Phospho, có khả năng thủy phân bằng axit

DOC316.32.01111

PhosVer® 3 phương pháp thủy phân axit

0,06 đến 3,50 mg/L PO_4^{3-}

Phương pháp 8180

Ống thử 'N Tube™

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

Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin cụ thể về thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả thiết bị có chương trình thực hiện xét nghiệm này. Bảng cũng trình bày yêu cầu về bộ chuyển đổi và tấm chắn ánh sáng cho các thiết bị cần sử dụng. Để tra cứu, chọn thiết bị rồi đọc ngang để tìm thông tin phù hợp cho xét nghiệm này.

Bảng 1 Thông tin thiết bị cụ thể cho ống thử

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 (D[1])	—
DR 900	4846400	Nắp che đi kèm với thiết bị

[1] Bộ chuyển đổi D không có sẵn cho tất cả các phiên bản thiết bị.

Chuẩn bị trước khi bắt đầu

Gắn nắp thiết bị lên giá đỡ DR 900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ.
DR 3900, DR 3800, DR 2800 và DR 2700: Gắn tấm chắn sáng vào ngăn chứa tế bào số 2 trước khi bắt đầu kiểm tra này.
Để đạt kết quả tối ưu, hãy đo giá trị trắng của thuốc thử cho từng lô thuốc thử mới. Thay mẫu bằng nước đã khử ion trong quy trình thử để xác định giá trị trắng. Giá trị trắng này sẽ được tự động trừ vào kết quả mẫu khi chọn tùy chọn điều chỉnh trắng thuốc thử.
Rửa sạch toàn bộ dụng cụ thủy tinh bằng dung dịch axit clohydric 6,0 N (1:1), sau đó tráng kỹ bằng nước khử ion để loại bỏ hết tạp chất.
Hóa chất sử dụng trong thử nghiệm này có tính ăn mòn. Hãy đảm bảo sử dụng bảo hộ mắt và da, sẵn sàng rửa sạch ngay bằng nước nếu bị đổ hóa chất ra ngoài.
Xem kỹ Bảng Dữ liệu An toàn Hóa chất (MSDS/SDS) của các loại hóa chất sử dụng. Dùng đúng thiết bị bảo hộ cá nhân được khuyến nghị.
Xử lý dung dịch sau phản ứng theo đúng 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 dùng. Đối với các thông tin xử lý khác, hãy liên hệ với bộ phận an toàn, sức khỏe, môi trường của cơ sở bạn hoặc các cơ quan quản lý địa phương.

Vật tư cần chuẩn bị

Mô tả	Số lượng
Bộ thuốc thử tổng và photpho thủy phân bằng axit	1
Thiết bị phản ứng DRB200	1
Phễu nhỏ	1
Chắn sáng hoặc bộ chuyển đổi (Để biết chi tiết về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc chắn sáng, vui lòng xemThông tin thiết bị cụ thểở trang 1.)	1

Các vật dụng cần thu thập (tiếp theo)

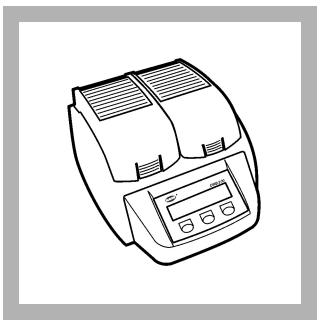
Mô tả	Số lượng
Dụng cụ nhỏ giọt TenSette®, dung tích 1,0–10,0 mL, kèm đầu nhỏ giọt	1
Giá ống nghiệm	1
Nước đã khử ion	thay đổi

Vui lòng xem mục Vật tư tiêu hao và các mặt hàng thay thế ở trang 5 để biết thông tin đặt hàng.

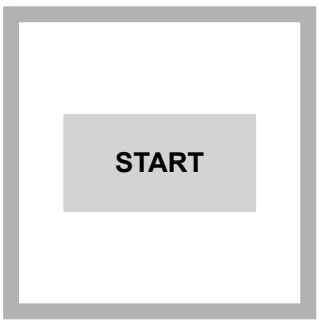
Lấy mẫu và bảo quản mẫu

- Thu thập mẫu vào các chai thủy tinh hoặc nhựa sạch đã được làm sạch bằng dung dịch axit clohidric 6 N (1:1) và tráng lại bằng nước khử ion.
- Không dùng chất tẩy rửa có chứa phốt phát để vệ sinh chai mẫu, vì phốt phát trong chất tẩy sẽ làm nhiễm bẩn mẫu.
- Phân tích mẫu càng sớm càng tốt để đạt kết quả chính xác nhất.
- 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 trở lại nhiệt độ phòng.

