

USEPA<sup>1</sup> PhosVer<sup>®</sup> 3 với phương pháp tiêu hóa bằng axit persulfat  
0,06 đến 3,50 mg/L PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> (0,02 đến 1,10 mg/L P)

Phương pháp 8190  
Test 'N Tube™ Vials

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

<sup>1</sup> Được USEPA chấp nhận cho báo cáo phân tích nước thải (theo Tiêu chuẩn 4500-P E).



## Chuẩn bị thử nghiệm

### Thông tin riêng cho từng thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình đo này. Bảng cũng chỉ rõ các yêu cầu về bộ chuyển đổi và tấm chắn sáng đối với từng thiết bị cần dùng.

Để sử dụng bảng, chọn thiết bị rồi xem sang các cột bên để tìm thông tin phù hợp cho xét nghiệm này.

**Bảng 1 Thông tin về thiết bị dùng cho ống nghiệm**

Thiết bị	Bộ chuyển đổi	Tấm chắn ánh sáng
DR 6000, DR 5000	—	—
DR 3900	—	LZV849
DR 3800, DR 2800, DR 2700	—	LZV646
DR 1900	9609900 (D1)	—
DR 900	4846400	Nắp che đi kèm theo thiết bị

### Trước khi bắt đầu

Lắp nắp thiết bị vào giá giữ ống DR 900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ.

Với DR 3900, DR 3800, DR 2800 và DR 2700: Hãy lắp chắn sáng vào Ngăn 2 trước khi tiến hành kiểm tra này.

Để có kết quả chính xác nhất, hãy đo giá trị trắng của thuốc thử cho mỗi lô mới. Thay mẫu bằng nước khử ion trong quá trình để xác định giá trị trắng. Sử dụng chức năng hiệu chỉnh trắng thuốc thử để tự động trừ giá trị này khỏi kết quả mẫu.

Khoảng đo cho tổng phosphate là từ 0,06 đến 3,5 mg/L PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>. Kết quả vượt quá 3,5 mg/L chỉ nên dùng để ước tính tỷ lệ pha loãng, không dùng để báo cáo. Nếu kết quả vượt ngưỡng này, hãy pha loãng mẫu rồi thực hiện lại cả bước phân hủy và đo màu.

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

Thuốc thử sử dụng trong kiểm tra này có tính ăn mòn. Luôn bảo vệ mắt và da, đồng thời chuẩn bị xả sạch vết đổ bằng nước chảy.

Xem lại bảng dữ liệu an toàn hóa chất (MSDS/SDS) của các hóa chất sử dụng. Dùng đúng thiết bị bảo hộ cá nhân theo 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 thuốc thử chưa dùng. Liên hệ bộ phận môi trường, an toàn sức khỏe tại cơ sở của bạn hoặc cơ quan quản lý địa phương để được hướng dẫn thêm.

<sup>1</sup> Bộ chuyển đổi D không có sẵn cho tất cả các phiên bản thiết bị.

## Các vật dụng cần thu thập

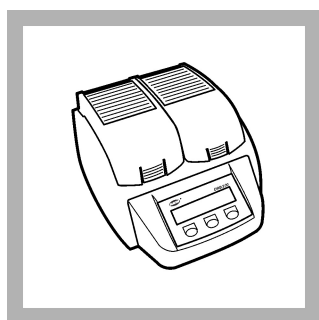
Mô tả	Số lượng
Bộ thuốc thử kiểm tra Tổng Photpho Test 'N Tube	1
Thiết bị phản ứng DRB200	1
Phiếu nhỏ	1
Màn chắn sáng hoặc bộ chuyển đổi (Để biết thêm thông tin về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc màn chắn sáng, hãy tham khảo Thông tin thiết bị cụ thể trang 1.)	1
Dụng cụ hút mẫu TenSette®, 1,0-10,0 mL, kèm đầu hút	1
Giá đỡ ống nghiệm	1
Nước đã khử ion	thay đổi tùy theo nhu cầu

Xem thêm Vật tư tiêu hao và các sản phẩm thay thế trong trang 5 để biết thông tin đặt hàng.

