH Paper, 0 - 14 pH range	100/pkg	2601300
Thermometer, Non-Mercury, -10 to 225 °C	each	2635700
Sampling Bottle with cap, low density polyethylene, 250 mL	12/pkg	2087076
Filter Paper, fold 12.5 cm	100/pkg	69257
Filter Funnel, Analytical, 65 mL	each	108367
Beaker, 50-mL	each	50041H -
Finger cots	2/pkg	1464702

Các dung dịch chuẩn tự chọn

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