

PhosVer 3 with Persulfate UV Oxidation¹

Phương pháp 8007

Nhiều dải đo từ 0,02 đến 125 mg/L PO₄³⁻

Gói bột thử

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho nước nổi hơi, nước làm mát, nước thải và nước biển.

¹ Chuyển thể từ Blystone, P., Larson, P., Phương pháp nhanh phân tích hợp chất phosphate, Hội nghị Quốc tế về Nước, Pittsburgh, PA. (26-28 tháng 10, 1981)



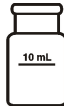
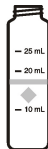
Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin về thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình cho kiểm tra này. Bảng cũng cho biết các yêu cầu về ống mẫu và hướng đặt cho các bài kiểm tra thêm hóa chất, như gói bột thử hoặc hóa chất rời.

Để sử dụng bảng, hãy chọn thiết bị rồi đọc ngang để tìm thông tin phù hợp cho bài kiểm tra này.

Bảng 1 Thông tin về thiết bị

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

Chuẩn bị trước khi bắt đầu

Gắn nắp máy đo lên khay giữ ống mẫu DR900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ.

Vệ sinh toàn bộ dụng cụ thủy tinh bằng axit clohydric 6,0 N (1:1), sau đó rửa lại thật kỹ bằng nước khử ion để loại bỏ tạp chất.

Không sử dụng chất tẩy rửa có chứa photphat để làm sạch dụng cụ thủy tinh. Photphat trong chất tẩy rửa có thể làm nhiễm mẫu.

Đeo kính bảo hộ UV khi đèn UV đang hoạt động.

Không chạm tay trực tiếp lên bề mặt đèn UV. Vết vân tay có thể làm hỏng bề mặt thủy tinh. Sau mỗi lần sử dụng, rửa đèn và lau sạch bằng khăn mềm, sạch.

Quá trình phân hủy UV trong phương pháp này thường hoàn thành trong vòng chưa đầy 10 phút. Tuy nhiên, mẫu có hàm lượng hữu cơ cao hoặc đèn yếu có thể khiến chuyển hóa photphat không triệt để. Để kiểm tra hiệu quả, hãy kéo dài thời gian xử lý và đảm bảo kết quả đo không tăng lên.

Xem lại Bảng Dữ liệu An toàn Hóa chất (MSDS/SDS) cho các hóa chất sử dụng. Sử dụng đầy đủ trang thiết bị bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.

Xử lý các 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 dư thừa. Nếu cần thêm thông tin, liên hệ với bộ phận an toàn, sức khỏe môi trường tại cơ sở hoặc cơ quan quản lý địa phương.

Những vật dụng cần chuẩn bị

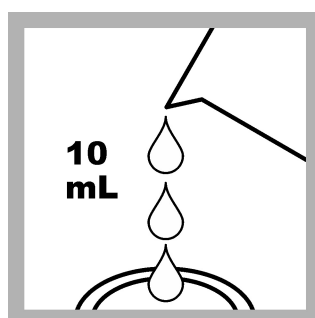
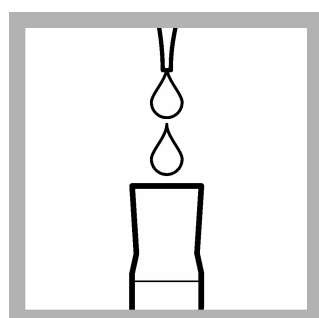
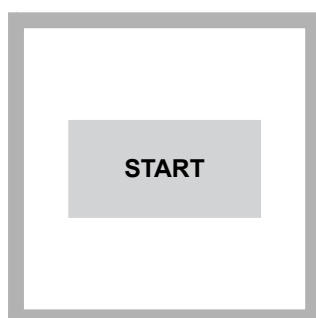
Mô tả	Số lượng
Chai vuông có vạch 25 mL	1
Xy lanh chia vạch, dùng để trộn, 50 mL	1
Kính bảo hộ UV	1
Bơm pipet định lượng, 10 mL	1
PhosVer® 3 Gói bột thuốc thử phosphate, 10 mL	2
Gói bột persulfat kali dùng cho phosphonate	1
Bóng cao su bơm pipet an toàn	1
Ống đựng mẫu (Để biết thêm thông tin về ống đựng mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy xem Thông tin thiết bị cụ thể trang 1.)	2
Nước đã khử ion	thay đổi
Đèn UV kèm bộ nguồn	1

Tham khảo Vật tư tiêu hao và linh kiện thay thế trang 7 để biết thông tin đặt hàng.