## Thu thập và bảo quản mẫu

- Lấy mẫu bằng chai thủy tinh hoặc chai nhựa sạch, đã được xử lý với axit hydrochloric pha loãng 1:1 và rửa lại bằng nước khử ion.
- Phân tích mẫu càng sớm càng tốt để đảm bảo kết quả chính xác.
- Không dùng chất tẩy rửa chứa phosphate để làm sạch chai mẫu vì phosphate có thể gây nhiễm bẩn mẫu.
- Nếu cần bảo quản mẫu để phân tích sau này, điều chỉnh pH mẫu xuống dưới 2 bằng axit sulfuric đậm đặc (khoảng 2 mL cho mỗi lít). Nếu phân tích ngay, không cần thêm axit.
- Bảo quản mẫu ở nhiệt độ tối đa 6 °C (43 °F) trong vòng 28 ngày.
- Trước khi phân tích, để nhiệt độ mẫu về nhiệt độ phòng.
- Điều chỉnh pH về 7 bằng dung dịch chuẩn natri hydroxide 5.0 N trước khi phân tích.
- Điều chỉnh kết quả kiểm tra dựa trên sự pha loãng do lượng dung dịch được thêm vào.

## Tiêu hủy persulfate acid cho Test 'N Tubes



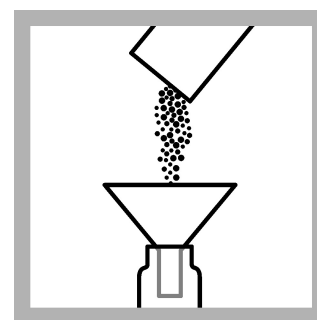
**1.** Bật lò phản ứng DRB200. Làm nóng trước đến 150 °C. Xem hướng dẫn sử dụng DRB200.



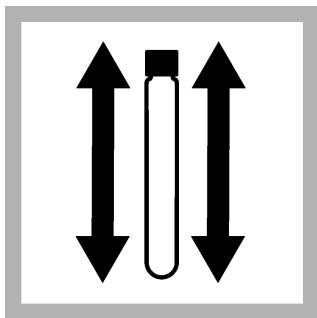
**2.** Khởi động chương trình **536 P Total/AH PV TNT**. Để biết thêm về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, vui lòng tham khảo Thông tin về thiết bị ở trang 1.



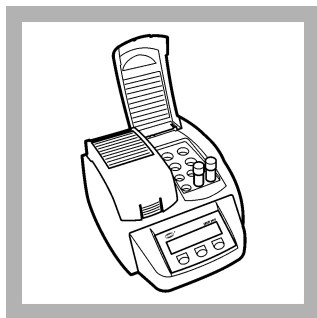
**3.** Cho 5,0 mL mẫu vào ống kiểm tra Phospho tổng.



**4.** Thêm toàn bộ một gói bột Potassium Persulfate dùng cho Phosphonate vào ống.



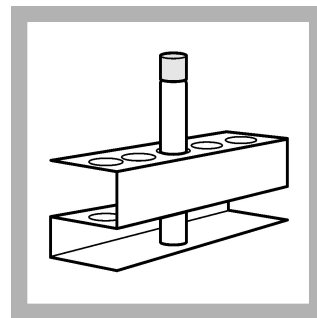
5. Đậy nắp lọ lại. Lắc đều để hòa tan bột.



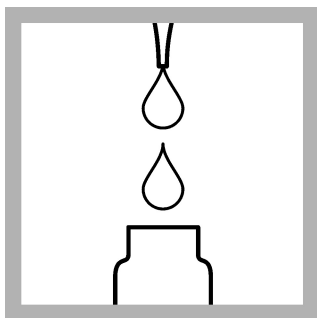
6. Đặt lọ vào bên trong thiết bị phản ứng. Đóng kín thiết bị lại.



