

Photpho, Phá mẫu với axit thủy phân

DOC316.53.01111

Phương pháp thủy phân axit, PhoVer™ 3

Phương pháp 8180

0.06 đến 3.50 mg/L PO₄³⁻

Test 'N Tube™ Vials

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

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.

Để kết quả chính xác hơn, xác định một giá trị mẫu trắng cho mỗi lô hóa chất mới. Thực hiện theo các bước phân tích, 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.

Rửa các dụng cụ thủy tinh bằng dung dịch chuẩn axit hydrochloric 1:1. Tráng bằng nước khử ion. Không sử dụng hóa chất chứa phosphate để rửa dụng cụ thủy tinh.

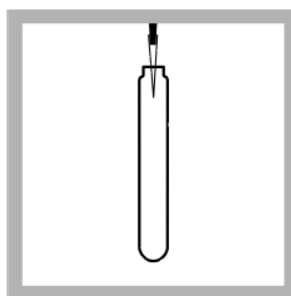
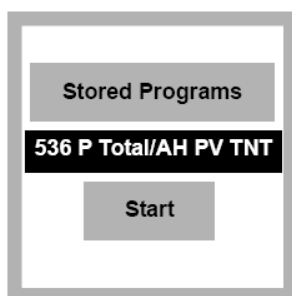
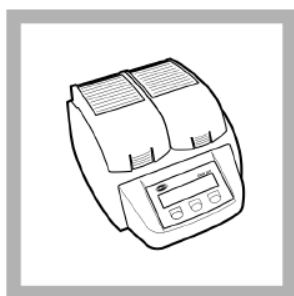
Những mẫu cuối cùng sẽ chứa molybden. Ngoài ra, các mẫu cuối sẽ có pH ≤ 2 và là chất ăn mòn (D002) theo đạo luật Liên bang RCRA của Mỹ. Tham khảo MSDS hiện hành để biết cách thao tác an toàn và xem hướng dẫn loại bỏ chất thải.

Các dụng cụ cần dùng

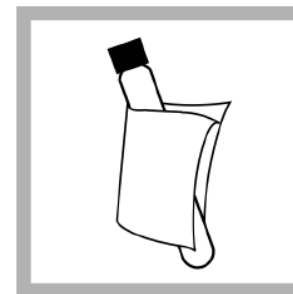
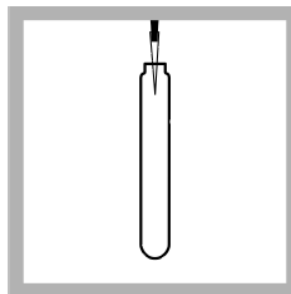
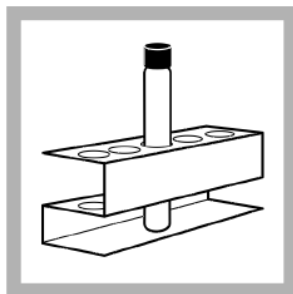
Description	Quantity
Total and Acid Hydrolyzable Phosphorus Reagent Set	1
Deionized water	varies
DRB200 Reactor	1
Funnel, micro	1
Light Shield or Adapter (see Instrument-specific information)	1
Pipet, TenSette®, 1 to 10 mL, plus tips	
Test Tube Rack	1

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

Phương pháp Thủy phân với axit, TNT



1. Bật bếp nung DRB200. Gia nhiệt đến 150°C. Xem hướng dẫn sử dụng DRB200 để chọn chương trình nhiệt độ phù hợp.
2. Chọn thí nghiệm. Chèn adapter nếu cần (xem Thông tin thiết bị). Tham khảo hướng dẫn sử dụng của máy đang dùng.)
3. Dùng một TenSette Pipet để thêm 5 mL mẫu vào ống nghiệm axit thủy phân. Đậy nút và trộn đều.
4. Đặt ống nghiệm vào bếp nung DRB200. Đóng nắp.



