

# 总磷

## 消解-钼锑抗法<sup>1</sup>

方法 10127

高浓度测量范围：1.0 – 100.0 mg/L PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>

Test 'N Tube™ 管

应用范围：用于水与废水。

<sup>1</sup> 改编自 *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.*, (4500 B-C).



### 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。

空白值样品可以多次使用，但不可以隔夜存放。

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 |
|------------------------------------|----|
| 高量程总磷Test 'N Tube AmVer™试剂管测试组件    | 1  |
| DBR 200 消解器，15 × 16 mm             | 1  |
| 遮光罩或适配器 (请参见 <i>仪器详细说明</i> )       |    |
| TenSette® 移液枪及其配套的枪头，量程范围1 - 10 mL | 1  |
| 试剂管架                               | 1  |
| 小漏斗                                | 1  |

订购信息请参看 *消耗品和替代品信息*

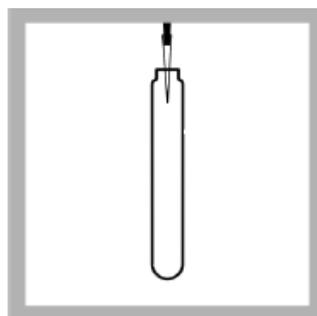
## 消解-钼锑抗法 (Test 'N Tube™ 管) 测试流程



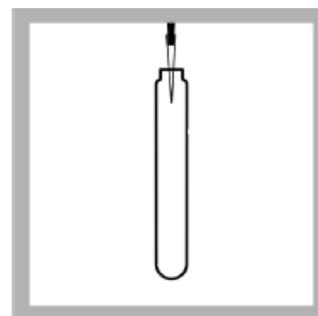
1. 打开DRB 200消解器，加热至150 °C。



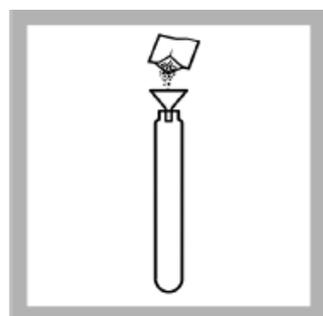
2. 选择测试程序。参照**仪器详细说明书**的要求插入适配器或遮光罩 (详细介绍请参见用户手册)。  
\* 型号为DR/2400和DR/2500的仪器请选择程序号541。



3. 空白值的测定：用TenSette® 移液枪向一个高量程总磷测试 Test 'N Tube AmVer™ 试剂管加入5.0 mL去离子水。



4. 样品的测定：用TenSette® 移液枪向第二个高量程总磷测试 Test 'N Tube AmVer™ 试剂管加入5.0 mL样品。



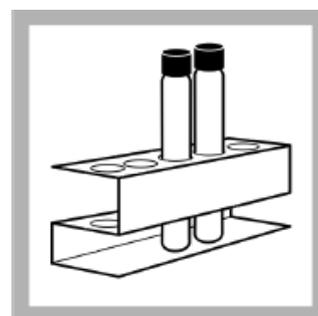
5. 分别向两个Test 'N Tube 试剂管中各加入一包 Potassium Persulfate 试剂粉枕包。盖紧盖子，摇晃以混合均匀。



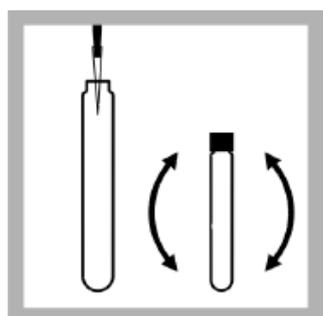
6. 将试剂管插入DRB 200消解器中。盖上防护罩。



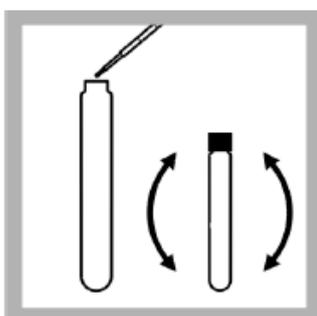
7. 启动仪器定时器。计时加热30分钟。



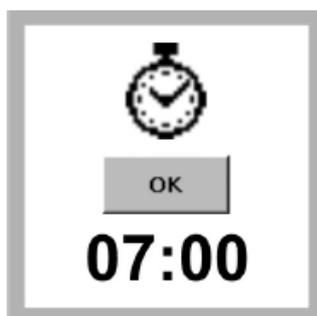
8. 计时时间结束后，小心地将热的试剂管从消解器中取出，插在试剂管架上，冷却至室温 (18 – 25 °C)。



