Phốt pho, dạng phản ứng (Orthophosphate)

Amino Acid Method[1]

Phương pháp 8178

0,23 đến 30,00 mg/L PO_4^{3-}

Dung dịch thuốc thử

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

1 Chuyển thể từ các Phương pháp Chuẩn kiểm tra nước và nước thải.

Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin thiết bị chuyên dụng

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình cho kiểm tra này. Bảng này cũng chỉ rõ yêu cầu về mẫu và hướng đặt mẫu cho các phép thử thêm thuốc thử như dạng bột hoặc số lượng lớn.

Để sử dụng bảng, chọn thiết bị và xem thông tin áp dụng cho kiểm tra này.

Bảng 1 Thông tin cụ thể về thiết bị

Thiết bị	Hướng đặt ống mẫu	Ống mẫu
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Vạch mức nằm phía bên phải.	2495402 
DR 5000 DR 3900	Vạch mức hướng về phía người sử dụng.	
DR 900	Dấu định hướng quay về phía người thao tác.	2401906 

Trước khi bắt đầu

Lắp nắp dụng cụ vào giá đỡ ống DR 900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ.
Để đạt kết quả tối ưu, hãy đo giá trị mẫu trắng của thuốc thử cho mỗi lô mới. Thay mẫu thử bằng nước khử ion khi thao tác để xác định giá trị mẫu trắng. Sử dụng chức năng hiệu chỉnh mẫu trắng để tự động trừ giá trị này khỏi kết quả mẫu.
Một gói bột thuốc thử axit amin có thể thay thế cho 1 mL dung dịch thuốc thử axit amin trong quy trình kiểm tra.
Hãy xem lại Bảng Dữ liệu An toàn Hóa chất (MSDS/SDS) của các hóa chất sử dụng và tuân thủ đúng trang bị bảo hộ cá nhân được khuyến nghị.
Xử lý dung dịch sau phản ứng theo đúng quy định địa phương, quốc gia và liên bang. Tham khảo Bảng Dữ liệu An toàn Hóa chất để biết cách xử lý thuốc thử chưa sử dụng. Hãy liên hệ nhân viên môi trường, an toàn và sức khỏe hoặc cơ quan chức năng địa phương để được hướng dẫn chi tiết hơn về việc xử lý.

Những vật dụng cần thu thập

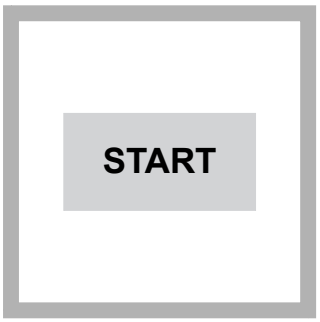
Mô tả	Số lượng
Thuốc thử axit amin	1 mL
Ống đong chia vạch 25 mL	1
Thuốc thử molybdate	1 mL
Ống mẫu (Để biết thêm về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, xem Thông tin riêng của thiết bị ở trang 1.)	2

Xem thông tin đặt hàng tại Vật tư tiêu hao và phụ kiện thay thế ở trang 5.

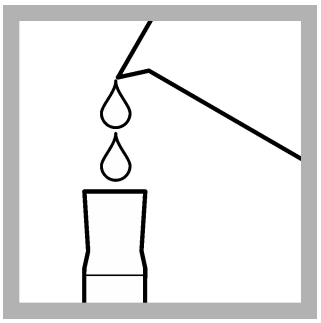
Thu thập và bảo quản mẫu

- Lấy mẫu vào chai thủy tinh hoặc nhựa sạch đã được xử lý bằng axit clohydric 6 N (1:1) và tráng lại bằng nước khử ion.
- Không dùng chất tẩy rửa chứa phosphate để làm sạch chai lấy mẫu, vì phosphate sẽ làm nhiễm mẫu.
- Phân tích mẫu càng sớm càng tốt để đảm bảo kết quả chính xác.
- Nếu chưa thể phân tích ngay, hãy lọc và bảo quản 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 với gói bột



1. Khởi động chương trình **485 P React. Amino**. Để biết thêm về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, xem Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.
Lưu ý: *Tên chương trình có thể khác nhau giữa các thiết bị, nhưng số chương trình luôn giữ nguyên.*



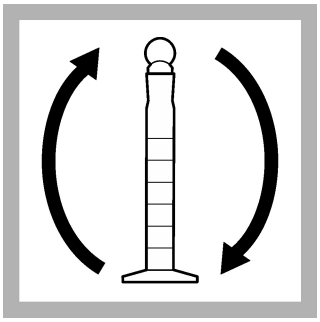
2. Chuẩn bị mẫu: Đổ mẫu vào ống trộn, đến vạch 25 mL.