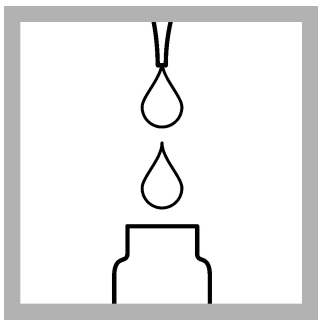
Thủy phân axit, quy trình Test 'N Tube



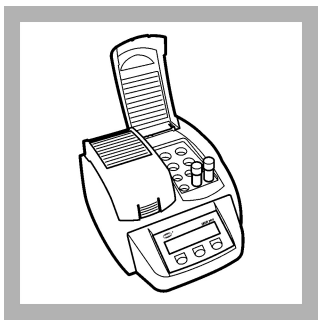
1. Khởi động thiết bị phản ứng DRB200. Làm nóng trước đến 150 °C. Xem hướng dẫn sử dụng DRB200 để biết thêm chi tiết.



2. Khởi động chương trình **536 P Tổng/AH PV TNT**. Để biết thêm về các ống nghiệm mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy xem Thông tin cụ thể về thiết bị trong trang 1. ***Lưu ý:*** *Tên chương trình có thể khác nhau tùy thiết bị, nhưng số chương trình thì không thay đổi.*



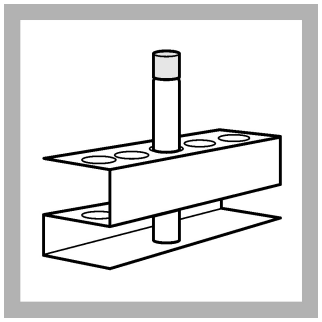
3. Thêm 5,0 mL mẫu vào ống nghiệm kiểm tra Tổng và Acid Hydrolyzable. Đóng ống và lắc đều.



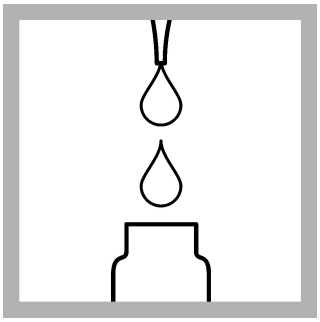
4. Đặt ống nghiệm vào máy phản ứng. Đóng máy lại.



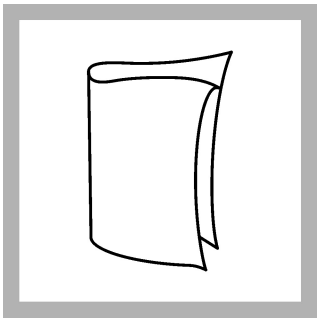
5. Bắt đầu hẹn giờ trên thiết bị. Thời gian phản ứng là 30 phút.



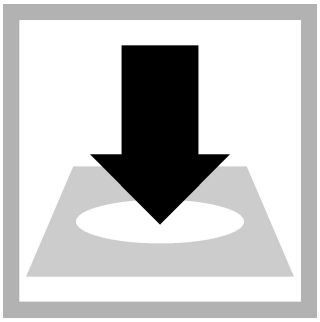
6. Khi hết thời gian, nhẹ nhàng lấy ống nghiệm ra khỏi thiết bị. Đặt ống nghiệm vào giá đựng. Để ống nguội tự nhiên về nhiệt độ phòng.



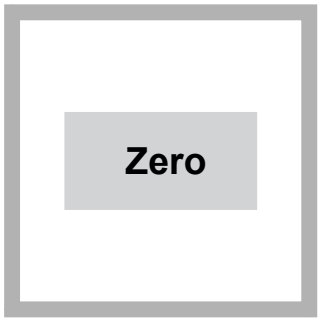
7. Thêm 2 mL Natri Hydroxit 1,00 N vào ống nghiệm. Đậy nắp và lắc đều để trộn.



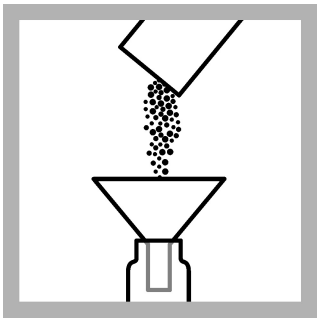
8. Làm sạch ống nghiệm.



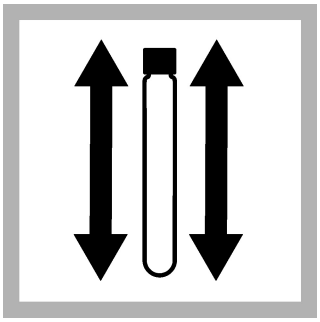
9. Đặt ống nghiệm vào giá đỡ tế bào 16 mm.