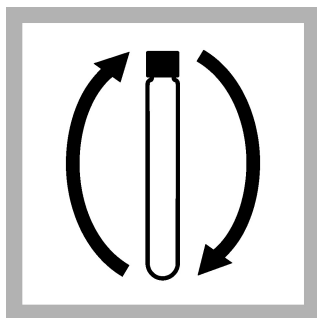
7. Bắt đầu hẹn giờ trên thiết bị. Thời gian phản ứng 30 phút sẽ bắt đầu.



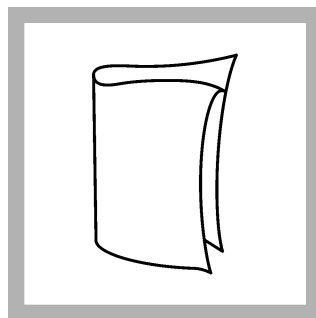
8. Khi đồng hồ đếm giờ kết thúc, hãy cẩn thận lấy ống nghiệm ra khỏi bộ phản ứng. Đặt ống nghiệm lên giá. Để cho nguội về nhiệt độ phòng.



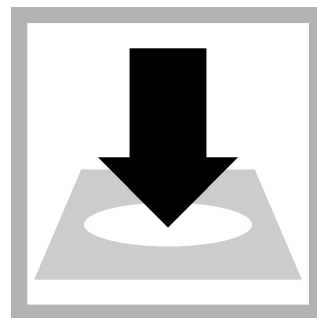
9. Thêm 2 mL Dung dịch chuẩn Natri Hydroxit 1.54 N vào ống nghiệm.



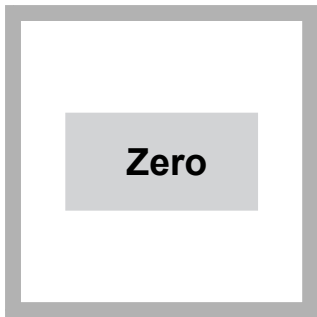
10. Đậy nắp ống nghiệm lại. Lật ngược ống và trộn đều.



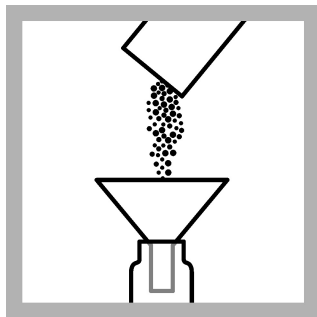
11. Làm sạch lọ mẫu.



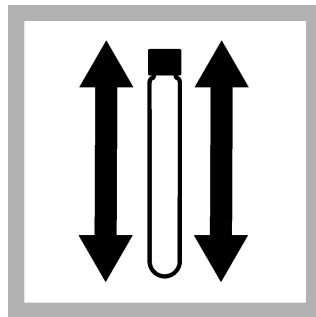
12. Đặt ống nghiệm vào giá đỡ ô đo 16 mm.



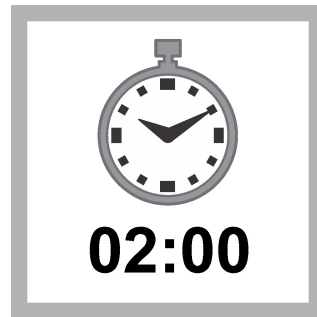
13. Nhấn **ZERO**. Màn hình sẽ hiển thị 0,00 mg/L  $\text{PO}_4^{3-}$ .



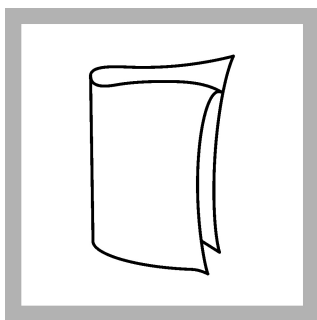
14. Cho toàn bộ gói bột PhosVer 3 vào ống nghiệm.