3. Chuẩn bị mẫu: Thêm 1 mL thuốc thử Molybdate.



4. Thêm 1 mL dung dịch thuốc thử Amino Acid.



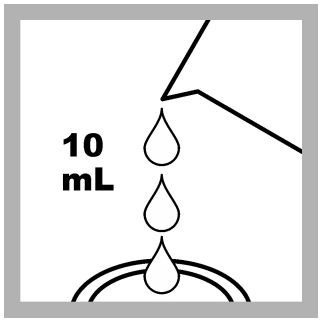
5. Đậy nắp bình trộn, rồi lật nhẹ bình vài lần để hòa đều dung dịch.

Nếu mẫu chuyển sang màu xanh, chứng tỏ trong mẫu có chứa photphat.

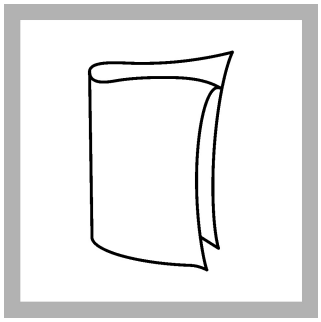


6. Bắt đầu bấm giờ trên thiết bị. Thời gian phản ứng là 10 phút.

Chuẩn bị mẫu trắng trong khi đồng hồ vẫn đang đếm ngược.



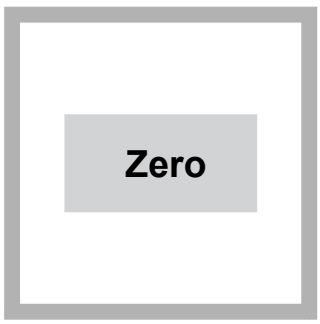
7. Chuẩn bị mẫu trắng: Lấy 10 mL mẫu chưa xử lý cho vào ống mẫu.



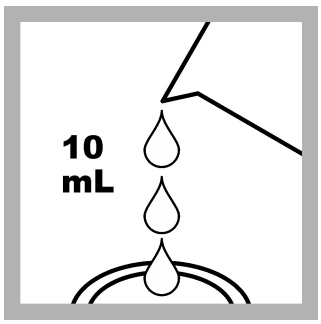
8. Khi hết thời gian, làm sạch ống mẫu trắng.



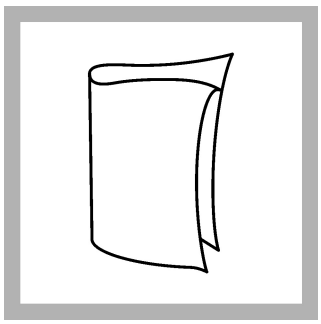
9. Đặt ô mẫu trắng vào giá đỡ thiết bị.



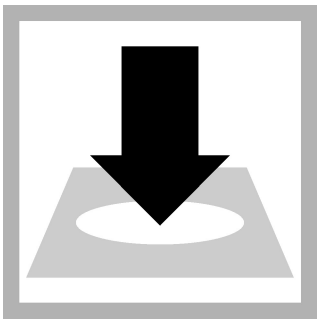
10. Nhấn **ZERO**. Màn hình sẽ hiển thị 0,00 mg/L PO_4^{3-}.



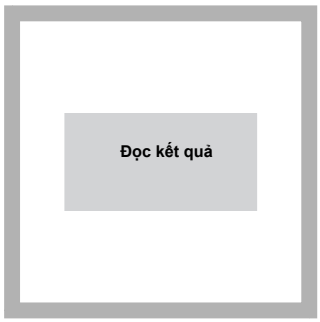
11. Đổ 10 mL mẫu đã xử lý vào ô mẫu thứ hai.



12. Làm sạch ô mẫu đã chuẩn bị.



13. Đặt ống mẫu đã chuẩn bị vào giá giữ tế bào.



14. Nhấn **READ**. Kết quả sẽ hiển thị đơn vị mg/L PO_4^{3-}.

Các yếu tố gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Canxi	Trên 10.000 mg/L dưới dạng $CaCO_3$
Clorua	Trên 150.000 mg/L Cl^-
Mẫu có màu	Thêm 1 mL dung dịch chuẩn axit sulfuric 10 N vào một mẫu khác 25 mL. Sử dụng mẫu này thay cho mẫu chưa xử lý để hiệu chỉnh máy. Dùng pipet và bóng hút để lấy chính xác lượng axit chuẩn.
Nồng độ muối cao (Na+)	Có thể làm kết quả thấp hơn thực tế. Để loại bỏ ảnh hưởng này, hãy pha loãng mẫu đến khi hai lần pha liên tiếp cho kết quả gần như nhau.

