

# 总磷

## USEPA<sup>1</sup> PhosVer<sup>®</sup> 3 消解-抗坏血酸法

方法8190

测量范围：0.06 – 3.50 mg/L PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> 或 0.02 – 1.10 mg/L P

Test 'N Tube™ 管

应用范围：用于水、废水与海水。

<sup>1</sup> USEPA认可的废水分析方法(Standard Methods 4500 P-E).



### 测试准备工作

表1 仪器详细说明

仪器型号	遮光罩型号	适配器型号
DR 5000	—	—
DR 2800	LZV 646	—
DR 2700	LZV 646	—
DR/2500	—	—
DR/2400	—	5945700

### 测试开始前：

针对型号为DR 2800 和DR 2700的仪器：测试前请在适配器模块上方安装上遮光罩。

为了测试结果更加准确，每一批新的试剂都应该测定试剂空白值。试剂空白的测定同样按照测试步骤进行，只是把样品换成了去离子水进行测试。从最后的测试结果中将试剂空白值扣除，或者调整仪器的试剂空白。

本测试总磷测量范围为0.06 – 3.50 mg/L PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>，如果含量高于3.50 mg/L，此浓度只能用于估计稀释倍数，不可以作为测试结果。如果含量高于3.50 mg/L，稀释样品，重新消解样品后再进行测试。

本方法最终的测试样品中会含有钼，另外，最终的测试样品pH值会低于2，这样的溶液被美国联邦政府的资源保护和恢复法案(Federal RCRA, The Resource Conservation and Recovery Act)规定为危险废弃物。此溶液应该收集起来按照类型编号为D002的反应物进行处理处置。详细的处理处置信息请参见当前的化学品安全说明书(MSDS, Material Safety Data Sheet)和当地的化学品安全法规条例。

### 准备下列物品：

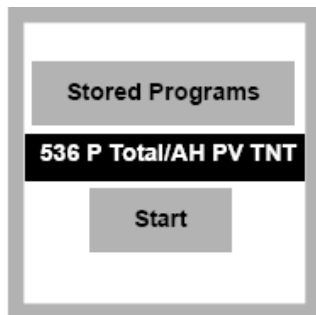
名称及描述	数量
总磷Test 'N Tube AmVer™试剂管测试组件	1
去离子水	根据用量而定
DBR 200 消解器, 15 × 16 mm	1
小漏斗	1
遮光罩或适配器 (请参见 仪器详细说明)	1
TenSette <sup>®</sup> 移液枪及其配套的枪头, 量程范围1 - 10 mL	1
试剂管架	1

订购信息请参看 消耗品和替代品信息

## PhosVer<sup>®</sup> 3 消解-抗坏血酸法 (Test 'N Tube<sup>™</sup> 管) 测试流程



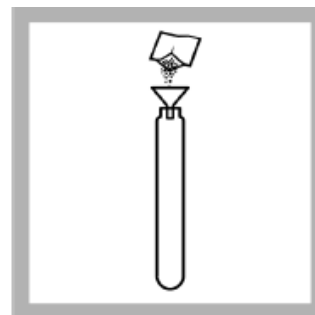
1. 打开DBR 200消解器，加热至150 °C。



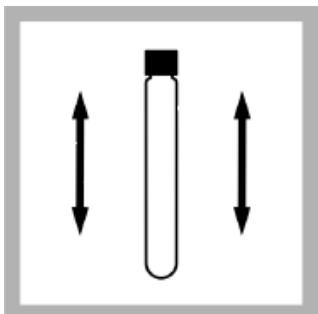
2. 选择测试程序。参照仪器详细说明书的要求插入适配器或遮光罩 (详细介绍请参见用户手册)。



3. 用TenSette<sup>®</sup> 移液枪向一个总磷测试 Test 'N Tube AmVer<sup>™</sup> 试剂管加入5.0 mL 样品。



