Phốt pho, dạng hoạt tính

DOC316.32.01117

Phương pháp dung dịch axit ascorbic nhanh[1] **Phương pháp 10055**

19 đến 3000 µg/L PO_4^{3-} (LR) **Ô đo Pour-Thru**

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho nước đã qua xử lý và nước tự nhiên.

1 Chuyển thể từ *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*.

Chuẩn bị kiểm tra

Thông tin cụ thể về thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình cho phép thực hiện phép thử này. Bảng cũng nêu rõ yêu cầu về ô mẫu và hướng đặt ô mẫu.

Để tra cứu bảng, hãy chọn thiết bị phù hợp rồi đọc ngang để tìm thông tin áp dụng cho phép thử này.

Bảng 1 Thông tin cụ thể về thiết bị

Thiết bị	Hướng đặt ô mẫu	Bộ dụng cụ Pour-Thru	Bộ chuyển đổi
DR6000	Dòng chảy đi sang bên phải.	LZV8991	—
DR3800		5940400	LZV585 (B)
DR2800		5940400	LZV585 (B)
DR2700		5940400	LZV585 (B)
DR1900		LZV899	—
DR5000	Dòng chảy hướng về phía người sử dụng.	LZV479	—
DR3900		LZV899	—

Trước khi bắt đầu

Vui lòng tham khảo tài liệu hướng dẫn của thiết bị để lắp ráp và cài đặt tế bào Pour-Thru cùng module. Hãy đảm bảo rằng tế bào Pour-Thru được lắp đặt đúng cách.
Để tránh tế bào Pour-Thru bị nhiễm bẩn khi không sử dụng, hãy úp một cốc nhỏ lên trên phễu thủy tinh.
Chuẩn bị thuốc thử trước khi sử dụng. Xem chi tiết tại Chuẩn bị thuốc thử trang 3.
Vệ sinh tế bào Pour-Thru và toàn bộ dụng cụ thí nghiệm trước khi dùng. Tham khảo Vệ sinh dụng cụ trang 4 và Vệ sinh tế bào Pour-Thru trang 4.
Thời gian phản ứng sẽ thay đổi tùy theo nhiệt độ mẫu. Để có kết quả tốt nhất, hãy thực hiện thử nghiệm ở nhiệt độ phòng (khoảng 20 °C (68 °F)).
Để đảm bảo độ chính xác, hãy đo giá trị trắng của thuốc thử cho mỗi lô thuốc thử mới. Thay mẫu bằng nước khử ion trong quy trình kiểm tra để xác định giá trị trắng. Sử dụng chức năng điều chỉnh tự động để trừ giá trị trắng khỏi kết quả mẫu.
Xem lại Bảng Dữ Liệu An Toàn Hóa Chất (MSDS/SDS) cho các hóa chất sử dụng. Sử dụng đầy đủ trang bị bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.
Tiến hành xử lý dung dịch đã phản ứng theo quy định của địa phương, bang và liên bang. Xem thêm thông tin về xử lý thuốc thử chưa dùng trong Bảng Dữ Liệu An Toàn Hóa Chất. Để biết thêm chi tiết, hãy liên hệ bộ phận môi trường, an toàn sức khỏe tại cơ sở của bạn hoặc các cơ quan quản lý địa phương.

1 Cần có thêm một nắp tế bào (LZQ105) và một bộ ống dẫn (LZQ102).

Những vật dụng cần chuẩn bị

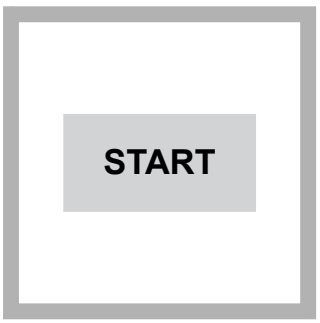
Mô tả	Số lượng
Thuốc thử Axit Ascorbic (chuẩn bị trước khi sử dụng)	1 mL
Thuốc thử Molybdate	2 mL
Xy lanh đo, polypropylene, 25 mL	1 cái
Micropipette cố định thể tích, 1 mL	2 cái
Bình nón Erlenmeyer, Polymethylpentene, nắp vặn, 125 mL	2 cái
Nước đã khử ion	thay đổi
Mô-đun và ô đo Pour-Thru (Để biết thêm về các ô mẫu, bộ chuyển đổi hoặc che chắn ánh sáng, vui lòng xem Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.)	1 cái

Vui lòng tham khảo Vật tư tiêu hao và vật tư thay thế ở trang 6 để biết thông tin đặt hàng.