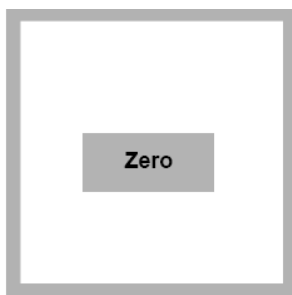
5. Khởi động cho máy bắt đầu nung mẫu. Thời gian nung là 30 phút.
6. Sau khi hết thời gian, lấy ống nghiệm ra khỏi bếp. Đặt ống vào khung đặt ống
7. Dùng một TenSette Pipet, thêm 2 mL Natri hydroxide 1.00 N vào ống nghiệm.
8. Lau sạch các dầu tay và vết bẩn bên ngoài ống nghiệm bằng khăn

nghiệm và để nguội
đến nhiệt độ phòng.

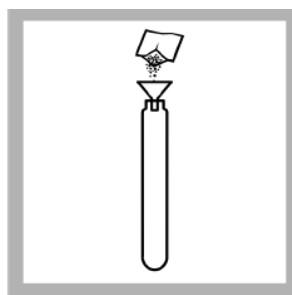
Đậy chặt nút và lắc
đều.



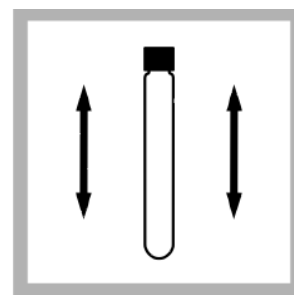
9. Đặt ống nghiệm
vào buồng đo dùng
cho ống 16 mm



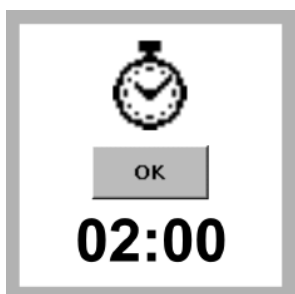
10. Bấm ZERO. Màn
hình sẽ hiện: 0.00
mg/L PO_4^{3-}



11. Dùng một cái
phễu nhỏ, thêm một
gói bột PhosVer 3 vào
ống nghiệm



12. Đậy nút ngay và
lắc đều trong vòng
10 – 15 giây. Bột sẽ
không tan hết.



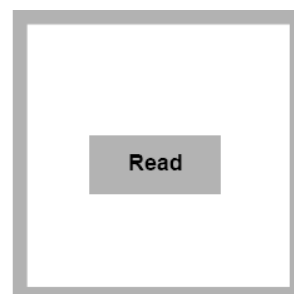
13. Khởi động thiết bị
thiết bị đo thời gian.
Bắt đầu đo thời gian
phản ứng là 2 phút



14. Lau sạch các dấu
tay và vết bẩn bên
ngoài ống nghiệm
bằng khăn



15. Lau sạch mẫu đã
chuẩn bị và đặt nó
vào buồng đo 16 mm



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

Đọc kết quả trong
vòng 2 – 8 phút sau
khi thêm thuốc thử
PhosVer 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: 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 có độ 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 chứa phosphate để 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)

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp thêm chuẩn (spike mẫu)

Yêu cầu cho việc kiểm tra độ chuẩn xác:

- Ống 2mL dung dịch chuẩn Phosphate, 50 mg/L PO_4^{3-}
- Beaker
- TenSette Pipet và
- Ống đong (3)