4. 用小漏斗向试剂管中加入一包Potassium Persulfate 试剂粉枕包。



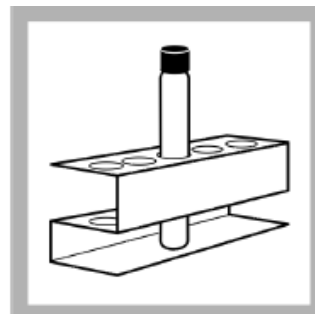
5. 盖紧盖子，摇晃使粉末溶解。



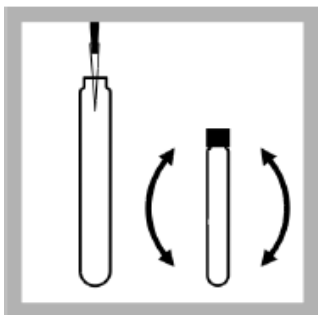
6. 将试剂管插入DBR 200消解器中。盖上防护罩。



7. 启动仪器定时器。计时加热30分钟。



8. 计时时间结束后，小心地将热的试剂管从消解器中取出，插在试剂管架上，冷却至室温 (18 – 25 °C)。



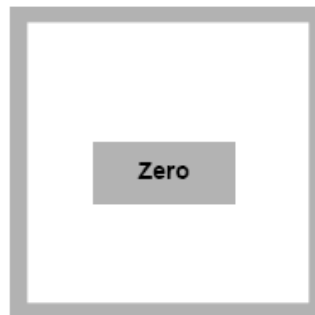
9. 用TenSette<sup>®</sup> 移液枪分别向试剂管中加入2 mL的1.54 N氢氧化钠溶液。盖上盖子，倒转以混合均匀。



10. 先用潮湿的抹布擦拭试剂管，再用干燥的布，擦去上面的指纹和其它污渍。

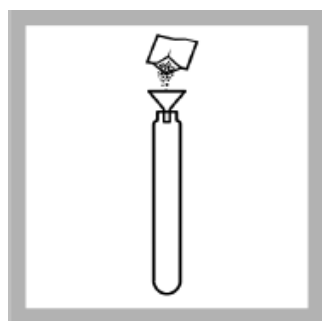


11. 将擦干净的试剂管放入16 mm圆形适配器中。

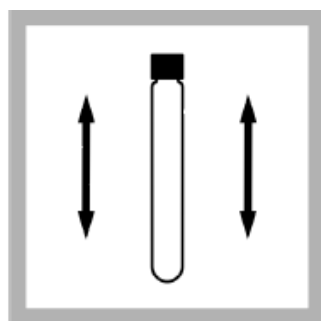


12. 按下“Zero(零)”键进行仪器调零。这时屏幕将显示：  
0.00 mg/L PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>

## PhosVer<sup>®</sup> 3消解-抗坏血酸法 (Test 'N Tube<sup>™</sup> 管) 测试流程 (续)



13. 用小漏斗向试剂管中加入一包PhosVer 3 试剂粉枕包。



14. 立即盖紧盖子, 摇晃20 - 30秒。试剂粉末可能不会完全溶解。



15. 启动仪器定时器。计时加热2分钟。

计时反应结束后的2 - 8分钟内进行读数。



16. 计时时间结束后, 先用潮湿的抹布擦拭试剂管, 再用干燥的布, 擦去上面的指纹和其它污渍。将擦干净的试剂管放入16 mm圆形适配器中。按下“Read(读数)”键读取总磷含量, 结果以mg/L PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>为单位。

## 干扰物质

表2 干扰物质

干扰成分	抗干扰水平及处理方法
铝	200 mg/L
砷酸盐	任何浓度水平下均会干扰测试。
铬	100 mg/L
铜	10 mg/L
铁	100 mg/L
镍	300 mg/L
具有极端pH值或强缓冲溶液	可能会超出试剂的缓冲能力。样品应先进行预处理, 将pH值调整至7左右。
硅	50 mg/L
硅酸盐	10 mg/L
硫化物	90 mg/L
浊度或色度	试剂中的酸性物质可能会使样品中的悬浮颗粒物溶解, 使溶液有浊度而造成读数不稳定, 因为正磷酸盐可能会因解吸附作用而从颗粒物上脱离下来。
锌	80 mg/L