Thu thập và bảo quản mẫu

- Lấy mẫu vào chai thủy tinh hoặc nhựa đã được rửa sạch bằng axit clohydric 6 N (50%) và tráng lại bằng nước khử ion.
- Không sử dụng chất tẩy rửa thương mại để vệ sinh chai mẫu vì photphat trong chất tẩy sẽ làm nhiễm bản mẫu.
- Để bảo quản mẫu phân tích sau, điều chỉnh pH mẫu xuống dưới 2 bằng axit sunfuric đậm đặc (khoảng 2 mL/lít). Nếu phân tích ngay thì không cần thêm axit.
- Bảo quản mẫu ở nhiệt độ tối đa 6 °C (43 °F) không quá 24 giờ.
- Trước khi phân tích, để mẫu về nhiệt độ phòng.
- Điều chỉnh pH về 7 bằng dung dịch natri hydroxit 5 N trước khi phân tích.
- Hiệu chỉnh kết quả kiểm tra theo mức pha loãng do thêm thể tích.

Quy trình sử dụng túi bột với chiếu UV

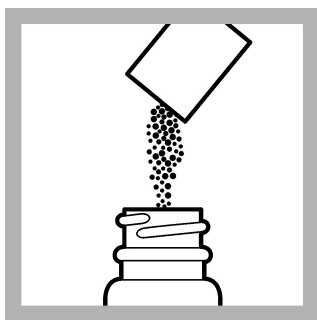


1. Khởi động chương trình **501 Phosphonates**. Để biết thông tin về ống chứa mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, xem Thông tin cụ thể về thiết bị ở trang 1.

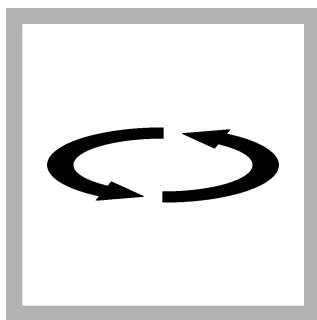
2. Chọn dung tích mẫu từ Bảng 2 ở trang 4. Dùng pipet lấy đúng thể tích mẫu vào ống chia vạch 50 mL. Nếu cần, pha loãng mẫu với nước khử ion đến 50 mL và lắc đều.

3. **Chuẩn bị mẫu trắng:** Rót mẫu đã pha loãng từ bước 2 vào ống nghiệm đến vạch 10 mL.

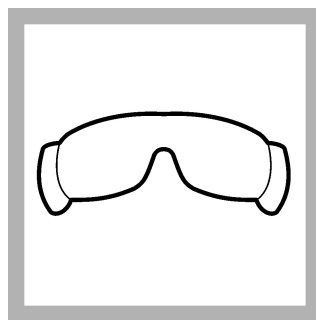
4. **Chuẩn bị mẫu đã xử lý:** Rót mẫu đã pha loãng từ bước 2 vào chai trộn đến vạch **25 mL**.



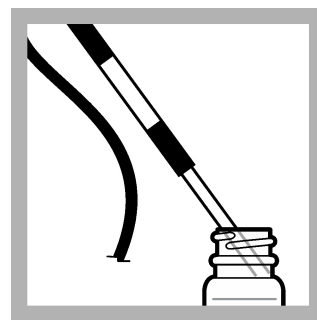
5. Thêm toàn bộ một gói bột Potassium Persulfate dành cho Phosphonate vào mẫu 25 mL.



6. Lắc đều để hòa tan.



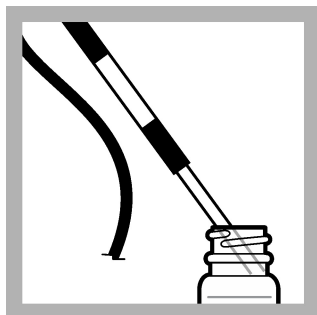
7. Đeo kính bảo hộ chống tia UV.



