Phốt pho, dạng phản ứng (Orthophosphate) và tổng

Ascorbic Acid Method

Phương pháp 10209/10210

1,5 đến 15,0 mg/L PO_4^{3-} hoặc 0,5 đến 5,0 mg/L PO_4^{3-}—P (HR)

TNTplus 844

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho nước thải, nước uống, nước nồi hơi, nước mặt và phân tích quy trình.

Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin thiết bị cụ thể

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình thực hiện thử nghiệm này. Bảng cũng cho biết yêu cầu về bộ chuyển đổi và tấm chắn sáng cho các thiết bị sử dụng ống TNTplus.

Để sử dụng bảng, hãy chọn thiết bị và đọc ngang để xác định thông tin phù hợp cho thử nghiệm này.

Bảng 1 Thông tin thiết bị cụ thể cho ống TNTplus

Thiết bị	Bộ chuyển đổi	Tấm chắn sáng
DR6000, DR5000	—	—
DR3900	—	LZV849
DR3800, DR2800	—	LZV646
DR1900	9609900 hoặc 9609800 (A)	—

Trước khi bắt đầu

DR3900, DR3800, DR2800: Hãy lắp tấm chắn sáng vào Khoang ô số 2 trước khi tiến hành thử nghiệm này.

Kiểm tra thông tin an toàn và hạn sử dụng trên bao bì.

pH mẫu khuyến nghị là từ 6 đến 8.

Nhiệt độ lý tưởng cho mẫu và hóa chất là 15–25 °C (59–77 °F).

Kết quả có thể sai lệch nếu mẫu hoặc hóa chất không ở nhiệt độ được khuyến nghị.

Bảo quản hóa chất ở nhiệt độ 15–25 °C (59–77 °F) là tốt nhất.

Các hóa chất sử dụng trong thử nghiệm này chứa molypden và có tính ăn mòn. Hãy thu gom mẫu đã phản ứng để xử lý đúng cách.

Sử dụng bộ phản ứng DRB với các giếng 13 mm để phân hủy mẫu. Nếu thiết bị có giếng 16 mm, hãy lắp thêm ống chuyển đổi vào.

Đối với DR1900: Vào All Programs>LCK hoặc TNTplus Methods>Options để chọn số TNTplus cho phép đo. Các thiết bị khác sẽ nhận diện phương pháp tự động qua mã vạch trên ống thử.

LƯU Ý—Thông tin quan trọng để đánh giá kết quả!

Không thủy phân, chỉ đo được orthophosphate (dạng hòa tan). Kết quả phép đo orthophosphate có thể thể hiện dưới các đơn vị: mg/L PO4-P (ví dụ: phân tích quy trình), mg/L PO4 (ví dụ: nước uống hoặc nước nồi hơi), mg/L P2O5 (ví dụ: đất).

Có thủy phân, toàn bộ phospho (Tổng-P, Ptotal) sẽ được đo. Kết quả đo tổng phospho có thể thể hiện dưới các đơn vị: mg/L Ptot = Hiển thị mg/L PO4-P (ví dụ: theo dõi giá trị ngưỡng trong nước thải), mg/L PO4 (ví dụ: nước uống hoặc nước nồi hơi), mg/L P2O5 (ví dụ: đất).

Đảo ngược ống thử sau khi thủy phân giúp kết quả đo đáng tin cậy hơn.

Xác định orthophosphate: Lọc mẫu trước khi phân tích.

Hãy xem kỹ Bảng Dữ Liệu An Toàn Hóa Chất (MSDS/SDS) của các hóa chất sử dụng. Sử dụng đầy đủ trang bị bảo hộ cá nhân được khuyến nghị.

Xử lý dung dịch đã phản ứng theo đúng quy định của địa phương, tiểu 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 bộ phận môi trường, an toàn và sức khỏe tại cơ sở của bạn hoặc các cơ quan quản lý địa phương để được hướng dẫn chi tiết hơn về việc xử lý.