Thu thập và bảo quản mẫu

- Hãy thu mẫu vào chai thủy tinh hoặc nhựa sạch đã được rửa bằng acid hydrochloric 6 N (1:1) và tráng lại bằng nước đã khử ion.
- Không sử dụng chất tẩy rửa chứa phosphate để vệ sinh chai mẫu, vì phosphate có thể gây nhiễm bẩn mẫu.
- Phân tích mẫu càng sớm càng tốt để có kết quả chính xác nhất.
- Nếu chưa thể phân tích ngay, hãy lọc và bảo quản mẫu ở nhiệt độ dưới hoặc bằng 6 °C (43 °F) trong tối đa 48 giờ.
- Trước khi phân tích, để mẫu trở về nhiệt độ phòng.

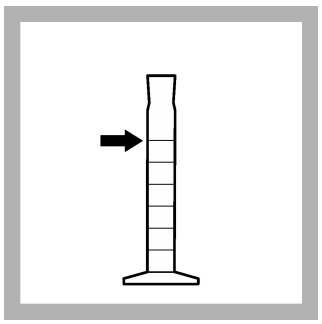
Quy trình kiểm tra



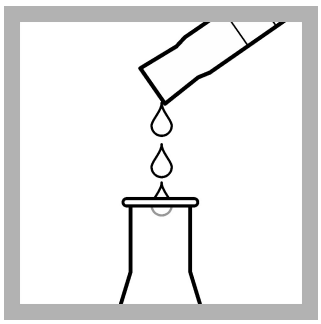
1. Khởi động chương trình **488 P React. LR RL**. Để biết thêm thông tin về ô mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, vui lòng xem Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.



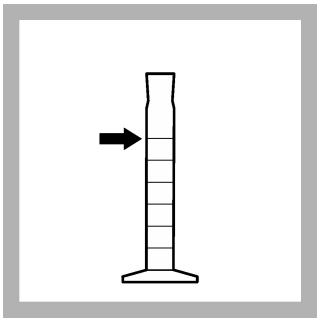
2. Tráng hai bình tam giác Erlenmeyer sạch và một ống đong sạch ba lần bằng mẫu thử.



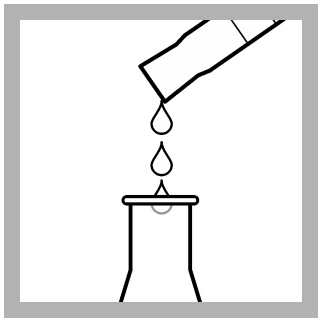
3. Đong mẫu vào ống đong đã tráng sạch đến vạch 25□mL.



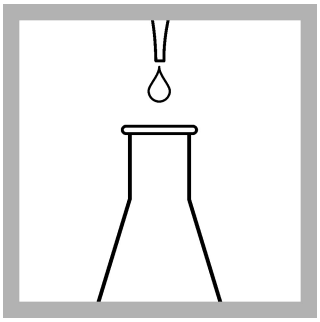
4. Rót toàn bộ dung dịch trong ống đong vào một trong hai bình tam giác Erlenmeyer.



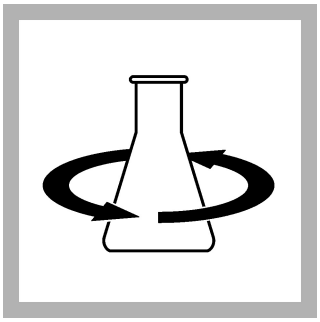
5. Đong mẫu lần hai với thể tích 25 mL vào ống đong chia vạch.



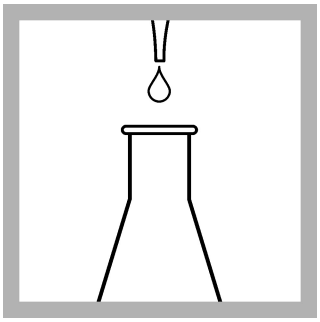
6. Đổ mẫu vào bình Erlenmeyer thứ hai.