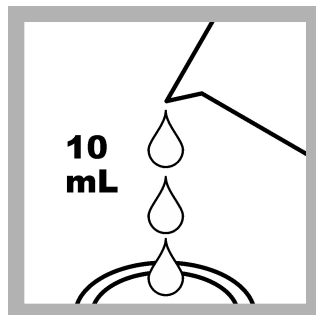
8. Đặt đèn tia cực tím vào trong chai trộn. Bật đèn UV lên.



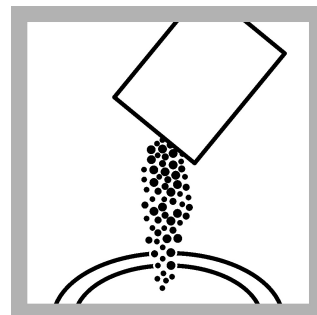
9. Khởi động bộ đếm thời gian trên thiết bị. Quá trình phản ứng kéo dài 10 phút sẽ bắt đầu. Trong bước này, phosphonate sẽ được chuyển hóa thành orthophosphate.



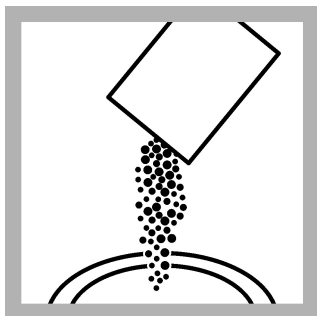
10. Khi hết thời gian, tắt đèn UV. Lấy đèn UV ra khỏi mẫu.



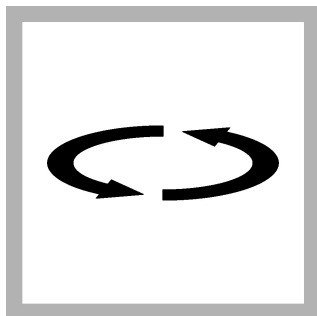
11. Chuẩn bị mẫu: Đổ mẫu đã xử lý vào ống mẫu thứ hai đến vạch 10 mL.



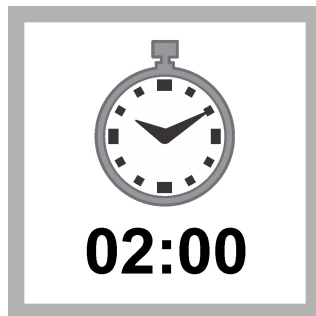
12. Thêm một gói bột PhosVer 3 vào ống mẫu trắng.



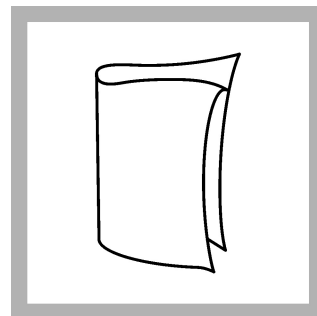
13. Thêm một gói bột PhosVer 3 Phosphate Reagent vào mẫu đã chuẩn bị.



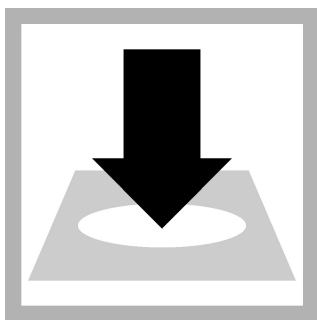
14. Lắc mạnh cả hai ống ngay lập tức để trộn đều trong 20–30 giây. Có thể vẫn còn một chút bột chưa tan hết. Màu xanh xuất hiện nếu có phosphate trong mẫu. Cả mẫu thử và mẫu trắng đều có thể đổi màu.



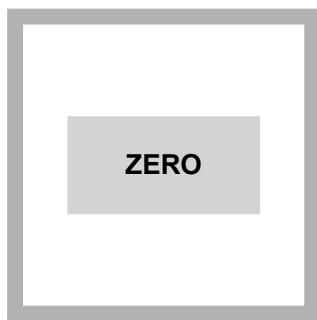
15. Bắt đầu hẹn giờ trên thiết bị. Quá trình phản ứng kéo dài 2 phút. Nếu nhiệt độ mẫu thử dưới 15 °C (59 °F), chờ 4 phút để màu phát triển.