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

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 ống chứa mẫu mới, 25 mL.
6. Thực hiện phương pháp Thủy phân axit, TNT cho từng mẫu thêm chuẩn như trên, bắt đầu với mẫu 0.1 mL. Đo từng mẫu bằng máy quang phổ.
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% 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, 3.0 mg/L
1. Sử dụng dung dịch chuẩn phosphate, 3.0 mg/L thay cho mẫu. thực hiện phương pháp Thủy phân axit, TNT
 2. Để điều chỉnh đường chuẩn bằng giá trị thu được từ dung dịch chuẩn, sử dụng chế độ Điều chỉnh đường chuẩn (Standard Adjust) trong 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— Δ Concentration per 0.010 Δ Abs
536	DR 5000	3.00 mg/L PO_4^{3-}	2.93–3.07 mg/L PO_4^{3-}	0.06 mg/L PO_4^{3-}
	DR 2800	3.00 mg/L PO_4^{3-}	2.93–3.07 mg/L PO_4^{3-}	0.06 mg/L PO_4^{3-}
	DR 2700	3.00 mg/L PO_4^{3-}	2.93–3.07 mg/L PO_4^{3-}	0.06 mg/L PO_4^{3-}
	DR/2500	3.00 mg/L PO_4^{3-}	2.90–3.10 mg/L PO_4^{3-}	0.06 mg/L PO_4^{3-}
	DR/2400	3.00 mg/L PO_4^{3-}	2.90–3.10 mg/L PO_4^{3-}	0.06 mg/L PO_4^{3-}

Tóm tắt phương pháp

Phosphate vô cơ (meta-, pyro- hoặc các polyphosphate) phải được chuyển thành dạng orthophosphate hoạt động trước khi phân tích. Xử lý mẫu bằng axit và đun nóng để thủy phân dạng vô cơ thành orthophosphate.

Orthophosphate phản ứng với molybdate trong môi trường axit tạo thành một hỗn hợp phức phosphate/molybdate. Sau đó, axit 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
Total and Acid Hydrolyzable Phosphorus Reagent Set, includes:		50 tests	2742745
PhosVer 3 Phosphate Reagent Powder Pillows	1 pillow	50/pkg	2106046
Potassium Persulfate Powder Pillows	1	50/pkg	2084766
Sodium Hydroxide, 1.54 N	varies	100 mL	2743042
Sodium Hydroxide Standard Solution, 1.00 N	2 mL	100 mL	104542
Total and Acid Hydrolyzable Test Vials ¹	1 vial	50/pkg	—
Water, deionized	varies	100 mL	27242

¹ Không bán riêng

Dụng cụ sử dụng

Description	Quantity/Test	Unit	Catalog number
DRB200 Reactor, 110 V, 15 x 16 mm	1	each	LTV082.53.40001
DRB200 Reactor, 220 V, 15 x 16 mm	1	each	LTV082.52.40001
Funnel, micro	1	each	2584335
Pipet, volumetric, Class A, 2.00-mL	1	each	1451536
Pipet, volumetric, Class A, 5.00-mL	1	each	1451537
Pipet Filler, safety bulb	1	each	1465100
Pipet, TenSette®, 1 to 10 mL	1	each	1970010
Pipet Tips for TenSette Pipet 19700-10	1	250/pkg	2199725
Test Tube Rack	1	each	1864100

Dung dịch chuẩn

Description	Unit	Catalog number
Drinking Water Standard, Mixed Parameter, Inorganic for F ⁻ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄	500 mL	2833049
Phosphate Standard Solution, 10-mL Voluette® Ampule, 50-mg/L as PO ₄ ³⁻	16/pkg	17110
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
Wastewater Standard, Effluent Inorganics, for NH ₃ -N, NO ₃ -N, PO ₄ , COD, SO ₄ , TOC	500 mL	2833249

Các hóa chất và dụng cụ tự chọn

Description	Unit	Catalog number
Bromine Water	29 mL	221120
Cylinder, mixing	25 mL	189640
Hydrochloric Acid Solution, 6.0 N, 1:1	500 mL	88449
Phenol Solution	29 mL	211220
pH paper, 0–14 pH range	100/pkg	2601300
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
Pipet Tips for TenSette Pipet 19700–10	50/pkg	2199796
Beaker, 50 mL, Glass	each	50041H

Dung dịch chuẩn tự chọn

Description	Unit	Catalog number
Voluette Ampule breaker 10 mL	each	2196800
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 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