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



11. Thêm toàn bộ một gói bột PhosVer 3 vào ống nghiệm.

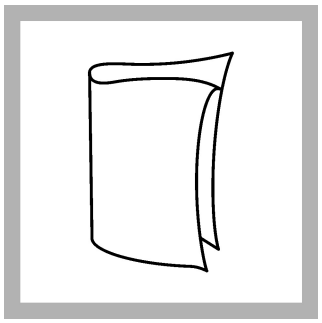


12. Đậy nắp ống nghiệm. Lắc đều trong 20 đến 30 giây. Bột có thể không tan hoàn toàn.

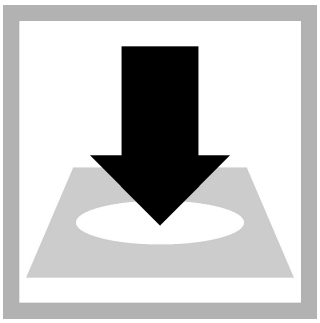


13. Khởi động hẹn giờ trên thiết bị. Thời gian phản ứng là 2 phút.

Đọc kết quả trong vòng hai đến tám phút sau khi thêm thuốc thử PhosVer 3.



14. Làm sạch ống nghiệm.



15. Đặt ống nghiệm vào giá đỡ tế bào 16 mm.



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

Các yếu tố gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ nhiễu
Nhôm	Trên 200 mg/L
Arsenat	Ảnh hưởng ở mọi nồng độ
Crôm	Trên 100 mg/L
Đồng	Vượt quá 10 mg/L

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Sulfua	Trên 9 mg/L sulfua. Loại bỏ chất gây nhiễu sulfua theo hướng dẫn sau: 1. Đong 25 mL mẫu vào cốc thủy tinh 50 mL. 2. Nhỏ từng giọt Nước Brom vào, khuấy liên tục cho đến khi màu vàng bền xuất hiện. 3. Tiếp tục nhỏ từng giọt Dung dịch Phenol, khuấy đều cho đến khi màu vàng vừa biến mất. Dùng mẫu này để thực hiện quy trình thử nghiệm.
Sắt	Trên 100 mg/L
Niken	Trên 300 mg/L
Mẫu có độ đệm cao hoặc pH mẫu quá cao/thấp	Có thể làm cản trở quá trình điều chỉnh pH mẫu bằng hóa chất. Có thể cần xử lý mẫu trước khi tiến hành.
Silic	Vượt quá 50 mg/L
Silicat	Vượt quá 10 mg/L
Độ đục hoặc màu sắc	Mẫu có độ đục cao có thể cho kết quả không ổn định. Axit trong hóa chất có thể hòa tan một số hạt lơ lửng và làm giải phóng orthophotphat từ các hạt này ở mức độ khác nhau.
Kẽm	Vượt quá 80 mg/L

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm chuẩn (tăng nồng độ mẫu)

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

Những vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn trong ampule 2 mL, 50 mg/L dạng PO_4^{3-}
- Dụng cụ bẻ ampule
- Ống hút TenSette®, 0.1–1.0 mL và đầu hút
- Xilanh trộn, 25 mL (3)

1. Thực hiện quy trình kiểm tra để xác định nồng độ mẫu, sau đó giữ lại mẫu chưa thêm chuẩn trong thiết bị.
2. Chọn mục Thêm Chuẩn trong 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 ống hút 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 kiểm tra để xác định nồng độ của từng mẫu đã thêm chuẩn. Bắt đầu từ mẫu có lượng thêm chuẩn nhỏ nhất. Đo từng mẫu trên thiết bị.
7. Chọn **Biểu đồ** để so sánh kết quả mong đợi với thực tế.

Lưu ý: *Nếu kết quả thực tế khác biệt đáng kể so với kết quả mong đợi, hãy kiểm tra lại việc đo thể tích mẫu và lượng thêm chuẩn có chính xác hay không. Các thông số này cần đúng với lựa chọn trong menu Thêm Chuẩn. Nếu kết quả ngoài phạm vi cho phép, mẫu có thể đã bị 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 Phosphorus, Acid Hydrolyzable, PhosVer 3 TNT Method (3,50 mg/L)

1. Thực hiện quy trình kiểm tra để xác định nồng độ của dung dịch chuẩn.
2. Đối chiếu kết quả mong đợi với kết quả thực tế.

