

Photpho, tổng số

DOC316.53.01121

Phương pháp¹ USEPA² PhoVer[®] 3 phá mẫu với Axit Persulfate

Phương pháp 8190

0.06 đến 3.50 mg/L PO₄³⁻
Hoặc 0.02 đến 1.10 mg/L P

TNT Vial

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

¹ USEPA chấp nhận dùng trong báo cáo phân tích nước thải (Standard Method 4500-P E)

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	Miếng chắn sáng	Adapter
DR 5000	—	—
DR 2800	LZV646	—
DR 2700	LZV646	—
DR/2500	—	—
DR/2400	—	5945700

Trước khi làm thí nghiệm

Đối với máy DR2800 và DR2700: đặt miếng chắn sáng vào buồng đo #2 trước khi thực hiện test.

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.

Thang đo giới hạn xác định photpho tổng là 0.06 đến 3.5 mg/L PO_4^{3-} . Giá trị lớn hơn 3.5 mg/L có thể được sử dụng để ước tính tỉ lệ pha loãng nhưng không sử dụng được trong mục đích báo cáo. Nếu giá trị lớn hơn 3.5 mg/L, pha loãng mẫu và lặp lại việc phá mẫu và thực hiện phép so màu.

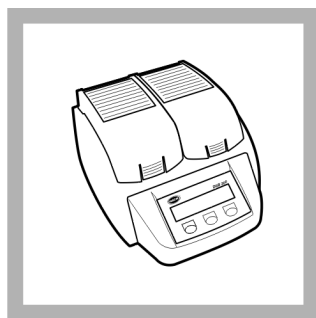
Mẫu sau test có chứa Molybdenum. Ngoài ra, mẫu sau cùng có pH nhỏ hơn 2 và được xem là chất ăn mòn (D002) theo quy định của Federal RCRA. Tham khảo phiếu an toàn hóa chất MSDS để có thông tin an toàn và thải bỏ đúng cách.

Chuẩn bị theo các mục sau

Mô tả	Số lượng
Total Phosphorus Test 'N Tube™ Reagent Set	1
Deionized water	-
DRB200 Reactor	1
Funnel, micro	1
Light Shield or Adapter (see Instrument-specific information)	1
Pipet, TenSette®, 1 to 10 mL, plus tips	1
Test Tube Rack	1

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

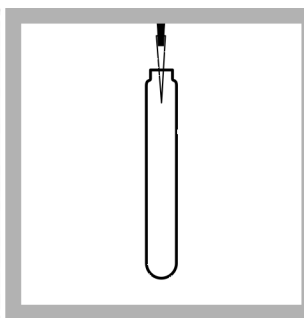
Phương pháp PhosVer 3 (phá mẫu với Axit Persulfate)



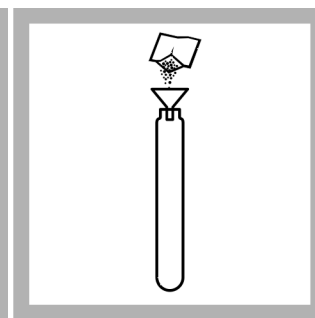
1. Bật bếp phá mẫu DRB200. Cho gia nhiệt đến 150 °C.



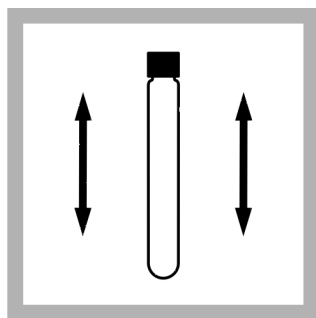
2. Chọn test.
Chèn adapter nếu cần (xem Thông tin sử dụng thiết bị ở trên)



3. Sử dụng Pipet TenSette® để lấy 5.0 mL mẫu cho vào ống Total Phosphorus Test.



4. Sử dụng phễu nhỏ để cho bột chứa trong gói Potassium Persulfate vào ống Phosphonate



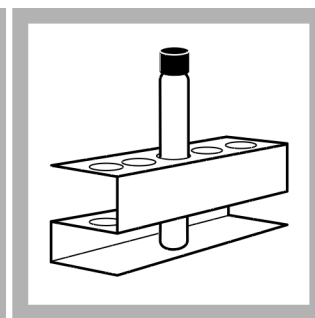
5. Vận chặt nắp và lắc để hòa tan bột



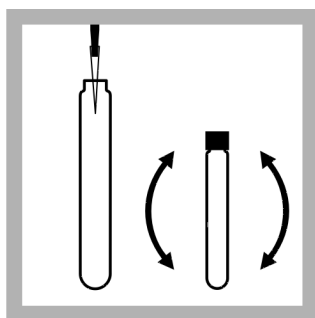
6. Đặt ống vào bếp nung DRB200. Đậy nắp bảo vệ của máy lại.