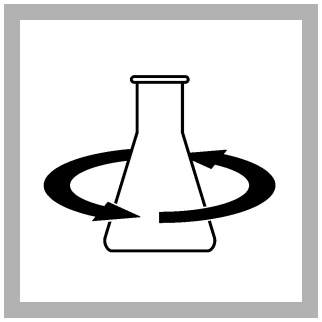
7. Dùng micropipette để thêm 1,0 mL thuốc thử Molybdate vào mỗi bình Erlenmeyer.



8. Lắc đều để hòa trộn.



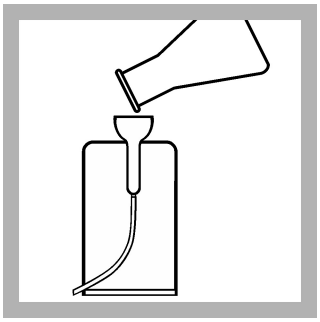
9. **Chuẩn bị mẫu:** Dùng micropipette để thêm 1,0 mL dung dịch axit ascorbic đã chuẩn bị sẵn vào một trong các bình tam giác. Bình tam giác còn lại sẽ dùng làm mẫu trắng.



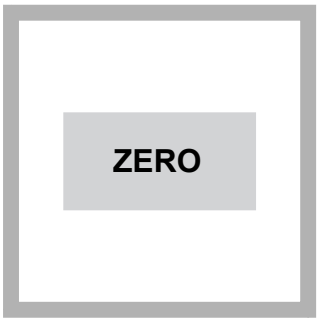
10. Lắc đều để hòa trộn.



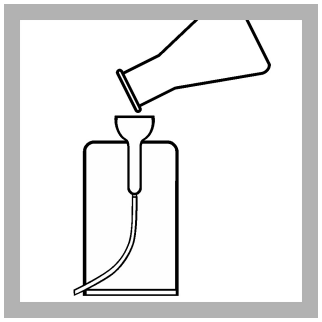
11. Khởi động bộ hẹn giờ của thiết bị. Thời gian phản ứng diễn ra trong 5 phút.



12. Khi hết thời gian, rót dung dịch từ bình tam giác chứa mẫu trắng vào ô đo Pour-Thru Cell.



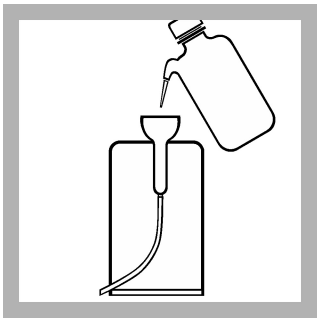
13. Khi dòng chảy dừng lại, nhấn **ZERO**. Màn hình sẽ hiển thị 0 µg/L PO_4^{3-}.



14. Rót dung dịch từ bình tam giác chứa mẫu đã chuẩn bị vào ô đo Pour-Thru Cell.



15. Nhấn **READ**. Kết quả hiển thị dưới dạng µg/L PO_4^{3-}.



16. Xả sạch Ô Đo Pour-Thru bằng ít nhất 50 mL nước đã khử ion ngay sau khi sử dụng.

Chuẩn bị thuốc thử

Chuẩn bị dung dịch ascorbic acid trước khi sử dụng.

1. Mở một chai Dung dịch Pha loãng Ascorbic Acid 450 mL và gắn phễu bột lên miệng chai. Đổ toàn bộ bột trong một lọ Ascorbic Acid Reagent Powder 48 g vào dung dịch pha loãng.
2. Đậy nắp lại, lắc và xoay đều chai nhiều lần cho đến khi bột tan hoàn toàn.

Màu vàng có thể xuất hiện theo thời gian, nhưng màu sắc này không ảnh hưởng đến kết quả. Dung dịch này đảm bảo kết quả chính xác ít nhất trong 1 tháng sau khi pha chế nếu được bảo quản ở 20–25 °C (68–77 °F).

3. Ghi ngày pha chế lên chai thuốc thử Axit Ascorbic. Loại bỏ phần dung dịch còn lại sau 1 tháng.
4. Không trộn thuốc thử mới với thuốc thử đã pha trước đó. Sử dụng thuốc thử này sau 1 tháng có thể dẫn đến giá trị nền cao và kết quả thấp ở nồng độ cao.