## 样品的采集、保存与存储

- 样品采集时应使用1: 1盐酸\* 清洗、去离子水冲洗过的玻璃或塑料容器。
- 不要使用市售的含磷洗涤剂来清洗本测试中使用的玻璃仪器。
- 采样后立即分析的测试结果最可靠。
- 如果采样后不能立即进行分析测试, 请使用硫酸\* (至少2 mL浓硫酸/ L水)将样品的pH值调整至2或者2以下以保存。
- 将样品置于4 °C (即39 °F )的条件下进行保存, 最长可以保存28天。
- 测试分析前, 请先将样品加热至室温, 用5.0 N氢氧化钠溶液\* 中和样品酸性, 将样品的pH值调整至7左右。
- 根据样品体积增加量修正测试结果。

\* 订购信息请参看 可选择得试剂与仪器

## 准确度检查方法

### 标准加入法(加标法)

准确度检查所需的试剂与仪器：

- 磷Voulette<sup>®</sup> 安瓿瓶标准溶液，浓度为50 mg/L PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>，10 mL
- 安瓿瓶开口器
- TenSette<sup>®</sup> 移液枪及配套的枪头
- 混合量筒，25 mL，三个

1. 用1: 1盐酸标准溶液清洗玻璃仪器。再用去离子水冲洗。不要使用含磷洗涤剂来清洗本测试中使用的玻璃仪器。
2. 读取测试结果后，将装有样品的比色皿(尚未加入标准物质)留在仪器中。
3. 在仪器菜单中选择标准添加程序：

仪器型号	菜单选择
DR 5000	选项/ 更多/ 标准添加
DR 2800	选项/ 更多/ 标准添加
DR 2700	选项/ 更多/ 标准添加
DR/2500	选项/ 标准添加
DR/2400	选项/ 标准添加

4. 按“OK(好)”键确认标样浓度、样品体积和加标体积的默认值。按“EDIT(编辑程序)”键可以修改这些默认值。当这些值确认好后，未加标的样品读数将显示在顶端的一行。更多详细信息请参见用户手册。
5. 打开浓度为50 mg/L PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>的磷Voulette<sup>®</sup> 安瓿瓶标准试剂。
6. 用TenSette<sup>®</sup> 移液枪准备三个加标样。将样品倒入三个混合量筒中，液面与25 mL刻度线平齐。使用TenSette<sup>®</sup> 移液枪分别向三个混合量筒中依次加入0.1 mL，0.2 mL和0.3 mL的标准物质，混合均匀。
7. 从0.1 mL的加标样开始，按照上述 **PhosVer<sup>®</sup> 3 消解-抗坏血酸法 (Test 'N Tube<sup>™</sup> 管) 测试流程** 依次对三个加标样品进行测试。按“Read(读数)”键确认接受每一个加标样品的测试值。
8. 加标测试过程结束后，按“Graph(图表)”键将显示出根据加标数据计算得到的最佳拟合曲线，说明本底干扰的存在与否。按“Ideal Line(理想线条)”键将显示出样品加标与100%回收率的“理想线条”之间的关系。每个加标样都应该达到约100%的加标回收率。

### 标准溶液法

**注意：**具体的程序选择操作过程请参见用户操作手册。

所需的试剂与仪器设备：

- 磷标准溶液，浓度为3.0 mg/L

1. 用浓度为3.0 mg/L的磷标准溶液代替样品按照上述 **PhosVer<sup>®</sup> 3 消解-抗坏血酸法 (Test 'N Tube<sup>™</sup> 管) 测试流程** 进行测试。
2. 用浓度为3.0 mg/L的磷标准溶液校准标准曲线，在仪器菜单中选择标准溶液校准程序：

仪器型号	菜单选择
DR 5000	选项/ 更多/ 标准调整
DR 2800	选项/ 更多/ 标准调整
DR 2700	选项/ 更多/ 标准调整
DR/2500	选项/ 标准调整
DR/2400	选项/ 标准调整

4. 打开标准调整界面，确认接受当前标准溶液浓度。如果使用了其他浓度的标准溶液，输入标准溶液的实际浓度，并确认用此溶液浓度校准标准曲线。

## 方法精确度

程序号	仪器型号	标样浓度	精确度 具有95%置信度的浓度区间	灵敏度 每0.010 Abs吸光度改变时的浓度变化
536	DR 5000	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>
	DR 2800			
	DR 2700		2.90 – 3.10 mg/L PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	0.06 mg/L PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>
	DR/2500			
	DR/2400			

