

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6202 : 2008

ISO 6878 : 2004

Xuất bản lần 2

**CHẤT LƯỢNG NƯỚC – XÁC ĐỊNH PHOSPHO –
PHƯƠNG PHÁP ĐO PHỔ DÙNG AMONI MOLIPDAT**

*Water quality – Determination of phosphorus –
Ammonium molybdate spectrometric method*

HÀ NỘI – 2008

Lời nói đầu

TCVN 6202 : 2008 Thay thế TCVN 6202 : 1996

TCVN 6202 : 2008 hoàn toàn tương đương với ISO 6878 : 2004.

TCVN 6202 : 2008 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC 147 *Chất lượng nước* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lời giới thiệu

Tiêu chuẩn này quy định việc xác định các dạng hợp chất phospho khác nhau trong nước ngầm, nước mặt và nước thải với các nồng độ khác nhau, ở dạng hoà tan và không tan.

Người sử dụng tiêu chuẩn này phải nhận thức những vấn đề cụ thể về an toàn và vệ sinh, có thể cần qui định thêm một số điều kiện.

Chất lượng nước – Xác định phospho – Phương pháp đo phổ dùng amoni molipdat

*Water quality - Determination of phosphorus -
Ammonium molybdate spectrometric method*

Cảnh báo – Những người sử dụng tiêu chuẩn này phải thông thạo với kỹ thuật thông thường của phòng thí nghiệm. Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các vấn đề an toàn trong khi sử dụng tiêu chuẩn, nếu có. Trách nhiệm của người sử dụng tiêu chuẩn là thiết lập các điều kiện đảm bảo an toàn và vệ sinh thích hợp để tuân thủ đúng qui định của quốc gia. Điều rất quan trọng là các thử nghiệm được tiến hành theo tiêu chuẩn này phải do nhân viên có trình độ thực hiện. Dung dịch muối molybdat và antimon phải được thải bỏ đúng qui định

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định các phương pháp xác định

- Octophosphat (xem Điều 4)
- Phosphat sau khi chiết với dung môi (xem Điều 5)
- Phosphat có thể thủy phân được và octophosphat (xem Điều 6)
- Tổng Phospho sau khi phân huỷ (xem Điều 7 và 8).

Các phương pháp này có thể áp dụng với tất cả các loại nước kể cả nước biển và nước thải. Nồng độ phospho trong khoảng từ 0,005 mg/l đến 0,8 mg/l có thể xác định theo phương pháp này không cần pha loãng.

Quy trình chiết cho phép xác định phospho ở nồng độ nhỏ hơn với giới hạn phát hiện khoảng 0,0005 mg/l.

2 Cản trở

Một vài chất cản trở đã biết nêu ra trong Phụ lục A. Có thể có các chất cản trở khác và cần phải kiểm lại nếu có thì phải loại bỏ chúng.

3 Nguyên tắc

Phản ứng giữa ion octophosphat và một dung dịch axit chứa molipdat và ion antimon tạo ra phức chất antimon phosphomolipdat.

Khử phức chất bằng axit ascorbic tạo thành phức chất molipden màu xanh đậm. Đo độ hấp thụ của phức chất để xác định nồng độ octophosphat.

Xác định polyphosphat và một số hợp chất phospho hữu cơ bằng cách thủy phân chúng với axit sulfuric để chuyển sang dạng octophosphat phản ứng với molipdat.

Một số hợp chất phospho hữu cơ được chuyển thành octophosphat bằng vô cơ hoá với persulfat. Nếu cần xử lý cẩn thận thì vô cơ hoá với axit nitric-axit sulfuric.

4 Xác định octophosphat

4.1 Thuốc thử

Chỉ dùng các thuốc thử loại phân tích và dùng nước có hàm lượng phospho không đáng kể so với nồng độ phospho nhỏ nhất trong mẫu cần xác định.

Với hàm lượng phosphat thấp, cần dùng nước cất hai lần với dụng cụ cất hoàn toàn bằng thủy tinh

4.1.1 Dung dịch axit sulfuric, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 9 \text{ mol/l}$

Cho 500 ml \pm 5 ml nước vào cốc 2 l. Thêm cẩn thận, vừa khuấy vừa làm lạnh 500 ml \pm 5 ml axit sulfuric, $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$. Khuấy đều và để dung dịch nguội đến nhiệt độ phòng.

4.1.2 Dung dịch axit sulfuric, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 4,5 \text{ mol/l}$

Cho 500 ml \pm 5 ml nước vào cốc 2 l. Thêm cẩn thận, vừa khuấy vừa làm nguội 500 ml \pm 5 ml axit sulfuric (4.1.1). Khuấy đều và để dung dịch nguội đến nhiệt độ phòng.