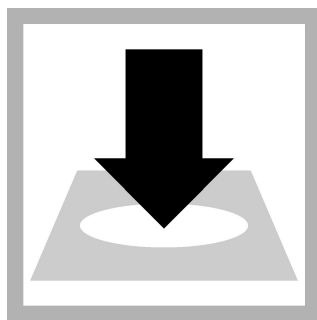
15. Đậy nắp ống nghiệm lại. Lắc đều trong 20–30 giây để hòa trộn. Bột sẽ không tan hoàn toàn.



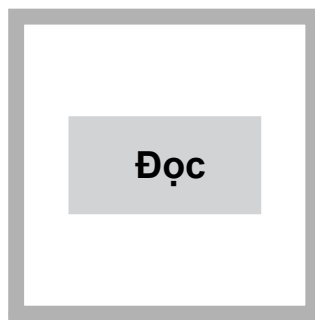
16. Khởi động bộ đếm thời gian của thiết bị. Phản ứng sẽ diễn ra trong 2 phút. Đo mẫu trong vòng 8 phút sau khi hết thời gian.



17. Làm sạch lọ mẫu.



18. Đặt lọ vào giá đỡ tế bào 16-mm.



19. Nhấn **ĐỘC**. Kết quả hiển thị bằng mg/L PO<sub>43-</sub>.

## Nhiều

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Nhôm	Lớn hơn 200 mg/L
Arsenat	Gây nhiễu ở mọi mức
Crôm	Lớn hơn 100 mg/L
Đồng	Lớn hơn 10 mg/L
Sulfua	Trên 90 mg/L
Sắt	Lớn hơn 100 mg/L
Niken	Trên 300 mg/L
Mẫu có độ đậm cao hoặc pH quá mức	Có thể làm cho việc điều chỉnh pH chuẩn (của mẫu) bằng hóa chất không chính xác. Có thể cần xử lý mẫu trước khi kiểm tra.
Silica	Trên 50 mg/L
Silicat	Lớn hơn 10 mg/L
Độ đục hoặc màu sắc	Các mẫu có độ đục cao có thể cho kết quả không đồng nhất. Axit trong hóa chất có thể hòa tan một số hạt lơ lửng và có thể xảy ra hiện tượng giải phóng orthophosphate không ổn định từ các hạt đó.
Kẽm	Trên 80 mg/L

## Kiểm tra độ chính xác

### Phương pháp thêm chuẩn (thêm mẫu chuẩn)

Sử dụng phương pháp thêm chuẩn (dành cho các thiết bị phù hợp) để xác nhận quy trình kiểm tra, hóa chất và thiết bị cũng như phát hiện có sự gây nhiễu trong mẫu hay không. Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Tiêu chuẩn Ampule Phốt phát 10 mL, 50 mg/L dạng PO<sub>43-</sub>
- Dụng cụ bẻ ống ampule
- Pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL kèm đầu pipet
- Xy lanh trộn, 25 mL (3 chiếc)

1. Sử dụng quy trình thử để đo nồng độ mẫu, sau đó để mẫu (chưa thêm chuẩn) lại trong thiết bị.
2. Vào mục Thêm Chuẩn trên menu thiết bị.
3. Chọn giá trị cho nồng độ chuẩn, thể tích mẫu và thể tích thêm chuẩn.
4. Mở dung dịch chuẩn.
5. Chuẩn bị ba mẫu đã thêm chuẩn: dùng pipet TenSette thêm lần lượt 0,1 mL, 0,2 mL và 0,3 mL dung dịch chuẩn vào ba phần mẫu mới, mỗi phần 25 mL. Trộn đều. Phốt pho tổng, phương pháp PhosVer 3 TNT (3,50 mg/L)