9. 用TenSette® 移液枪分别向两个试剂管中各加入2.0 mL的1.54 N氢氧化钠溶液。盖上盖子，倒转以混合均匀。



10. 用聚乙烯滴管分别向两个试剂管中各加入0.5mL的 Molybdovanadate 钼钒杂多酸盐试剂溶液。盖上盖子，倒转以混合均匀。



11. 启动仪器定时器。计时反应7分钟。在加入 Molybdovanadate 钼钒杂多酸盐试剂溶液后的7到9分钟内读数。

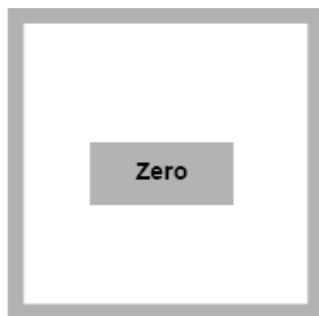


12. 计时时间结束后，先用潮湿的抹布擦拭试剂管，再用干燥的布，擦去上面的指纹和其它污渍。

## 消解-钼锑抗法 (Test 'N Tube™ 管) 测试流程 (续)



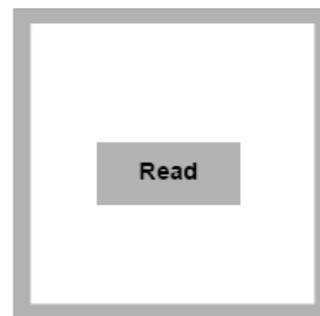
13. 将擦干净的空白试剂管放入16 mm圆形适配器中。



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



15. 将装有样品的试剂管放入16 mm圆形适配器中。



16. 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

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。

下面的表格 干扰物质 显示了干扰物质的名称、抗干扰水平及干扰类型。表格 非干扰物质(低于1000 mg/L) 显示了含量低于1000 mg/L时不会对测试产生干扰的物质。

表2 干扰物质

| 干扰成分               | 抗干扰水平及处理方法  |
|--------------------|---|
| 砷酸盐                | 加入Molybdovanadate 钼钒杂多酸盐试剂溶液后(消解后) <sup>1</sup> ，样品温度的升高会产生正干扰。消解后先冷却后，再加入试剂溶液。 |
| 亚铁离子               | 如果铁含量低于100 mg/L，亚铁离子产生的蓝色不会产生干扰。  |
| 钼酸盐                | 高于1000 mg/L时产生负干扰。  |
| 硅                  | 加入Molybdovanadate 钼钒杂多酸盐试剂溶液后(消解后) <sup>1</sup> ，样品温度的升高会产生正干扰。消解后先冷却后，再加入试剂溶液。 |
| 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。  |
| 氟化物、钍、铋、硫代硫酸盐或硫氰酸盐 | 产生负干扰。  |
| 低温(低于18 °C)        | 产生负干扰。  |
| 高温(高于25 °C)        | 产生正干扰。<br>样品消解后，在加入Molybdovanadate 钼钒杂多酸盐试剂或氢氧化钠溶液前，应该先冷却至室温(18 – 25 °C)。       |

<sup>1</sup> 稍微将样品加热升温至室温的过程不会对测试产生干扰。

表3 非干扰物质(低于1000 mg/L)

|       |        |        |        |
|-------|--------|--------|--------|
| 焦磷酸盐  | 四硼酸盐   | 硒酸盐    | 苯甲酸盐   |
| 柠檬酸盐  | 草酸盐    | 乳酸盐    | 酒石酸盐   |
| 甲酸盐   | 水杨酸盐   | 铝离子    | 三价铁离子  |
| 镁离子   | 钙离子    | 钡离子    | 锶离子    |
| 锂离子   | 钠离子    | 钾离子    | 铵根离子   |
| 镉离子   | 锰离子    | 硝酸根离子  | 亚硝酸根离子 |
| 硫酸根离子 | 亚硫酸根离子 | 铅离子    | 亚汞离子   |
| 汞离子   | 锡离子    | 铜离子    | 镍离子    |
| 银离子   | 铀离子    | 钴离子    | 硝酸盐离子  |
| 溴离子   | 碳酸根离子  | 高氯酸根离子 | 氰根离子   |
| 碘酸根离子 | 硅酸根离子  |        |        |