Các vật dụng cần chuẩn bị

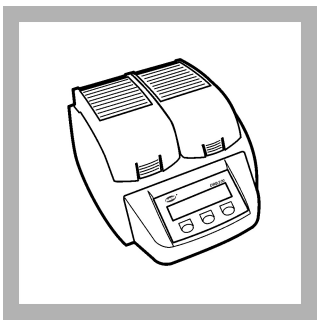
Mô tả	Số lượng
Bộ thuốc thử Phốt pho, Phản ứng và Tổng số HR TNTplus	1
Thiết bị phản ứng DRB200 với giếng 13 mm	1
Ống hút điều chỉnh được thể tích, 0,1–1,0 mL	1
Đầu ống hút dùng cho ống hút 0,1–1,0 mL	1
Giá để ống nghiệm	1

Xem Vật tư tiêu hao và phụ kiện thay thế ở trang 7 để biết thông tin đặt hàng.

Thu thập và bảo quản mẫu

- Lấy mẫu vào chai thủy tinh hoặc nhựa sạch đã được rửa bằng axit hydrochloric 6 N (1:1) và tráng lại bằng nước khử ion.
- Phân tích mẫu càng sớm càng tốt để có kết quả chính xác nhất.
- Tránh dùng chất tẩy rửa có chứa phosphate để làm sạch chai chứa mẫu, vì phosphate trong chất tẩy sẽ làm nhiễm mẫu.
- Để bảo quản mẫu cho phân tích sau này, điều chỉnh pH mẫu về 2 hoặc thấp hơn bằng axit sulfuric đặc (khoảng 2 mL mỗi lít). Không cần axit hóa mẫu khi chỉ phân tích phospho phản ứng. Nếu phân tích ngay thì không cần thêm axit.
- Bảo quản mẫu đã xử lý ở nhiệt độ tối đa 6 °C (43 °F) trong 28 ngày (chỉ phospho phản ứng: 48 giờ).
- Để mẫu về nhiệt độ phòng trước khi phân tích.
- Trước khi phân tích, điều chỉnh pH về 7 bằng dung dịch natri hydroxide 5 N.
- Hiệu chỉnh kết quả thử nghiệm cho phù hợp với sự pha loãng do lượng dung dịch thêm vào.

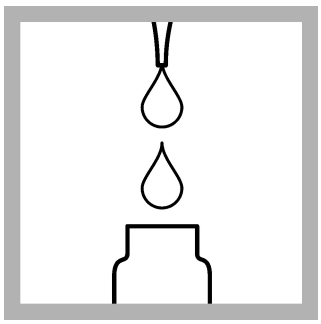
Quy trình thử nghiệm—phospho tổng



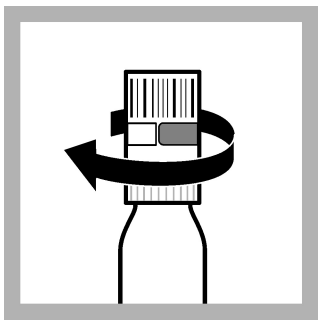
1. Bật nguồn thiết bị phản ứng DRB200. Cài đặt nhiệt độ ở mức 100 °C (212 °F) hoặc 120 °C (248 °F).



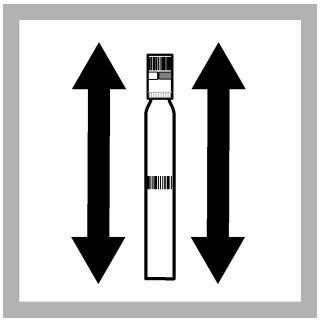
2. Hãy cẩn thận tháo nắp DosiCap™ Zip ra. Sau đó mở nắp ống nghiệm.



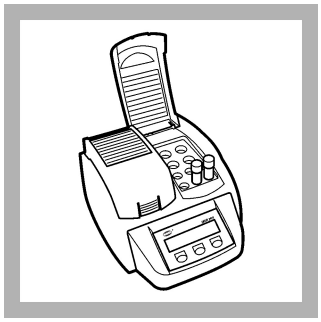
3. Sử dụng pipet để lấy 0,5 mL mẫu cho vào ống nghiệm.



