Phốt pho,
Dạng phản ứng (Orthophosphate)

Molybdovanadate Method[1] **Phương pháp 8114**

0,3 đến 45,0 mg/L PO_4^{3-} **Dung dịch thuốc thử**

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho nước và nước thải.

1 Chuyển thể từ Tiêu chuẩn Phân tích Nước và Nước thải.

Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin riêng theo thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình cho phương pháp này. Bảng này cũng chỉ ra các loại ống nghiệm mẫu và yêu cầu định hướng với những phép thử thêm thuốc thử như dạng bột hoặc dung dịch.

Để sử dụng bảng, hãy chọn thiết bị, sau đó dò theo hàng để tìm thông tin phù hợp với phép thử này.

Bảng 1 Thông tin cụ thể theo từng thiết bị

Thiết bị	Hướng đặt ống mẫu	Ống mẫu
DR6000 DR3800 DR2800 DR2700 DR1900	Vạch châm dung dịch nằm phía bên phải.	2495402 
DR5000 DR3900	Vạch mức hướng về phía người sử dụng.	
DR900	Dấu định vị hướng về phía người sử dụng.	2401906 

Trước khi bắt đầu

Lắp nắp thiết bị lên giá đỡ ống nghiệm DR900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ.
Để đạt kết quả tối ưu, nhiệt độ mẫu nên nằm trong khoảng 20–25 °C (68–77 °F).
Tham khảo Bảng dữ liệu An toàn hóa chất (MSDS/SDS) của các hóa chất sử dụng và trang bị đầy đủ dụng cụ bảo hộ cá nhân được khuyến nghị.
Xử lý dung dịch đã phản ứng theo quy định của địa phương, bang và liên bang. Tham khảo Bảng dữ liệu An toàn hóa chất để biết cách xử lý hóa chất chưa sử dụng. Liên hệ với bộ phận môi trường, an toàn và sức khỏe của cơ sở hoặc các cơ quan quản lý địa phương để biết thêm thông tin về việc xử lý.

Những vật dụng cần chuẩn bị

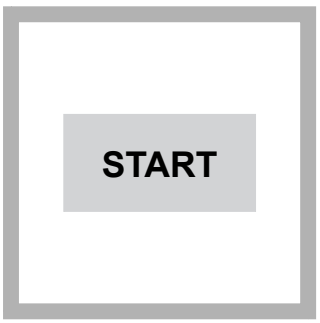
Mô tả	Số lượng
Thuốc thử Molybdovanadate	1,0 mL
Ống nghiệm mẫu (Để biết thêm về ống mẫu, đầu nối hoặc tấm chắn sáng, xem Thông tin về thiết bị ở trang 1.)	2

Tham khảo Vật tư tiêu hao và sản phẩm thay thế ở trang 5 để biết thông tin đặt hàng.

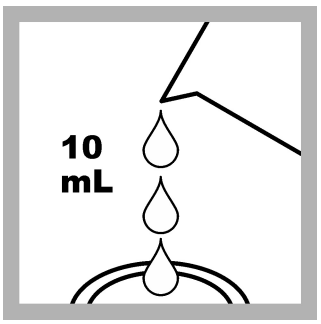
Thu thập và bảo quản mẫu

- Thu mẫu vào chai thủy tinh hoặc chai nhựa sạch đã được rửa bằng axit clohydric 6 N (1:1) và tráng lại bằng nước khử ion.
- Không sử dụng chất tẩy rửa có chứa photphat để làm sạch chai đựng mẫu, vì photphat sẽ làm nhiễm bẩn mẫu.
- Phân tích mẫu càng sớm càng tốt để thu được kết quả tối ưu.
- Nếu không thể phân tích ngay, hãy lọc và giữ mẫu ở nhiệt độ không quá 6 °C (43 °F) trong tối đa 48 giờ.
- Trước khi phân tích, để mẫu về nhiệt độ phòng.

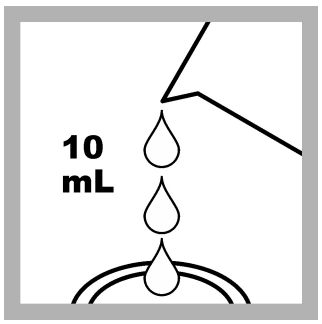
Quy trình kiểm tra



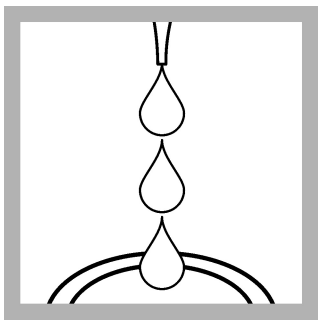
1. Khởi động chương trình **480 P React. Mo**. Để biết thông tin về ống nghiệm, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy tham khảo Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.