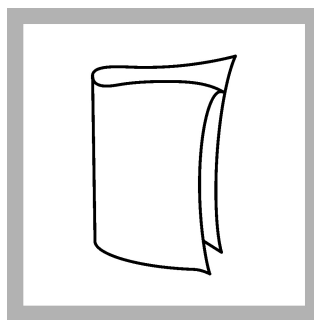
16. Khi hết thời gian, làm sạch ống mẫu trắng. Hoàn thành các bước còn lại trong quy trình này trong vòng 3 phút.



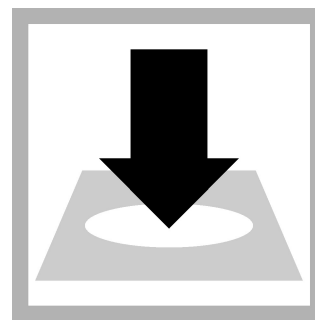
17. Đặt ống mẫu trắng vào giá đỡ.



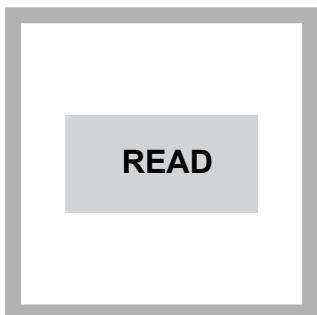
18. Nhấn **ZERO**. Màn hình sẽ hiển thị 0,00 mg/L PO_4^{3-} .



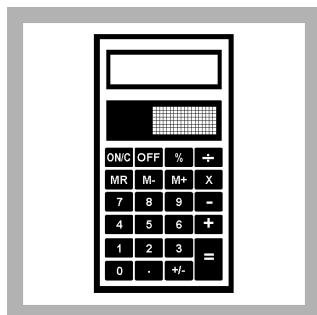
19. Làm sạch ống mẫu đã chuẩn bị.



20. Đặt ống mẫu đã chuẩn bị vào giá đỡ.



21. Nhấn **READ**. Kết quả sẽ hiển thị theo mg/L PO_4^{3-} .



22. Nhân kết quả với hệ số nhân tương ứng theo thể tích mẫu được chỉ định trong Bảng 2 trang 4 để xác định nồng độ phosphonat. Tham khảo Bảng 3 trang 5 để báo cáo kết quả dưới dạng hợp chất phosphonat.

Chọn thể tích mẫu và hệ số nhân phù hợp

Dựa vào nồng độ phosphonat dự kiến để chọn thể tích mẫu thích hợp (xem [Bảng 2](#)). Dùng hệ số nhân để điều chỉnh kết quả kiểm tra (tính theo mg/L PO_4^{3-}) tương ứng với thể tích mẫu đã sử dụng.

Bảng 2 Dải nồng độ phosphonat dự kiến và hệ số nhân

Dải nồng độ dự kiến (mg/L phosphonat)	Thể tích mẫu (mL)	Hệ số nhân
0–2,5	50	0,1
0–5	25	0,2
0–12,5	10	0,5
0–25	5	1
0–125	1	5

Chuyển hóa phosphate thành phosphonate

Để chuyển kết quả kiểm tra cuối cùng từ mg/L PO₄³⁻ sang phosphonate hoạt động, hãy nhân kết quả kiểm tra cuối cùng với hệ số PO₄ thích hợp trong [Bảng 3](#).

Bảng 3 Hệ số chuyển đổi theo loại phosphonate

Viết tắt	Tên hóa học	MW g/mol	P/mol	Hệ số PO ₄
DETPMPA	Diethylene triamine penta (axit methylene phosphonic)	573.2	5	1.207
EDTMPA	Ethylene diamine tetra (axit methylene phosphonic)	436.13	4	1.148
HEDPA	Axit hydroxyethylene diphosphonic	206.02	2	1.085
HMDTMPA	Hexamethylene diamine tetra (axit methylene phosphonic)	492.23	4	1.295
HPA	Axit hydroxyphosphonoacetic	156,03	1	1,64
NTP	Axit nitrilotrimethylphosphonic	299,05	3	1,05
PBTC	Axit phosphonobutan tricarboxylic	270,1	1	2,84

Các yếu tố gây nhiễu

Mức độ gây nhiễu giảm khi tăng thể tích mẫu. Ví dụ, đồng sẽ không gây nhiễu ở mức 100 mg/L hoặc thấp hơn với mẫu 5,00 mL. Nếu tăng thể tích mẫu lên 10 mL, đồng sẽ bắt đầu gây nhiễu khi vượt quá 50 mg/L.