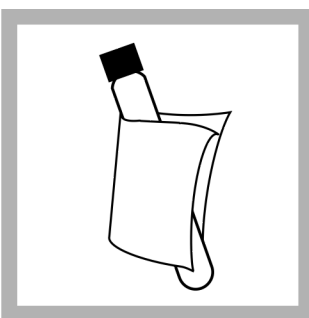
7. Cài đặt thời gian 30 phút để phản ứng.
Máy sẽ bắt đầu gia nhiệt cho ống trong 30 phút



8. Khi hết thời gian phản ứng, cẩn thận lấy ống ra khỏi bếp. Đặt vào khay chứa ống nghiệm và để cho nguội xuống nhiệt độ phòng.



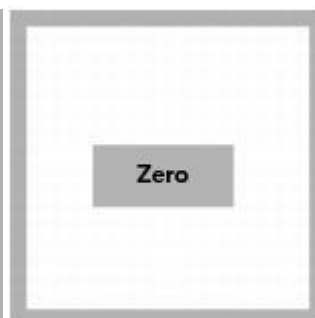
9. Sử dụng pipet TenSette Pipet để cho 2 mL dung dịch chuẩn 1.54 N Sodium Hydroxide vào ống. Vận nắp lại và xáo trộn.



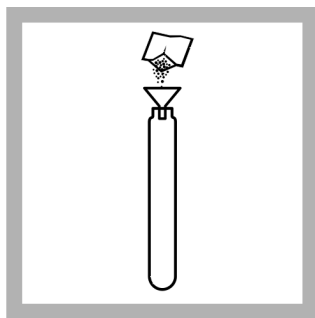
10. Lau sạch bên ngoài ống bằng miếng vải mềm sau đó bằng vải khô



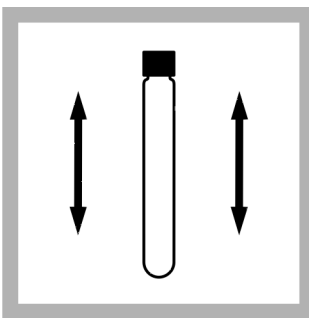
11. Đặt ống vào trong buồng chứa ống 16 mm



12. ZERO máy.
Màn hình sẽ hiển thị:
0.00 mg/L PO_4^{3-}



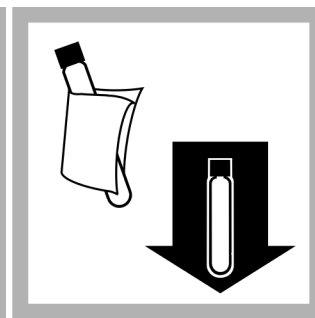
13. Sử dụng phễu để cho gói bột PhosVer 3 vào ống



14. Vận chặt nắp ngay lập tức và lắc để xáo trộn trong 20–30 giây. Bột sẽ không hòa tan hết hoàn toàn.



15. Bật đồng hồ đếm thời gian.
Để cho phản ứng trong 2 phút.
Đọc kết quả trong vòng 2-8 phút sau khi hết thời gian phản ứng.



16. Sau khi hết thời gian chờ, lau sạch bên ngoài ống bằng tấm vải ướt, sau đó lau khô lại. Đặt ống vào trong buồng đo dùng cho ống 16mm
READ để đọc kết quả mg/L 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
Mẫu đậm cao hoặc pH mẫu lớn	Có thể vượt quá khả năng đệm của thuốc thử và cần xử lý mẫu trước.
Silic	> 50 mg/L
Silicat	> 10 mg/L
Sulfide	> 90mg/L
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

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, mẫu có thể bảo quản đến 28 ngày bằng cách điều chỉnh pH xuống 2 hoặc thấp hơn bằng axit H₂SO₄ đậm đặc (khoảng 2mL/L) và lưu ở 4°C (39°F)
- Điều chỉnh kết quả nếu có thể tích bổ sung

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 PO₄³⁻
- Dụng cụ bẻ ống
- TenSette Pipet