Lưu ý: *Có thể hiệu chỉnh lại máy một chút bằng chức năng điều chỉnh tiêu chuẩn để thiết bị hiển thị giá trị mong muốn của dung dịch chuẩn. Việc hiệu chỉnh này sẽ áp dụng cho tất cả kết quả kiểm tra. Điều chỉnh này giúp tăng độ chính xác khi có biến động nhỏ về hóa chất hoặc thiết bị.*

Hiệu suất phương pháp

Dữ liệu hiệu suất phương pháp dưới đây được thu thập từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm sử dụng máy đo 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 cho mỗi 0,010 thay đổi Abs
536	3,00 mg/L PO_4^{3-}	2,93–3,07 mg/L PO_4^{3-}	0,06 mg/L PO_4^{3-}

Tóm tắt phương pháp

Phosphat ở dạng vô cơ ngưng tụ (meta-, pyro-, hoặc polyphosphat khác) sẽ được chuyển thành orthophosphat có khả năng phản ứng trước khi đo. Mẫu sẽ được xử lý bằng axit và nhiệt để thủy phân các dạng vô cơ ngưng tụ thành orthophosphat. Orthophosphat sẽ phản ứng với molybdat trong môi trường axit tạo thành phức hợp phosphate/molybdate. Axit ascorbic sẽ khử phức hợp này, tạo ra màu xanh molybden mạnh. Bước sóng đo là 880 nm (DR 1900: 710 nm) đối với máy quang phổ hoặc 610 nm đối với máy so màu.

Phòng ngừa ô nhiễm và quản lý chất thải

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

Vật tư tiêu hao và thiết bị thay thế

Hóa chất cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Nước đã khử ion	thay đổi	100 mL	27242
Bộ hóa chất phân tích tổng và thủy phân axit photpho	—	50 lần thử	2742745
Gồm có:			
PhosVer® 3 Gói bột hóa chất phân tích photphat, 10 mL	1	50/gói	2106046
Gói bột Kali Persulfate	1 gói	50/gói	2084766
Natri Hydroxide, 1.54 N	thay đổi	100 mL	2743042
Dung dịch chuẩn Natri Hydroxide, 1.00 N	2 mL	100 mL	104542
Lọ kiểm tra Tổng và Phốt pho thủy phân bằng axit (không bán riêng)	1	50/gói	—

Thiết bị cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bộ phản ứng DRB 200, tùy chọn 110 VAC, 15 giếng 16-mm	1	cái	LTV082.53.40001
Bộ phản ứng DRB 200, tùy chọn 220 VAC, 15 giếng 16-mm	1	cái	LTV082.52.40001
Phễu nhỏ, chất liệu poly	1	cái	2584335
Bơm pipet định lượng, loại A, 2,00 mL	1	cái	1451536
Bơm pipet định lượng, loại A, 5,00 mL	1	cái	1451537
Bóng bơm pipet an toàn	1	cái	1465100

Thiết bị cần thiết (tiếp theo)

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Pipet TenSette®, dung tích 1.0–10.0 mL	1	cái	1970010
Đầu pipet dùng cho pipet TenSette® dung tích 1.0–10.0 mL	2	250/gói	2199725
Giá để ống nghiệm	1	cái	1864100

Tiêu chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Tiêu chuẩn nước uống, chỉ tiêu tổng hợp, vô cơ: F^-, NO_3–N, PO_4^{3-}, SO_4^{2-}	500 mL	2833049
Dung dịch chuẩn phosphate, 50 mg/L, ống Voluette® 10 mL	16/ống	17110
Dung dịch chuẩn phosphate, 1 mg/L tính theo PO_4^{3-}	500 mL	256949
Dung dịch chuẩn phosphate, 3 mg/L tính theo PO_4^{3-}	946 mL	2059716
Dung dịch tiêu chuẩn nước thải, đa thông số, dành cho NH_3-N, NO_3-N, PO_4^{3-}, COD, SO_4^{2-}, TOC	500 mL	2833249

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Nước Brom, 30 g/L	29 mL	221120
Xy lanh trộn, chia vạch, 25 mL	cái	189640
Dung dịch axit hydrochloric, 6.0 N (1:1)	500 mL	88449
Dung dịch phenol, 30 g/L	29 mL	211220
Giấy đo pH, khoảng 0–14	100/gói	2601300
Giấy lọc xếp, 3–5 micron, 12.5 cm	100/gói	69257
Phễu nhựa, 65 mm	cái	108367
Nhiệt kế không chứa thủy ngân, –10 đến +225 °C	cái	2635700
Chai lấy mẫu có nắp, nhựa polyethylene mật độ thấp, 250 mL	12/gói	2087076
Đầu pipet cho pipet TenSette® , 1.0–10.0 mL	50/cái	2199796
Cốc thủy tinh, 50 mL	cái	50041H

Tiêu chuẩn tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dụng cụ bẻ ống ampule, ampule Voluette 10 mL®	cái	2196800
Dung dịch chuẩn phosphate, 3 mg/L tính theo PO_4^{3-}	946 mL	2059716
Dung dịch chuẩn phosphate, 10 mg/L dưới dạng PO_4^{3-}	946 mL	1420416
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	16/ống	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/ống	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