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu (mẫu 5 mL)
Nhôm	100 mg/L
Asenat	Gây nhiễu ở mọi mức
Benzotriazole	10 mg/L
Bicarbonat	1000 mg/L
Bromua	100 mg/L
Canxi	5000 mg/L
CDTA	100 mg/L
Clorua	5000 mg/L
Crômat	100 mg/L
Đồng	100 mg/L
Xyanua	100 mg/L (Tăng thời gian phân hủy UV lên 30 phút.)
Diethanoldithiocarbamat	50 mg/L
EDTA	100 mg/L
Sắt	200 mg/L
Nitrat	200 mg/L
NTA	250 mg/L
Orthophosphat	15 mg/L
Phosphit và các hợp chất hữu cơ chứa phospho	Phản ứng định lượng. Metaphosphat và polyphosphat không gây nhiễu.
Silica	500 mg/L
Silicat	100 mg/L
Sulfat	2000 mg/L

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu (mẫu 5 mL)
Sunfua	Ảnh hưởng ở mọi mức độ
Sunfit	100 mg/L
Thiourea	10 mg/L
Mẫu có đậm mạnh hoặc pH mẫu cực đoan	Có thể làm cho việc điều chỉnh pH mẫu bằng hóa chất không chính xác. Có thể cần xử lý mẫu trước khi kiểm tra.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp phân hủy

Để xác minh toàn bộ quy trình có phân hủy, hãy chuẩn bị dung dịch có nồng độ xác định của hợp chất phosphonate. Dùng quy trình kiểm tra để đo nồng độ dung dịch này.

Phương pháp dung dịch chuẩn

Để kiểm tra phần đo màu (không phân hủy), dùng dung dịch chuẩn phosphate làm mẫu và nước khử ion làm mẫu trắng. Thêm trực tiếp hóa chất PhosVer 3 vào 10 mL dung dịch chuẩn phosphate cũng như mẫu trắng. Kết quả mong đợi là gấp 10 lần giá trị của dung dịch chuẩn do hệ số pha loãng tích hợp là 10 trong quá trình hiệu chuẩn.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn phosphate, 1 mg/L (kết quả mong đợi là 10 mg/L nếu dùng 10 mL)
 - Dùng quy trình kiểm tra để đo nồng độ dung dịch chuẩn.
 - So sánh kết quả mong đợi với kết quả thực tế.

Lưu ý: Có thể tinh chỉnh hiệu chuẩn tại nhà máy bằng tùy chọn điều chỉnh hiệu chuẩn tiêu chuẩn để thiết bị hiển thị đúng giá trị mong đợi của dung dịch chuẩn. Việc hiệu chỉnh này sẽ được áp dụng cho tất cả kết quả kiểm tra. Điều này giúp cải thiện độ chính xác khi các thuốc thử hoặc thiết bị có sự thay đổi nhỏ.

Hiệu suất phương pháp

Dữ liệu 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 có thể khác nhau tùy thuộc vào điều kiện kiểm tra thực tế.

Chương trình	Tiêu chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Thay đổi nồng độ trên mỗi thay đổi 0,010
501	2,00 mg/L PO ₄ ³⁻	1,97–2,03 mg/L PO ₄ ³⁻	Abs Xem Độ nhạy tại trang 6.

Độ nhạy

Độ nhạy phụ thuộc vào thể tích mẫu. Độ nhạy được biểu thị theo PO₄³⁻ trong Bảng 4. Nếu muốn biểu diễn theo một loại phosphonate cụ thể, vui lòng tham khảo Bảng 3 trang 5.