4. Lật ngược DosiCap Zip để mặt chứa hóa chất tiếp xúc với ống nghiệm. Siết chặt nắp lại.



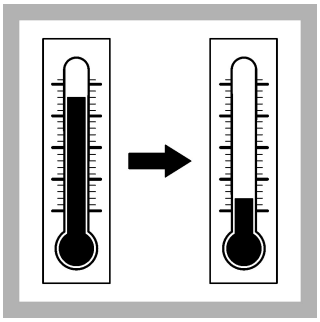
5. Lắc nhẹ ống nghiệm 2–3 lần để hòa tan hóa chất trong nắp.
Quan sát qua đầu mở của DosiCap để đảm bảo hóa chất đã tan hết.



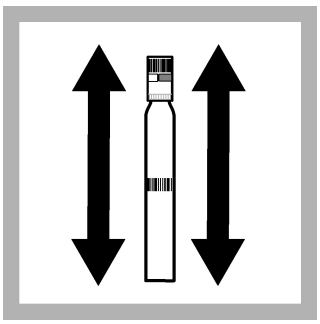
6. Đặt ống nghiệm vào lò phản ứng DRB200 đã làm nóng trước. Đóng nắp lại.



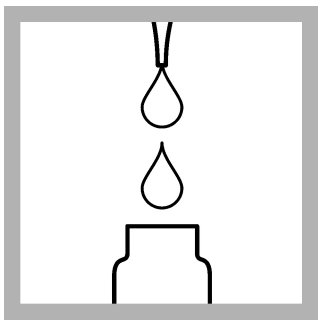
7. Giữ ống nghiệm trong lò phản ứng trong 1 giờ ở 100 °C (212 °F) hoặc 30 phút ở 120 °C (248 °F).



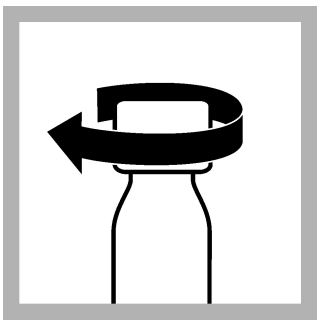
8. Khi hết thời gian, hãy cẩn thận lấy ống nghiệm ra khỏi máy phản ứng. Đặt ống nghiệm vào giá đựng. Đợi cho đến khi nhiệt độ của ống nghiệm giảm xuống nhiệt độ phòng.



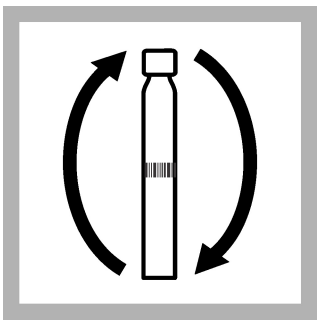
9. Lắc ống nghiệm 2–3 lần.



10. Sử dụng pipet để thêm 0,2 mL Dung dịch B vào ống nghiệm thử. Ngay sau đó, vặn chặt nắp của lọ Dung dịch B.



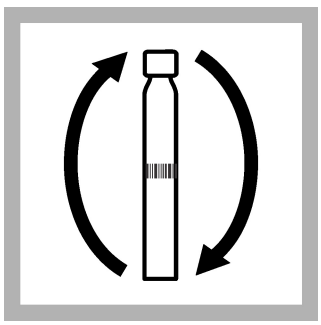
11. Đậy DosiCap C màu xám lên ống nghiệm.



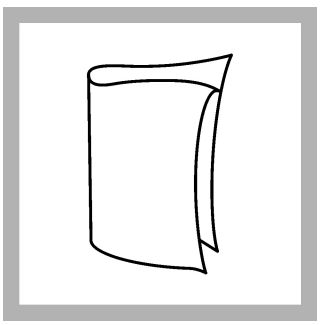
12. Đóng chặt nắp ống nghiệm và lật ngược ống 2–3 lần.



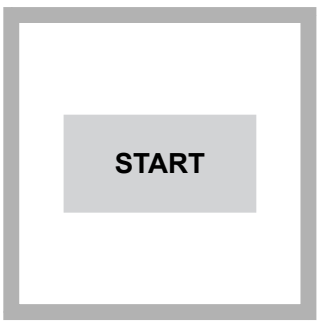
13. Bắt đầu thời gian phản ứng trong 10 phút.