## 方法解释

分析测试前，有机和浓缩的无机形式的磷酸盐(偏、焦或多磷酸盐)必须转化为可以反应的正磷酸盐。用酸和加热的样品预处理可以提供浓缩的无机形式的磷酸盐发生水解作用的条件。有机磷酸盐在酸液和过硫酸盐溶液中加热后可以转化为正磷酸盐。

正磷酸盐与钼酸盐在酸性介质中发生反应，生成一种混合的磷酸盐/钼酸盐配合物。抗坏血酸还原此含钼配合物使溶液呈深蓝色。测试结果是在波长为880 nm的可见光下读取的。

## 消耗品和替代品信息

### 需要用到试剂

试剂名称及描述	数量/每次测量	单位	产品订货号
总磷Test 'N Tube AmVer™试剂管测试组件，50次测试，包括	—	—	2742645
PhosVer® 3 磷试剂粉枕包	1	50 /pkg	2076046
Potassium Persulfate 粉枕包	1	50 /pkg	2084766
1.54 N的氢氧化钠溶液	2 mL	100 mL	2743042
Acid Hydrolyzable Test 试剂管 <sup>1</sup>	1	50 /pkg	—
去离子水	根据用量而定	100 mL	27242

<sup>1</sup> 测试组件中的配套产品，不单独提供

### 需要用到仪器

仪器名称及描述	数量/每次测量	单位	产品订货号
DBR 200 消解器，110 V，15 × 16 mm	1	每次	LTV082.53.40001
DBR 200 消解器，220 V，15 × 16 mm	1	每次	LTV082.52.40001
小漏斗	1	每次	2584335
TenSette® 移液枪，量程范围为1.0 - 10 mL	1	每次	1970010
与TenSette® 移液枪19700-10配套的枪头	1	250 /pkg	2199725
试剂管架	1	每次	1864100

### 推荐使用的标准样品

标准样品名称及描述	单位	产品订货号
饮用水无机混合指标标准溶液，用于F <sup>-</sup> 、NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> 、PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> 、SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	500 mL	2833049
磷Voluette® 安瓿瓶标准溶液，浓度为50 mg/L PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> ，10 mL	16 /pkg	17110
磷标准溶液，浓度为1 mg/L PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	500 mL	256949
磷标准溶液，浓度为3 mg/L PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	946 mL	2059716
无机废水标准溶液，用于NH <sub>3</sub> -N、NO <sub>3</sub> -N、PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> 、COD、SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> 、TOC	50 mL	2833249
10 mL Voluette® 安瓿瓶开口器	每次	2196800

## 可选择的试剂与仪器

名称及描述	单位	产品订货号
混合量筒	25 mL	189640
移液管, A级, 2.00 mL	1	每次
盐酸, 6.0 N, 1: 1	500 mL	88449
氢氧化钠溶液, 5.0 N	1000 mL	245053
浓硫酸	500 mL	97949
TenSette <sup>®</sup> 移液枪, 量程范围为0.1 - 1.0 mL	每次	1970001
与TenSette <sup>®</sup> 移液枪19700-01配套的枪头	50 /pkg	2185696
与TenSette <sup>®</sup> 移液枪19700-01配套的枪头	1000 /pkg	2185628
低密度带盖聚乙烯采样瓶, 250 mL	12 /pkg	2087076
pH试纸, 测量范围为0 - 14	100 /pkg	2601300
去离子水	4 L	27256
无汞环保温度计, 测量范围为-10 - 225 °C	每次	2635700
手指护套	2 /pkg	1464702

## 可选择的标准样品

标准样品名称及描述	单位	产品订货号
磷标准溶液, 浓度为10 mg/L	946 mL	1436716
磷标准溶液, 浓度为15 mg/L	100 mL	1424342
磷标准溶液, 浓度为100 mg/L	100 mL	1436832
磷Voluette <sup>®</sup> 安瓿瓶标准溶液, 浓度为500 mg/L	16 /pkg	1424210
磷标准溶液, 浓度为500 mg/L	100 mL	1424232