- Bình xáo trộn

1. Rửa dụng cụ thí nghiệm bằng 1:1 Axit HCl. Tráng lại bằng nước khử ion. Không sử dụng chất tẩy rửa có thành phần photphat để rửa dụng cụ thí nghiệm.
2. Sau khi đọc kết quả thí nghiệm lấy ống 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 Ampule chứa dung dịch chuẩn.
6. Sử dụng TenSette Pipet để chuẩn bị các mẫu thêm chuẩn: thêm lần lượt 0.1, 0.2, 0.3 mL dung dịch chuẩn vào 3 bình đong chứa mẫu còn mới.
7. Lấy 0.5 mL mẫu đã thêm chuẩn ở trên thay cho mẫu. Thực hiện theo các bước phân tích của phương pháp PhosVer3 ở trên. Bắt đầu với mẫu được bổ sung 0.1mL.
8. Chọn GRAPH để xem kết quả. Chọn IDEAL LINE (hoặc BEST-FIT) để so sánh kết quả với độ thu hồi lý thuyết 100%

Phương pháp sử dụng dung dịch chuẩn

Yêu cầu cho việc kiểm tra độ chính xác:

- Dung dịch chuẩn Phosphate, 3.0 mg/L PO_4^{3-}

1. Sử dụng dung dịch chuẩn 3.0 mg/L PO_4^{3-} thay mẫu. Thực hiện theo các bước phân tích của phương pháp PhosVer3 ở trên.
2. Để điều chỉnh đường chuẩn theo kết quả đọc được trên máy, chọn đường dẫn như sau:

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 chức năng Điều chỉnh đường chuẩn (Standard Adjust) và chấp nhận giá trị được hiển thị. Nếu có sử dụng nồng độ khác thay thế, nhập giá trị vào để điều chỉnh đường chuẩn theo giá trị đó.

Đánh giá hiệu quả phương pháp

Chương trình	Thiết bị	Chất chuẩn	Độ chính xác—95% độ tin cậy theo phân phối chuẩn	Độ nhạy- Δ Nồng độ trên 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 có ở dạng hữu cơ và dạng vô cơ trùng ngưng (meta-, pyro- hay các polyphosphat khác) phải được chuyển về dạng orthophosphat hoạt tính trước khi phân tích. Việc tiền xử lý

mẫu với axit và nhiệt tạo điều kiện để thủy phân các dạng photphat vô cơ trùng ngưng. Các photphat hữu cơ được chuyển thành orthophotphat bằng nhiệt, axit và persulfate.

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

Danh mục các thiết bị và hóa chất tiêu hao

Thuốc thử sử dụng

Mô tả	Số lượng/Test	Đơn vị	Catalog #
Total Phosphorus Test 'N Tube™ Reagent Set, 50 tests, includes:	—	—	2742645
PhosVer® 3 Phosphate Reagent Powder Pillows	1	50/pkg	2106046
Potassium Persulfate Powder Pillows	1	50/pkg	2084766
Sodium Hydroxide Solution, 1.54 N	2 mL	100 mL	2743042
Total and Acid Hydrolyzable Test Vials ¹ (không bán riêng)	1	50/pkg	—
Water, deionized	varies	100 mL	27242

Dụng cụ sử dụng

Mô tả	Số lượng/Test	Đơn vị	Catalog #
DRB200 Reactor, 110 V, 15 x 16 mm	1	each	LTV082.5 3.40001

DRB200 Reactor, 220 V, 15 x 16 mm	1	each	LTV082.5 2.40001
Funnel, micro	1	each	2584335
Pipet, TenSette [®] , 1.0 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

Mô tả	Đơn vị	Catalog #
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
Voluette Ampule breaker 10 mL	each	2196800

Các hóa chất và dụng cụ tự chọn

Mô tả	Đơn vị	Catalog #
Cylinder, mixing	25 mL	189640
Pipet, volumetric, Class A, 2.00 mL	1	each
Hydrochloric Acid Solution, 6.0 N, 1:1	500 mL	88449
Sodium Hydroxide, 5.0 N	1000 mL	245053
Sulfuric Acid, concentrated	500 mL	97949
Pipet, TenSette® Pipet, 0.1–1.0 mL	each	1970001
Pipet Tips, for TenSette Pipet 1970001	50/pkg	2185696
Pipet Tips, for TenSette Pipet 1970001	1000/pkg	2185628
Sampling Bottle with cap, low density polyethylene, 250 mL	12/pkg	2087076
pH Paper, 0–14 pH range	100/pkg	2601300
Deionized Water	4 L	27256
Thermometer, Non-Mercury, -10 to 225 °C	each	2635700
Finger cots	2/pkg	1464702

Dung dịch chuẩn tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Catalog #
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