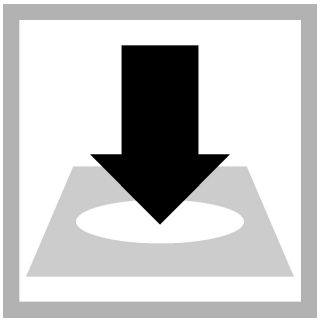
14. Khi hết giờ, lắc ngược lọ 2–3 lần.



15. Làm sạch lọ.

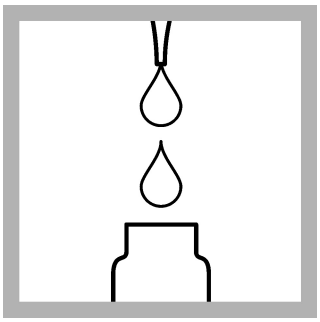


16. Chỉ dành cho DR1900: Chọn chương trình 844. Xem mục Trước khi bắt đầu ở trang 1.

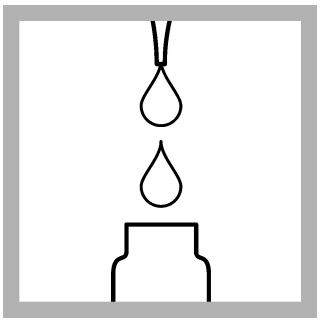


17. Đặt ống nghiệm vào giá đỡ. Chỉ dành cho DR1900: Nhấn **READ**. Kết quả hiển thị theo đơn vị mg/L

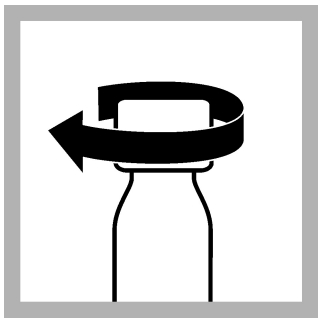
Quy trình thử nghiệm—phốt pho phản ứng



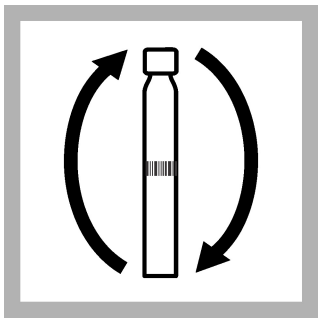
1. Dùng pipet lấy 0,5 mL mẫu cho vào ống nghiệm.



2. Dùng pipet lấy 0,2 mL Dung dịch B cho vào ống nghiệm. Ngay lập tức vặn chặt nắp chai Dung dịch B.



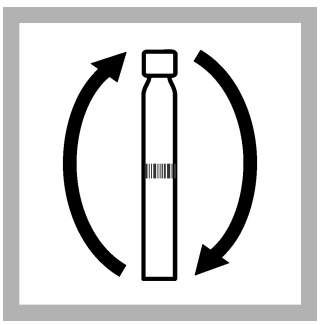
3. Đậy nắp DosiCap C màu xám lên ống nghiệm.



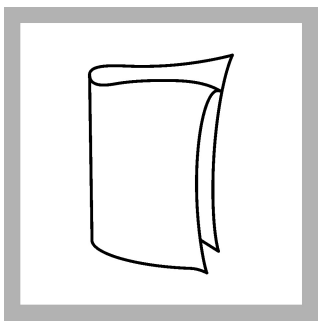
4. Vặn chặt nắp ống nghiệm rồi lắc đảo 2–3 lần.



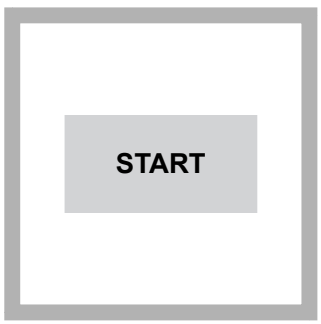
5. Bắt đầu đếm thời gian phản ứng trong 10 phút.