6. Tiến hành đo nồng độ của từng mẫu đã được bổ sung bằng quy trình kiểm tra. Bắt đầu với mẫu có lượng bổ sung nhỏ nhất. Đo từng mẫu đã được bổ sung 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 đáng kể so với kết quả dự kiến, hãy kiểm tra lại việc đo thể tích mẫu và lượng bổ sung mẫu thật chính xác. Thể tích mẫu và lượng bổ sung sử dụng phải phù hợp với lựa chọn trong menu thêm chuẩn. Nếu kết quả không nằm trong phạm vi cho phép, mẫu có thể bị ảnh hưởng bởi yếu tố gây nhiễu.*

## Phương pháp dung dịch chuẩn

Sử dụng phương pháp dung dịch chuẩn để xác minh quy trình kiểm tra, hóa chất và thiết bị.

Những vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn phosphate 3.0 mg/L
  1. Áp dụng quy trình kiểm tra để xác định nồng độ dung dịch chuẩn.
  2. Đối chiếu kết quả dự kiến với kết quả thực tế.

***Lưu ý:** Có thể điều chỉnh hiệu chuẩn của nhà máy một chút bằng tùy chọn điều chỉnh chuẩn để thiết bị hiển thị đúng giá trị của dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn đã điều chỉnh sẽ áp dụng cho tất cả kết quả kiểm tra. Việc điều chỉnh này giúp nâng cao độ chính xác khi hóa chất hoặc thiết bị có sự thay đổi nhỏ.*

## Hiệu quả phương pháp

Dữ liệu hiệu quả phương pháp dưới đây được thu thập từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm bằng máy quang phổ dưới điều kiện lý tưởng. Kết quả thực tế có thể thay đổi tùy vào điều kiện kiểm tra khác nhau.

Chương trình	Chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Sự thay đổi nồng độ trên mỗi 0,010 đơn vị Abs
536	3,00 mg/L PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	2,93–3,07 mg/L PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	0,06 mg/L PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>

## Tóm tắt phương pháp

Phosphat tồn tại dưới dạng hữu cơ và vô cơ ngưng tụ (meta-, pyro- hoặc polyphosphat khác) cần được chuyển thành orthophosphat phản ứng trước khi phân tích. Mẫu phải được xử lý trước bằng axit và nhiệt để tạo điều kiện thủy phân các dạng vô cơ ngưng tụ. Phosphat hữu cơ được chuyển thành orthophosphat bằng cách đun nóng với axit và persulfat. Orthophosphat phản ứng với molybdate trong môi trường axit tạo thành phức hợp phosphate/molybdate. Axit ascorbic sẽ khử phức hợp này, tạo ra màu xanh molybden đậm. Độ dài sóng đo là 880 nm (DR 1900: 710 nm) cho máy quang phổ hoặc 610 nm cho máy đo màu.

## Phòng ngừa ô nhiễm và quản lý chất thải

Các mẫu sau phản ứng chứa molybden và phải được xử lý như chất thải nguy hại. Hãy xử lý các dung dịch đã phản ứng theo đúng quy định của địa phương, tiểu bang và liên bang.

## Vật tư tiêu hao và vật dụng thay thế

### Hóa chất cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã hàng
Nước, đã khử ion	thay đổi	100 mL	27242
Bộ thuốc thử Total Phosphorus Test 'N Tube™ bao gồm:	1	50 lần thử	2742645
Gói bột thuốc thử PhosVer® 3 Phosphate, 10 mL	1	50 gói/hộp	2106046
Gói bột Kali Persulfate	1 gói	50 gói/hộp	2084766

## Vật tư tiêu hao và phụ kiện thay thế (tiếp theo)

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã hàng
Natri Hydroxit, 1.54 N	thay đổi	100 mL	2743042
Lọ thử toàn phần và thủy phân axit (không bán lẻ)	1	50 lọ/hộp	—