Chất gây nhiễu	Mức độ nhiễu
Magie	Lớn hơn 40.000 mg/L tính theo $CaCO^3$
Nitrit (NO_2^-)	Làm mất màu xanh. Để loại bỏ nhiễu do nitrit, thêm 0,10 g axit sulfamic vào 50 mL mẫu. Lắc đều để hòa tan. Dùng mẫu đã xử lý này cho quy trình kiểm tra.
Phosphat nồng độ cao (PO_4^{3-})	Khi nồng độ phosphat tăng, màu sẽ chuyển từ xanh sang lục, rồi vàng và cuối cùng là nâu. Màu nâu có thể cho thấy nồng độ lên đến 100.000 mg/L PO_4^{3-}. Nếu màu khác xanh xuất hiện, hãy pha loãng mẫu và kiểm tra lại.
Sulfide (S^{2-})	Sulfide gây ảnh hưởng đến kết quả. Đối với mẫu có nồng độ sulfide dưới 5 mg/L, xử lý như sau: **1.** Đổ 50 mL mẫu vào bình Erlenmeyer. **2.** Nhỏ từng giọt nước Brom vào mẫu và khuấy đều liên tục cho đến khi xuất hiện màu vàng bền vững. **3.** Nhỏ từng giọt dung dịch Phenol cho đến khi màu vàng vừa biến mất. Sử dụng mẫu đã xử lý này cho quy trình kiểm tra.
Nhiệt độ	Để đạt kết quả tốt nhất, nhiệt độ mẫu nên nằm trong khoảng 21 ± 3 °C (70 ± 5 °F).
Độ đục	Kết quả có thể không ổn định vì hai lý do. Một số hạt lơ lửng có thể hòa tan do axit được sử dụng trong thử nghiệm. Ngoài ra, quá trình giải phóng orthophosphate từ các hạt cũng có thể xảy ra. Đối với mẫu có độ đục cao, thêm 1 mL dung dịch chuẩn axit sulfuric 10 N vào một mẫu khác 25 mL. Sử dụng mẫu này thay cho mẫu chưa xử lý để làm mẫu trắng hiệu chỉnh thiết bị. Đo dung dịch chuẩn axit sulfuric bằng pipet và dụng cụ bơm pipet.
Mẫu có độ đệm cao hoặc pH mẫu quá mức	Có thể gây cản trở việc điều chỉnh pH chính xác cho mẫu bằng các hóa chất. Có thể cần xử lý mẫu trước khi kiểm tra.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm chuẩn (châm mẫu chuẩn)

Sử dụng phương pháp thêm chuẩn (áp dụng cho các thiết bị phù hợp) để xác nhận quy trình kiểm tra, hóa chất và thiết bị, đồng thời phát hiện có sự nhiễu trong mẫu hay không.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Ống chuẩn Phosphate 2 mL, 500 mg/L PO43–
- Dụng cụ bẻ ống chuẩn
- Dụng cụ hút mẫu (pipet) TenSette®, 0,1–1,0 mL kèm đầu hút
- Xy lanh trộn, 25 mL (3 cái)

1. Thực hiện quy trình thử để đo nồng độ mẫu, sau đó giữ nguyên mẫu chưa châm chuẩn trong thiết bị.
2. Truy cập mục Thêm Chuẩn trong menu thiết bị.
3. Chọn giá trị nồng độ chuẩn, thể tích mẫu và lượng chuẩn cần châm.
4. Mở dung dịch chuẩn.
5. Chuẩn bị 3 mẫu đã châm chuẩn: dùng pipet TenSette lấy lần lượt 0,1 mL, 0,2 mL và 0,3 mL dung dịch chuẩn cho vào ba mẫu tươi 25 mL. Lắc đều.
6. Tiến hành kiểm tra nồng độ của từng mẫu đã châm chuẩn. Bắt đầu từ mẫu có lượng chuẩn ít nhất. Đo từng mẫu trên thiết bị.
7. Chọn **Biểu đồ** để so sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế.

Lưu ý: *Nếu kết quả thực tế khác biệt rõ rệt so với dự kiến, hãy đảm bảo thể tích mẫu và lượng chuẩn châm được đo chính xác. Các giá trị này phải khớp với lựa chọn trong menu thêm chuẩn. Nếu kết quả ngoài giới hạn cho phép, có thể mẫu đã bị nhiễu.*

Phương pháp dung dịch chuẩn

Sử 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 photphat 10 mg/L
  1. Thực hiện theo quy trình thử nghiệm để xác định nồng độ dung dịch chuẩn.
  2. So sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế.