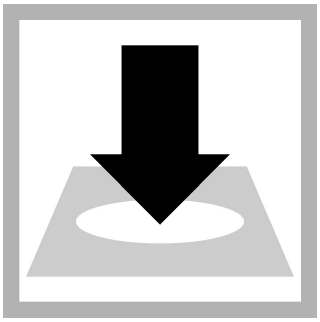
6. Khi hết thời gian, lắc đảo ống nghiệm 2–3 lần.



7. Làm sạch ống nghiệm.



8. Chỉ dành cho DR1900: Chọn chương trình 844. Xem Trước khi bắt đầu ở trang 1.



9. Đặt ống nghiệm vào giá giữ. Chỉ với DR1900: Nhấn **READ**.
Kết quả hiển thị bằng mg/L PO_4^{3-}.

Hiệu chỉnh mẫu trắng thuốc thử

Để đạt kết quả tối ưu, hãy đo giá trị mẫu trắng thuốc thử cho mỗi lô thuốc thử mới. Thay mẫu thử bằng nước khử ion trong quy trình kiểm tra để xác định giá trị mẫu trắng. Tùy chọn điều chỉnh mẫu trắng sẽ tự động trừ giá trị mẫu trắng khỏi kết quả mẫu thử. Đo lại giá trị mẫu trắng mỗi khi sử dụng lô thuốc thử mới.

1. Sử dụng nước khử ion làm mẫu thử trong quy trình kiểm tra để đo giá trị mẫu trắng thuốc thử.
2. Bật chức năng mẫu trắng thuốc thử. Giá trị mẫu trắng đo được sẽ hiển thị.
3. Xác nhận giá trị mẫu trắng. Giá trị này sẽ được trừ khỏi tất cả kết quả cho đến khi chức năng mẫu trắng bị tắt hoặc bạn chọn phương pháp khác. ***Lưu ý:*** *Ngoài ra, bạn có thể ghi lại hoặc nhập giá trị mẫu trắng vào thời điểm khác. Nhấn vào ô mẫu trắng được tô sáng và dùng bàn phím để nhập giá trị.*

Mẫu trắng mẫu thử

Các mẫu có màu hoặc độ đục có thể làm kết quả cao hơn thực tế. Nếu mẫu không màu hoặc không đục thì không cần dùng mẫu trắng. Quá trình phân hủy trong phương pháp xác định tổng photphat thường loại bỏ hết màu và độ đục. Không cần mẫu trắng cho trường hợp này. Nếu cần điều chỉnh cho màu hoặc độ đục trong phương pháp xác định photphat hoạt động, hãy làm theo các bước sau để xác định mẫu trắng.

1. Tiến hành quy trình kiểm tra nhưng không thêm DosiCap C.

2. Đậy nắp lọ, nhưng không bóc lớp giấy bạc. Hãy sử dụng mặt nắp không chứa hóa chất.

3. Lấy giá trị ở bước cuối cùng trừ đi giá trị mẫu ban đầu để xác định nồng độ mẫu đã hiệu chỉnh.
Lưu ý: *Ngoài ra, các mẫu chỉ có độ đục có thể lọc qua màng lọc rồi tiến hành phân tích.*

Nhiễu

Bảng 2 cho thấy các ion đã được kiểm tra riêng lẻ ở các nồng độ nhất định và không gây nhiễu. Không phát hiện ảnh hưởng cộng dồn hoặc tác động từ các ion khác. Hãy xác minh kết quả đo bằng cách pha loãng mẫu hoặc thêm chuẩn.

Bảng 2 Chất gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức gây nhiễu
SO_4^{2-}	20 g/L
Cl^-	10 g/L
K^+, Na^+	4000 mg/L

Bảng 2 Các chất gây nhiễu (tiếp tục)

Chất gây nhiễu	Mức độ nhiễu
Ca^{2+}	1000 mg/L
NO_3^-	500 mg/L
Mg^{2+}	400 mg/L
Co^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+}, Zn^{2+} ,Cu^{2+} , Ni^{2+} , NO_2^-, Cd^{2+} , NH_4^+, Mn^{2+} , Al^{3+}, CO_3^{2-}	200 mg/L
I^-	100 mg/L
SiO_2	50 mg/L
Hg^{2+}	40 mg/L
Pb^{2+}	20 mg/L
Ag^+, Sn^{4+}	10 mg/L
Cr^{3+}	5 mg/L
Cr^{6+}	1 mg/L