Vệ sinh dụng cụ thí nghiệm

Vệ sinh kỹ tất cả các bình chứa dùng trong thử nghiệm này để loại bỏ hoàn toàn dấu vết photphat còn sót lại.

1. Làm sạch bình chứa (không dùng chất tẩy rửa chứa photphat), sau đó tráng lại bằng nước khử ion chất lượng cao.
2. Ngâm trong dung dịch pha loãng tỉ lệ 1:25 của thuốc thử Molybdate với nước khử ion trong 10 phút.
3. Tráng lại nhiều lần bằng nước khử ion. Đóng kín bình khi không sử dụng. Chỉ dùng những bình này cho phân tích photphat. Nếu các bình được tráng và đóng kín sau mỗi lần sử dụng, chỉ cần xử lý bổ sung thỉnh thoảng.
4. Đổ hỗn hợp thuốc thử và nước này vào Ô Đổ-Thẳng (Pour-Thru Cell), để yên vài phút trước khi sử dụng. Sau đó tráng lại bằng nước khử ion.

Vệ sinh Ô Đổ-Thẳng

Ô Đổ-Thẳng có thể tích tụ các sản phẩm tạo màu, đặc biệt nếu dung dịch phản ứng để lâu trong ô sau khi đo.

1. Tráng Ô Đổ-Thẳng bằng dung dịch Amoni Hydroxit pha loãng tỉ lệ 1:5 để loại bỏ màu sắc.
2. Rửa sạch nhiều lần bằng nước khử ion.
3. Đậy phễu của Ô Đổ-Thẳng khi không sử dụng.

Các yếu tố gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Nhôm	Trên 200 mg/L
Asenat	Gây nhiễu ở mọi nồng độ
Crôm	Trên 100 mg/L
Đồng	Trên 10 mg/L
Hydro Sulfua	Gây nhiễu ở mọi nồng độ
Sắt	Trên 100 mg/L
Niken	Trên 300 mg/L
Mẫu có độ đệm cao hoặc pH mẫu quá mức	Có thể gây khó khăn cho việc điều chỉnh pH mẫu bằng các hóa chất. Có thể cần xử lý mẫu trước khi kiểm tra.
Silica	Lớn hơn 50 mg/L
Silicat	Trên 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 phần các hạt lơ lửng và làm cho lượng orthophosphate tách ra từ các hạt thay đổi.
Kẽm	Lớn hơn 80 mg/L

Phương pháp bổ sung tiêu chuẩn (thêm mẫu chuẩn)

Sử dụng phương pháp bổ sung tiêu chuẩn (áp dụng cho các thiết bị phù hợp) để xác minh quy trình kiểm tra, hóa chất và thiết bị cũng như phát hiện sự nhiễu trong mẫu. Chuẩn bị các vật dụng sau:

- Dung dịch chuẩn Phosphate, 50 mg/L (50.000 µg/L) dưới dạng PO_4^{3-} hoặc 15 mg/L (15.000 µg/L) dưới dạng PO_4^{3-}
- Dụng cụ mở ống ampule
- Bộ pipet TenSette®, dải 0,1–1,0 mL và đầu tip

1. Làm theo quy trình kiểm tra để đo nồng độ mẫu, sau đó giữ mẫu (chưa thêm chuẩn) trong thiết bị.
2. Chọn mục Bổ sung tiêu chuẩn trong menu thiết bị.
3. Chọn giá trị cho nồng độ chuẩn, thể tích mẫu và lượng chuẩn được thêm vào.
4. Mở dung dịch chuẩn.
5. Chuẩn bị ba mẫu đã bổ sung chuẩn: sử dụng pipet TenSette để 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. Khuấy đều để hòa trộn.
6. Sử dụng quy trình kiểm tra để đo nồng độ của từng mẫu đã bổ sung chuẩn. Bắt đầu với mẫu có lượng chuẩn nhỏ nhất. Đo từng mẫu đã bổ sung chuẩn trên thiết bị.
7. Chọn **Biểu đồ** để so sánh kết quả dự kiến và kết quả thực tế. ***Lưu ý:*** *Nếu kết quả thực tế khác biệt đáng kể so với dự kiến, hãy đảm bảo khối lượng mẫu và lượng chuẩn bổ sung đã được đo chính xác. Khối lượng mẫu và lượng chuẩn bổ sung sử dụng cần phù hợp với lựa chọn trong menu bổ sung chuẩn. Nếu kết quả không nằm trong giới hạn 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.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn Phosphate 1.000 mg/L (1000-µg/L)
  1. Sử dụng quy trình kiểm tra để đo nồng độ của dung dịch chuẩn.
  2. So sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế.