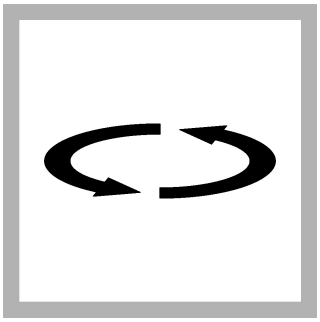
2. **Chuẩn bị mẫu trắng:** Cho 10 mL nước đã khử ion vào một ống nghiệm mẫu.



3. **Chuẩn bị mẫu thử:** Đổ 10 mL mẫu cần thử vào một ống nghiệm mẫu khác.



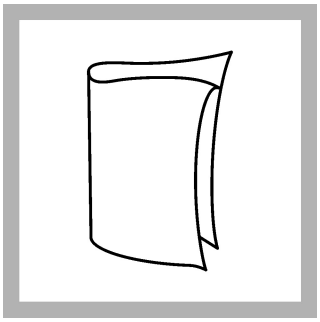
4. Thêm 0,5 mL thuốc thử Molybdovanadate vào mỗi ống nghiệm.



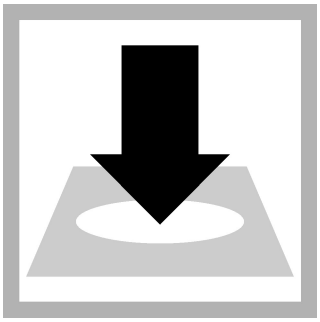
5. Khuấy đều để trộn.



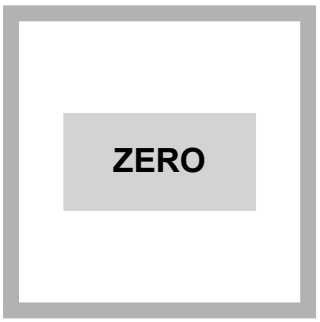
6. Khởi động bộ hẹn giờ trên thiết bị. Thời gian phản ứng 7 phút bắt đầu.
Nếu nồng độ mẫu vượt quá 30 mg/L PO_4^{3-}, đọc kết quả đúng 7 phút hoặc pha loãng mẫu theo tỉ lệ 1:1 rồi thực hiện lại thử nghiệm.



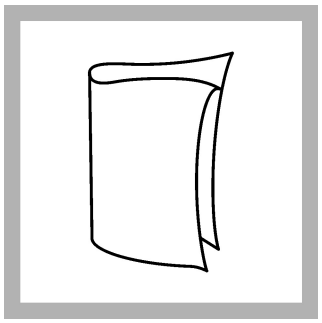
7. Khi hết thời gian, làm sạch ống mẫu trắng.



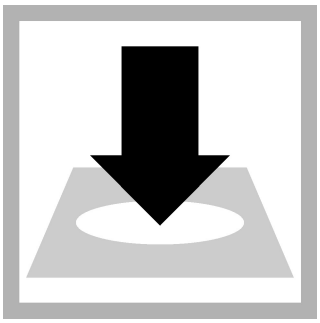
8. Đặt ống mẫu trắng vào khay giữ.



9. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị 0.0 mg/L PO_4^{3-}.



10. Làm sạch ống mẫu đã chuẩn bị.



11. Đặt ống mẫu đã chuẩn bị vào khay giữ.



12. Nhấn **READ**. Kết quả hiển thị dưới dạng mg/L PO_{43-}.

Nhiễu

Bảng 2 liệt kê các yếu tố gây nhiễu và mức độ ảnh hưởng. Bảng 3 trình bày các chất không gây nhiễu ở mức nêu trên hoặc thấp hơn.