## Thiết bị bắt buộc

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã hàng
Thiết bị phản ứng DRB 200, tùy chọn 110 VAC, 15 giếng 16 mm	1	cái	LTV082.53.40001
Thiết bị phản ứng DRB 200, tùy chọn 220 VAC, 15 giếng 16 mm	1	cái	LTV082.52.40001
Phiếu nhỏ, nhựa poly	1	cái	2584335
Tấm chắn sáng, DR 3900	1	cái	LZV849
Tấm chắn sáng, DR 3800, DR 2800, DR 2700	1	cái	LZV646
Ống hút TenSette®, 1.0–10.0 mL	1	cái	1970010
Đầu hút cho ống hút TenSette® 1.0–10.0 mL	2	250 chiếc/gói	2199725
Giá ống nghiệm	1	cái	1864100

## Tiêu chuẩn và thiết bị khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã hàng
Tiêu chuẩn nước uống, đa thông số, vô cơ cho F <sup>-</sup> , NO <sup>3</sup> -N, PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	500 mL	2833049
Dung dịch chuẩn Phosphate, 50 mg/L, ống Voluette® 10 mL	16 ống/gói	17110
Dung dịch chuẩn Phosphate, 1 mg/L dạng PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	500 mL	256949
Dung dịch chuẩn Phosphate, 3 mg/L dạng PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	946 mL	2059716
Dung dịch chuẩn nước thải, đa thông số, cho NH <sup>3</sup> -N, NO <sup>3</sup> -N, PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> , COD, SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , TOC	500 mL	2833249
Dụng cụ bẻ ống, Voluette® 10 mL	cái	2196800

## Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã hàng
Xy lạnh trộn, có vạch chia, 25 mL	cái	189640
Buret thủy tinh loại A, 2 mL	cái	1451536
Dung dịch axit clohidric, 6.0 N (1:1)	500 mL	88449
Dung dịch chuẩn Natri Hydroxide, 5.0 N	1 L	245053
Axit Sunfuric đậm đặc, chuẩn ACS	500 mL	97949
Pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL	cái	1970001
Đầu pipet cho pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL	50 cái/hộp	2185696
Đầu pipet cho pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL	1000 cái/gói	2185628
Chai lấy mẫu có nắp, nhựa polyethylene mật độ thấp, 250 mL	12 chai/gói	2087076
Giấy chỉ thị pH, dải đo 0–14	100 tờ/gói	2601300
Nước khử ion	4 L	27256
Nhiệt kế không thủy ngân, –10 đến +225 °C	cái	2635700
Găng ngón tay	2 cái/gói	1464702

## Tiêu chuẩn tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã hàng
Dung dịch chuẩn Phosphat, 10 mg/L dạng $\text{PO}_4^{3-}$	946 mL	1420416
Dung dịch chuẩn Phosphate, 15 mg/L tính theo $\text{PO}_4^{3-}$	100 mL	1424342
Dung dịch chuẩn Phosphate, 100 mg/L tính theo $\text{PO}_4$	100 mL	1436832
Dung dịch chuẩn Phosphate, ống ampule 10 mL, 500 mg/L tính theo $\text{PO}_4$	16 ống/hộp	1424210
Dung dịch chuẩn Phosphat, 500 mg/L dưới dạng $\text{PO}_4$	100 mL	1424232



**HỖ TRỢ KỸ THUẬT, THÔNG TIN GIÁ VÀ ĐẶT HÀNG:** Tại Hoa Kỳ – **Gọi miễn phí 800-227-4224** Bên ngoài Hoa Kỳ – **Liên hệ văn phòng hoặc nhà phân phối HACH tại khu vực của bạn.** Truy cập trang web – **[www.hach.com](http://www.hach.com)**; Email – **[techhelp@hach.com](mailto:techhelp@hach.com)**

**TRỤ SỞ CHÍNH TOÀN CẦU CỦA HACH** Điện thoại: (970) 669-3050 Fax: (970) 669-2932