Lưu ý: *Hiệu chuẩn ban đầu của thiết bị có thể được điều chỉnh nhẹ bằng tùy chọn điều chỉnh chuẩn để kết quả hiển thị đúng giá trị mong đợi của dung dịch chuẩn. Khi đã điều chỉnh, hiệu chuẩn này sẽ áp dụng cho tất cả các kết quả thử nghiệm. Điều chỉnh này giúp nâng cao độ chính xác của phép thử khi hóa chất hoặc thiết bị có sự thay đổi nhỏ.*

Hiệu suất phương pháp

Dữ liệu hiệu suất phương pháp dưới đây được ghi nhận 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 vào điều kiện kiểm tra của từng người dùng.

Chương trình	Tiêu chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Thay đổi nồng độ trên mỗi 0,010 Abs thay đổi
485	10,00 mg/L PO_4^{3-}	9,86–10,14 mg/L PO_4^{3-}	0,20 mg/L PO_4^{3-}

Tóm tắt phương pháp

Trong môi trường axit mạnh, amoni molybdat phản ứng với orthophotphat tạo thành axit molybdo-photphoric. Hợp chất này được chất khử amino acid chuyển thành màu xanh molypden đặc trưng. Bước sóng đo là 530 nm đối với máy quang phổ hoặc 520 nm đối với máy so màu.

Vật tư tiêu hao và phụ kiện thay thế

Thuốc thử bắt buộc

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bộ thuốc thử photpho hoạt tính thang cao gồm:	—	100 lần thử	2244100
Bao gồm:			
Thuốc thử Amino Acid	1 mL	100 mL MDB	193432
Thuốc thử Molybdate	1 mL	100 mL MDB	223632

Thiết bị bắt buộc

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Xy lanh trộn, có vạch chia, dung tích 25 mL, nút thủy tinh	1	cái	189640

Tiêu chuẩn và thiết bị đề xuất

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch chuẩn Phốt phát, 10 mg/L dạng PO_4	946 mL	1420416
Dung dịch chuẩn Phốt phát, Ống Ampule PourRite® 2 mL, 500 mg/L PO_4^{3-}	16 cái/hộp	1424220
Dung dịch chuẩn nước thải sau xử lý, đa thông số, cho NH_3-N, NO_3-N, PO_4^{3-}, COD, SO_4^{2-}, TOC	500 mL	2833249
Dung dịch chuẩn nước thải đầu vào, đa thông số, cho NH_3-N, NO_3-N, PO_4 , COD, SO_4, TOC	500 mL	2833149

Tiêu chuẩn và dụng cụ khuyến nghị (tiếp theo)

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Nước khử ion	4 Lít	27256
Dụng cụ bẻ ống Ampule, cho ống 2 mL PourRite®	Cái	2484600

Hóa chất và dụng cụ tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Gói bột thuốc thử axit amin	100 cái/gói	80499
Nước brom, 30 g/L	29 mL	221120
Bình tam giác Erlenmeyer, 125 mL	Cái	50543
Dung dịch axit clohydric, 6.0 N (1:1)	500 mL	88449
Dung dịch phenol, 30 g/L	29 mL	211220
Axit sulfamic, 454 g	Cái	234401
Dung dịch chuẩn axit sulfuric, 10 N	1000 mL	93153
Ống hút TenSette®, 0,1–1,0 mL	Cái	1970001
Đầu ống hút cho TenSette® Ống hút, 0,1–1,0 mL	50 ống/gói	2185696
Đầu ống hút cho TenSette® Ống hút, 0,1–1,0 mL	1000 ống/gói	2185628
Giấy đo pH, dải 0–14 pH	100 giấy/gói	2601300
Giấy lọc xếp, 3–5 micron, 12,5 cm	100 giấy/gói	69257
Phễu nhựa, 65 mm	Cái	108367
Nhiệt kế không chứa thủy ngân, –10 đến +225 °C	Cái	2635700
Bình lấy mẫu có nắp, nhựa polyethylene mật độ thấp, 250 mL	12 bình/gói	2087076

Tiêu chuẩn tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dụng cụ mở ống, ống Voluette 10 mL® dạng ampule	Cái	2196800
Dung dịch chuẩn phosphate, 3 mg/L dưới dạng PO_4^{3-}	946 mL	2059716
Dung dịch chuẩn phosphate, 15 mg/L dưới dạng PO_4^{3-}	100 mL	1424342
Dung dịch chuẩn phosphate, 30 mg/L dưới dạng PO_4^{3-}	946 mL	1436716
Dung dịch chuẩn phosphate, 50 mg/L, ống Voluette 10 mL® dạng ampule	16/gói	17110
Dung dịch chuẩn phosphate, 100 mg/L dưới dạng PO_4	100 mL	1436832
Dung dịch chuẩn phosphate, ampule 10 mL, 500 mg/L dưới dạng PO_4	16/gói	1424210
Dung dịch chuẩn phosphate, 500 mg/L dưới dạng PO_4	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

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

01/2014, Edition 9