Bảng 4 Độ nhạy theo thể tích mẫu

Khoảng (mg/L phosphonate)	Thể tích mẫu (mL)	Thay đổi nồng độ trên mỗi thay đổi 0,010 Abs
0–2,5	50	0,02 mg/L PO ₄ ³⁻
0–5	25	0,04 mg/L PO ₄ ³⁻
0–12,5	10	0,10 mg/L PO ₄ ³⁻
0–25	5	0,20 mg/L PO ₄ ³⁻
0–125	1	1,00 mg/L PO ₄ ³⁻

Tóm tắt phương pháp

Phương pháp này áp dụng trực tiếp cho mẫu lò hơi và tháp giải nhiệt. Quy trình dựa trên quá trình oxy hóa phosphonate thành orthophosphat xúc tác bằng tia UV. Orthophosphat sau đó phản ứng với molybdate trong thuốc thử PhosVer 3 để tạo thành phức hợp phosphate/molybdate. Phức này tiếp tục được axit ascorbic trong PhosVer 3 khử, tạo ra màu xanh lam với cường độ tỷ lệ thuận với hàm lượng phosphonate ban đầu trong mẫu. Orthophosphat có sẵn sẽ bị loại bỏ khi sử dụng mẫu trắng để đặt nồng độ bằng không. Bước sóng đo là 880 nm cho máy quang phổ (DR 1900: 710 nm) hoặc 610 nm cho máy so màu.

Vật tư tiêu hao và thiết bị thay thế

Thuốc thử cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Nước khử ion	thay đổi	4 L	27256
Bộ thuốc thử Phosphonate, 10 mL	1	100 lần kiểm tra	2429700
Bao gồm:			
Gói bột thuốc thử PhosVer® 3 Phosphate ¹ , 10 mL	1	100 gói/hộp	2106069
Gói bột Kali Persulfate dùng cho phân tích phosphonate	1	100 gói/hộp	2084769

Thiết bị cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Chai vuông có vạch 25 mL	1	cái	1704200
Cốc đo, chất liệu polypropylene, 50 mL, kiểu thấp	1	cái	108041
Ổng trộn, chia vạch, 50 mL, có nút thủy tinh	1	cái	189641
Kính bảo hộ chống tia UV	1	cái	2113400
Dụng cụ hút mẫu, loại serological, chia vạch, 10 mL	1	cái	53238
Bóng hút an toàn cho pipet	1	cái	1465100
Đèn UV kèm bộ nguồn, 115 VAC	1	cái	2082800
HOẶC		cái	
Đèn UV kèm bộ nguồn, 230 VAC	1	cái	2082802

Tiêu chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch chuẩn Phosphate, 1 mg/L dạng PO ₄ ³⁻	500 mL	256949

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch axit hydrochloric, 6 N (1:1)	500 mL	88449
Axit sulfuric đậm đặc, chuẩn ACS	500 mL	97949
Nhiệt kế không chứa thủy ngân, từ -10 đến +225 °C	cái	2635700
Giấy đo pH, dải đo 0–14 pH	100/gói	2601300
Dụng cụ phá ampule, cho ampule Voluette® 10 mL ® Ampule	cái	2196800

¹ PhosVer là thương hiệu đã đăng ký của Công ty Hach.

Hóa chất và thiết bị tùy chọn (tiếp tục)

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Gói viên bột thử PhosVer 3, 10 mL	1000 viên/gói	2106028
Đèn UV, sóng ngắn, dạng bút	cái	2671000
Bộ cấp nguồn, 115 V/60 Hz	cái	2670700
Bộ cấp nguồn, 220 V/50 Hz	cái	2670702
Dung dịch chuẩn Phosphat, 3 mg/L dạng PO43-	946 mL	2059716
Dung dịch chuẩn Phosphat, 10 mg/L dạng PO43-	946 mL	1420416
Dung dịch chuẩn Phosphat, 15 mg/L dạng PO43-	100 mL	1424342
Dung dịch chuẩn Phosphat, 30 mg/L dạng PO43-	946 mL	1436716
Dung dịch chuẩn Phosphat, 50 mg/L, Ampule Voluette 10 mL®	16 ống/hộp	17110
Dung dịch chuẩn phosphate, 100 mg/L dạng PO43-	100 mL	1436832
Dung dịch chuẩn phosphate, ống ampoule 10 mL, 500 mg/L dạng PO43-	16 ống/hộp	1424210
Dung dịch chuẩn phosphate, 500 mg/L dạng PO43-	100 mL	1424232



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