Bảng 2 Các chất gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ nhiễu
Asenat	Gây nhiễu dương nếu mẫu còn ấm khi thêm thuốc thử. Có thể làm ấm nhẹ mẫu đến nhiệt độ phòng mà không ảnh hưởng đến kết quả.
Sắt (II)	Tạo màu xanh lam, gây nhiễu nếu vượt quá 100 mg/L
Molypdat	Gây nhiễu âm khi nồng độ trên 1000 mg/L
Silic	Gây nhiễu dương nếu mẫu còn ấm khi thêm thuốc thử. Có thể hâm nhẹ mẫu đến nhiệt độ phòng mà không gây ảnh hưởng.
Sulfua	Gây nhiễu âm. Khắc phục bằng cách: **1.** Đong 50 mL mẫu vào bình tam giác Erlenmeyer. **2.** Nhỏ từ từ nước Brom, khuấy đều cho đến khi màu vàng cố định xuất hiện. **3.** Nhỏ dung dịch Phenol đến khi màu vàng vừa biến mất. Dùng mẫu này để thực hiện quy trình kiểm tra.
Mẫu có đệm mạnh hoặc pH mẫu quá cao/thấp	Có thể làm thuốc thử không điều chỉnh được pH mẫu chính xác. Có thể cần xử lý mẫu trước. pH nên ở khoảng 7.

Bảng 2 Các chất gây nhiễu (tiếp theo)

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Florua, thorium, bismuth, thiosulfat hoặc thiocyanat	Nhiễu âm
Nhiệt độ	Nhiệt độ dưới 20 °C (68 °F) sẽ gây nhiễu âm. Khi nhiệt độ trên 25 °C (77 °F) sẽ gây nhiễu dương. Có thể làm ấm nhẹ mẫu đến nhiệt độ phòng mà không gây nhiễu.

Bảng 3 Các chất không gây nhiễu ở nồng độ dưới 1000 mg/L

Pyrophosphate	Tetraborate	Selenate	Benzoate
Citrate	Oxalate	Lactate	Tartrate
Formate	Salicylate	Al^{3+}	Fe^{3+}
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^{4+}	Zr^{4+}	AsO_3^{-}
Br^{-}	CO_3^{2-}	ClO_4^{-}	CN^{-}
IO_3^{-}	SiO_4^{4-}	—	—

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp bổ sung chuẩn (mẫu có tăng chuẩn)

Sử dụng phương pháp bổ sung chuẩn (áp dụng cho các thiết bị phù hợp) để kiểm chứng quy trình thử nghiệm, hóa chất và thiết bị, đồng thời xác định có sự giao thoa trong mẫu hay không.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn Phosphate, 500 mg/L PO43– ampoule
- Dụng cụ mở ampoule
- Pipet TenSette®, dải đo 0,1–1,0 mL và đầu pipet
- Ống trộn, 25 mL (3 ống)

1. Thực hiện thao tác đo nồng độ mẫu bằng quy trình thử nghiệm, sau đó giữ lại mẫu gốc (chưa tăng chuẩn) trong thiết bị.
2. Vào mục Bổ sung chuẩn trong menu thiết bị.
3. Chọn các giá trị cho nồng độ chuẩn, thể tích mẫu và lượng tăng chuẩn.
4. Mở ống dung dịch chuẩn.
5. Chuẩn bị ba mẫu tăng chuẩn: dùng pipet TenSette thêm lần lượt 0,1 mL, 0,2 mL và 0,3 mL dung dịch chuẩn vào ba phần mẫu tươi, mỗi phần 25 mL. Trộn đều.
6. Sử dụng quy trình thử nghiệm để đo nồng độ các mẫu đã tăng chuẩn. Bắt đầu với mẫu có lượng tăng chuẩn nhỏ nhất. Đo từng mẫu tăng chuẩn trên thiết bị.
7. Chọn **Đồ thị** để so sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế.

Lưu ý: *Nếu kết quả thực tế khác biệt nhiều so với dự kiến, hãy kiểm tra lại thể tích mẫu và lượng tăng chuẩn đã đo chính xác chưa. Các giá trị này phải khớp với lựa chọn trong menu bổ sung chuẩn. Nếu kết quả nằm ngoài giới hạn cho phép, mẫu thử có thể đã bị ảnh hưởng giao thoa.*

Phương pháp sử dụng dung dịch chuẩn

Áp dụng phương pháp dung dịch chuẩn để kiểm tra quy trình thử nghiệm, hóa chất và thiết bị.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn Phosphate 10 mg/L
  1. Sử dụng quy trình thử nghiệm để xác định nồng độ dung dịch chuẩn.
  2. Đối chiếu kết quả mong đợi với kết quả thực tế.