## 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。

## 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500 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500 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 **消解-钼锑抗法 (Test 'N Tube™ 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50 mg/L

1. 用浓度为50 mg/L的磷标准溶液代替样品按照上述 **消解-钼锑抗法 (Test 'N Tube™ 管) 测试流程** 进行测试。
2. 用浓度为50 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。

\* 订购信息请参看 **可选择得试剂与仪器**

## 方法精确度

| 程序号 | 仪器型号    | 标样浓度                                  | 精确度<br>具有95%置信度的浓度区间                           | 灵敏度<br>每0.010 Abs吸光度改变时的浓度变化           |
|-----|---------|---------------------------------------|--|--|
| 542 | DR 5000 | 50 mg/L PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> | 49.4 – 50.6 mg/L PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> | 0.7 mg/L PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> |
|     | DR 2800 |                                       |  |  |
|     | DR 2700 |                                       |  |  |
| 541 | DR/2500 |                                       | 49.5 – 50.5 mg/L PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> | 1.0 mg/L PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> |
|     | 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。在钒的存在下，生成黄色的磷钼钒杂多酸。黄色的深浅和磷含量成正比例关系。测试结果是在波长为420 nm的可见光下读取的。

## 消耗品和替代品信息

### 需要用到的试剂

| 试剂名称及描述                                  | 数量/每次测量 | 单位      | 产品订货号   |
|--|---------|---------|---------|
| 高量程总磷Test 'N Tube AmVer™试剂管测试组件，包括       | —       | 25管     | 2767245 |
| (1) Molybdovanadate 试剂                   | 0.5 mL  | 25 mL   | 2076026 |
| (1) Potassium Persulfate 粉枕包             | 1       | 50 /pkg | 2084766 |
| (1)1.54 N的氢氧化钠溶液                         | 2 mL    | 100 mL  | 2743042 |
| (1)总磷Test 'N Tube AmVer™试剂管 <sup>1</sup> | 1       | 50 /pkg | —       |
| (2)去离子水                                  | 5 mL    | 100 mL  | 27242   |

<sup>1</sup> 测试组件中的配套产品，不单独提供

### 需要用到的仪器

| 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 |
| 塑料滴管，带0.5 mL和1.0 mL刻度线       | 1       | 20 /pkg  | 2124720         |
| TenSette® 移液枪，量程范围为1 - 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   |
|--|---------|---------|
| 磷Voluette® 安瓿瓶标准溶液，浓度为500 mg/L PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> ，10 mL                        | 16 /pkg | 1424210 |
| 磷标准溶液，浓度为50 mg/L PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>   | 500 mL  | 17149   |
| 无机废水标准溶液，用于NH <sub>3</sub> -N、NO <sub>3</sub> -N、PO <sub>4</sub> 、COD、SO <sub>4</sub> 、TOC | 500 mL  | 2833149 |
| 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   |
|--|----|---------|
| 1: 1盐酸, 6.0 N  |    | 88449   |
| 氢氧化钠溶液, 5.0 N  |    | 245053  |
| 浓硫酸  |    | 97949   |
| 与TenSette <sup>®</sup> 移液枪19700-10配套的枪头 <sup>1</sup> |    | 2199796 |
| TenSette <sup>®</sup> 移液枪, 量程范围为0.1 - 1.0 mL         |    | 1970001 |
| 与TenSette <sup>®</sup> 移液枪19700-01配套的枪头 <sup>1</sup> |    | 2185696 |
| 与TenSette <sup>®</sup> 移液枪19700-01配套的枪头 <sup>1</sup> |    | 2185628 |
| pH试纸, 测量范围为0 - 14                                    |    | 2601300 |
| 去离子水   |    | 27256   |
| 无汞环保温度计, 测量范围为-10 - 225 °C                           |    | 2635700 |
| 手指护套   |    | 1464702 |
| 低密度带盖聚乙烯采样瓶, 250 mL                                  |    | 2087076 |
| 混合量筒, 25 mL  |    | 189640  |
| 小漏斗  |    | 2584335 |

<sup>1</sup> 可根据需要选择其他尺寸的。

## 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30 mg/L                                 | 946 mL  | 1436716 |
| 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50 mg/L, 10 mL | 16 /pkg | 17110   |
| 磷标准溶液, 浓度为500 mg/L                                | 100 mL  | 1424232 |