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp dung dịch tiêu chuẩn

Sử dụng phương pháp dung dịch tiêu chuẩn để xác minh quy trình thử nghiệm, các hóa chất và thiết bị.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch tiêu chuẩn phosphate, 10 mg/L PO43– hoặc Dung dịch tiêu chuẩn nước thải đầu vào 3–), Dung dịch hỗn hợp thông số (chứa 10 mg/L PO4
  1. Tiến hành đo nồng độ dung dịch tiêu chuẩn theo quy trình thử nghiệm.
  2. So sánh kết quả mong đợi với kết quả thực tế.

Hiệu suất phương pháp

Dữ liệu về hiệu suất phương pháp dưới đây được lấy từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm sử dụng máy quang phổ trong điều kiện lý tưởng. Kết quả thực tế có thể khác nhau tùy thuộc vào điều kiện kiểm tra.

Chương trình	Tiêu chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Sự thay đổi nồng độ theo mỗi 0.010 đơn vị hấp thụ
mã vạch	10,0 mg/L PO_4^{3-}	9,5–10,5 mg/L PO_4^{3-}	—

Tóm tắt phương pháp

Các hợp chất phosphate trong dạng hữu cơ và vô cơ kết tụ (meta-, pyro- hoặc polyphosphate khác) được chuyển đổi thành orthophosphate có khả năng phản ứng bằng quy trình xác định tổng photpho. Mẫu được xử lý bằng axit và nhiệt để thủy phân các dạng vô cơ kết tụ. Phosphate hữu cơ cũng được chuyển thành orthophosphate bằng cách đun với axit và persulfate trong quy trình tổng photpho. Quy trình xác định photpho phản ứng chỉ đo lường photpho (ortho) có khả năng phản ứng trong mẫu. Các ion orthophosphate phản ứng với molybdate và antimony trong môi trường axit để tạo thành phức antimonyl phosphomolybdate, sau đó được khử bởi acid ascorbic thành màu xanh phosphomolybdenum. Bước sóng đo là 880 nm (DR 1900: 714 nm).

Vật tư tiêu hao và linh kiện thay thế

Thuốc thử cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bộ thuốc thử Phốt pho, dạng hoạt động và tổng số HR TNTplus	1	25 cái/bộ	TNT844

Thiết bị cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Lò phản ứng DRB200, tùy chọn 115 VAC, 9 x 13 mm + 2 x 20 mm, 1 khối	1	cái	DRB200-01
Lò phản ứng DRB200, tùy chọn 230 VAC, 9 x 13 mm + 2 x 20 mm, 1 khối	1	cái	DRB200-05
Ống hút điều chỉnh thể tích, 0.1–1.0 mL	1	cái	BBP078
Đầu pipet dùng cho pipet thể tích 0,1–1,0 mL	2	100 cái/gói	BBP079
Giá để ống nghiệm	1	cái	1864100
Tấm che sáng cho DR3800, DR2800, DR2700	1	cái	LZV646
Tấm che sáng cho DR3900	1	cái	LZV849

Tiêu chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch chuẩn Phosphat, 10 mg/L dạng PO_4^{3-}	946 mL	1420416
Dung dịch chuẩn nước thải đầu vào, đa thông số, 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
Màng lọc, 0,45 micron, đường kính 25 mm	100 cái/gói	2514101
Bình định mức loại A, thủy tinh 1000 mL	cái	1457453
Dung dịch acid hydrochloric, 6.0 N (1:1)	500 mL	88449
Ống chuyển đổi cho reactor, đường kính 16 mm sang 13 mm, dùng cho ống nghiệm TNTplus	5 cái/gói	2895805
Chai lấy mẫu có nắp, nhựa polyethylene mật độ thấp, 500 mL	12 cái/gói	2087079
Dung dịch chuẩn Natri Hydroxide, 5.0 N	100 mL MDB	245032
Axit sulfuric đậm đặc, tiêu chuẩn ACS	500 mL	97949

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, 2007, 2010, 2012, 2014, 2016, 2021–2024. All rights reserved. 11/2024, Edition 14