Lưu ý: *Có thể tinh chỉnh hiệu chuẩn gốc bằng chức năng điều chỉnh hiệu chuẩn chuẩn để thiết bị hiển thị giá trị mong đợi của dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn đã điều chỉnh sẽ được áp dụng cho tất cả kết quả thử nghiệm. Việc điều chỉnh này giúp tăng độ chính xác khi hóa chất hoặc thiết bị có sai số nhỏ.*

Hiệu suất phương pháp

Thông tin về hiệu suất phương pháp dưới đây được lấy từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm sử dụng máy đo quang phổ trong điều kiện lý tưởng. Kết quả có thể khác nhau tùy thuộc vào điều kiện thử nghiệm của người dùng.

Chương trình	Tiêu Chuẩn	Độ chính xác (Khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Sự thay đổi nồng độ trên mỗi 0.010 Abs
480	30,0 mg/L PO_4^{3-}	29,6–30,4 mg/L PO_4^{3-}	0,3 mg/L PO_4^{3-}

Tóm tắt phương pháp

Ở phương pháp molybdovanadate, orthophosphate phản ứng với molybdate trong môi trường axit để tạo thành phức hợp phosphate/molybdate. Khi có vanadium, axit molybdovanadophosphoric màu vàng xuất hiện. Độ đậm của màu vàng tỷ lệ thuận với nồng độ phosphate. Bước sóng đo là 430 nm cho máy quang phổ hoặc 420 nm cho máy so màu.

Vật tư tiêu hao và thiết bị thay thế

Lưu ý: *Mã sản phẩm và mã bài viết có thể khác nhau tùy theo khu vực bán hàng. Vui lòng liên hệ nhà phân phối phù hợp hoặc truy cập trang web công ty để biết thông tin liên hệ.*

Thuốc thử cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch thuốc thử molybdovanadate	1,0 mL	100 mL MDB	2076032
Nước khử ion	tùy theo nhu cầu	4 L	27256

Tiêu chuẩn và dụng cụ khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dụng cụ bẻ ống mẫu, Ống Voluette 10 mL®	cái	2196800
Dung dịch chuẩn photphat, 10 mg/L dưới dạng PO_4^{3-}	946 mL	1420416
Dung dịch chuẩn Phosphate, ampoule 10 mL, 500 mg/L dưới dạng PO_4^{3-}	16 cái/hộp	1424210
Dung dịch chuẩn nước thải đầu vào, đa chỉ tiêu, dùng cho NH_3-N, NO_3-N, PO_4^{3-}, COD, SO_4^{2-}, TOC	500 mL	2833149

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Chai lấy mẫu, nắp đậy, nhựa polyethylene mật độ thấp, 250 mL	12 cái/hộp	2087076
Nước Brom, 30 g/L	29 mL	221120
Xilanh trộn, chia vạch, 25 mL	cái	2088640

Các hóa chất và thiết bị tùy chọn (tiếp theo)

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch axit clohidric, 6.0 N (1:1)	500 mL	88449
Giấy thử pH, dải 0–14	100 giấy/túi	2601300
Dung dịch phenol, 30 g/L	29 mL	211220
Dung dịch chuẩn phosphate, 3 mg/L tính theo PO_4^{3-}	946 mL	2059716
Dung dịch chuẩn Phosphate, nồng độ 15 mg/L dạng PO_4^{3-}	100 mL	1424342
Dung dịch chuẩn Phosphate, nồng độ 30 mg/L dạng PO_4^{3-}	946 mL	1436716
Dung dịch chuẩn Phosphate, nồng độ 50 mg/L, ống Voluette 10 mL® Ampules	16 cái/gói	17110
Dung dịch chuẩn Phosphate, nồng độ 100 mg/L dạng PO_4^{3-}	100 mL	1436832
Dung dịch chuẩn Phosphate, nồng độ 500 mg/L dạng PO_4^{3-}	100 mL	1424232
Ống hút mẫu TenSette®, 0,1–1,0 mL	cái	1970001
Pipet TenSette®, 1,0–10,0 mL	cái	1970010
Đầu tip cho pipet TenSette® , 0,1–1,0 mL	50 cái/bao	2185696
Đầu tip cho pipet TenSette® , 0,1–1,0 mL	1000 cái/bao	2185628
Nhiệt kế không thủy ngân, –10 đến +225 °C	cái	2635700

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING: In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224** Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.** On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014, 2019. All rights reserved.

08/2019, Edition 10