Lưu ý: *Hiệu chuẩn nhà máy có thể điều chỉnh nhẹ bằng tùy chọn chỉnh hiệu chuẩn chuẩn, để thiết bị hiển thị đúng giá trị của dung dịch chuẩn. Hiệu chuẩn đã điều chỉnh sẽ áp dụng cho mọi kết quả kiểm tra. Sự điều chỉnh này giúp nâng cao độ chính xác khi hóa chất hoặc thiết bị có biến động nhỏ.*

Hiệu suất phương pháp

Dữ liệu hiệu suất phương pháp sau đây được lấy từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm, đo bằng 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 khi Abs thay đổi 0,010
488	1000 µg/L PO_4^{3-}	970–1030 µg/L PO_4^{3-}	21 µg/L PO_4^{3-}

Tóm tắt phương pháp

Orthophosphat phản ứng với molybdat trong môi trường axit tạo thành phức hợp photphat/molybdat. Axit ascorbic sau đó khử phức hợp này, tạo ra màu xanh molypden đậm. Kết quả bao gồm orthophosphat trong mẫu, cùng với một phần nhỏ photphat ngưng tụ có thể bị thủy phân thành orthophosphat

trong quá trình kiểm tra. Bước sóng đo là 880 nm (710 nm đối với thiết bị DR1900).

Vật tư tiêu hao và phụ kiện thay thế

Hóa chất cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bộ thuốc thử Phốt pho dạng lỏng nhanh dải thấp, gồm:	—	—	2678600
Dung dịch pha loãng thuốc thử Axit Ascorbic	1 mL	450 mL	2599949
Bột thuốc thử Axit Ascorbic	dao động	48 g	2651255
Dung dịch thuốc thử Molybdate	2 mL	500 mL	2599849
Nước khử ion	dao động	4 L	27256

Thiết bị cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Ống đong chia vạch, polypropylene, 25 mL	1	mỗi cái	108140
Micropipet thể tích cố định, 1 mL	2 cái	mỗi cái	2946010
Bình tam giác Erlenmeyer, Polymethylpentene, nắp vặn, 125 mL	2 cái	mỗi cái	2089843
Phễu đựng bột	1	mỗi cái	2264467

Tiêu chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Tiêu chuẩn nước uống, đa thông số, vô cơ cho F^-, NO_3-N, PO_4^{3-}, SO_4^{2-}	500 mL	2833049
Dung dịch chuẩn Phosphate, 1 mg/L dưới dạng PO_4^{3-}	500 mL	256949
Dung dịch chuẩn Phosphate, 3 mg/L dưới dạng PO_4^{3-}	946 mL	2059716
Dung dịch chuẩn Phosphate, 50 mg/L, ống Voluette 10 mL®	16/bao	17110
Dung dịch chuẩn Phosphate, 15 mg/L dưới dạng PO_4^{3-}	100 mL	1424342
Dung dịch chuẩn nước thải, đa thông số, 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
Dung dịch Amoni Hydroxide, 58%	500 mL	10649
Dụng cụ mở ống Voluette 10 mL® Ống mẫu	mỗi cái	2196800
Chai lấy mẫu có nắp, nhựa polyethylene mật độ thấp, 250 mL	12 cái	2087076
Nước Brom, 30 g/L	29 mL	221120
Giấy lọc gấp, 3–5 micron, đường kính 12,5 cm	100 cái	69257
Phễu nhựa, 65 mm	mỗi cái	108367
Dung dịch Axit Hydrochloric, 6 N (1:1)	500 mL	88449
Ống pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL	mỗi cái	1970001
Đầu pipet cho pipet TenSette® , 0,1–1,0 mL	50/cái	2185696

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, 2020. All rights reserved.

01/2020, Edition 9