4.1.3 Dung dịch axit sulfuric, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 2 \text{ mol/l}$

Cho 300 ml \pm 3 ml nước vào cốc 1 l. Thêm cẩn thận 110 ml \pm 2 ml dung dịch axit sulfuric (4.1.1) vừa khuấy đều vừa làm nguội. Pha loãng với nước trong bình định mức tới 500 ml \pm 2 ml và trộn đều.

4.1.4 Dung dịch natri hydroxit, $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/l}$

Hoà tan 80 g \pm 1 g natri hydroxyt dạng hạt trong nước, làm lạnh và pha loãng với nước tới 1 l.

4.1.5 Dung dịch axit ascorbic, $\rho = 100 \text{ g/l}$

Hoà tan 10 g \pm 0,5 g axit ascorbic ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) trong 100 ml \pm 5 ml nước.

CHÚ THÍCH: Dung dịch này ổn định trong hai tuần nếu giữ trong bình thủy tinh màu nâu trong tủ lạnh và có thể sử dụng được lâu nếu dung dịch này vẫn là không màu

4.1.6 Molipdat trong axit, Dung dịch I.

Hoà tan $13 \text{ g} \pm 0,5 \text{ g}$ amoni heptamolipdat ngậm bốn nước $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ trong $100 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$ nước. Hoà tan $0,35 \text{ g} \pm 0,05 \text{ g}$ antimon kali tartrat ngậm 1/2 nước $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}]$ trong $100 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$ nước.

Cho dung dịch molipdat vào $300 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$ dung dịch axit sulfuric (4.1.1), khuấy liên tục. Thêm dung dịch tartrat và trộn đều.

CHÚ THÍCH Thuốc thử này ổn định ít nhất trong hai tháng nếu được giữ trong bình thủy tinh màu nâu.

4.1.7 Molipdat trong axit, dung dịch II.

Hoà cẩn thận $230 \text{ ml} \pm 0,5 \text{ ml}$ dung dịch axit sulfuric (4.1.1) trong $70 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$ nước, làm nguội. Hoà tan $13 \text{ g} \pm 0,5 \text{ g}$ amoni heptamolipdat ngậm bốn nước $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ trong $100 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$ nước. Thêm dung dịch axit và trộn đều. Hoà tan $0,35 \text{ g} \pm 0,05 \text{ g}$ antimon kali tartrat ngậm 1/2 nước $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}]$ trong $100 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$ nước. Thêm dung dịch axit - molipdat và trộn đều.

Dùng các thuốc thử này khi mẫu đã được axit hóa bằng axit sulfuric (4.1.2). (xem điều 6,7 và 8).

CHÚ THÍCH Thuốc thử này ổn định ít nhất trong hai tháng nếu được bảo quản trong bình thủy tinh màu nâu.

4.1.8 Dung dịch bổ chính độ đục-màu

Trộn hai phần thể tích dung dịch axit sulfuric (4.1.2) và một phần thể tích axit ascorbic (4.1.5).

CHÚ THÍCH Thuốc thử này ổn định trong vài tuần nếu được bảo quản trong bình thủy tinh nâu và để trong tủ lạnh.

4.1.9 Dung dịch natri thiosulphat pentahydrat, $\rho = 12,0 \text{ g/l}$.

Hoà tan $1,20 \text{ g} \pm 0,05 \text{ g}$ natri thiosulphat ngậm năm nước $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})$ trong $100 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$ nước. Thêm $0,05 \text{ g} \pm 0,005 \text{ g}$ natri cacbonat (Na_2CO_3) làm chất bảo quản.

CHÚ THÍCH Thuốc thử này ổn định ít nhất trong bốn tuần nếu bảo quản trong bình thủy tinh màu nâu.

4.1.10 Dung dịch chuẩn gốc octophosphat, $\rho_P = 50 \text{ mg/l}$.

Sấy khô vài gam kali dihydrogen phosphat tới khối lượng không đổi ở $105 \text{ }^\circ\text{C}$. Hoà tan $0,2197 \text{ g} \pm 0,0002 \text{ g}$ KH_2PO_4 trong khoảng $800 \text{ ml} \pm 10 \text{ ml}$ nước trong bình định mức 1000 ml . Thêm $10 \text{ ml} \pm 0,5 \text{ ml}$ dung dịch axit sulfuric (4.1.2) và thêm nước tới vạch.

Có thể sử dụng dung dịch chuẩn gốc sẵn có ở thị trường.

Dung dịch này ổn định ít nhất trong ba tháng nếu được bảo quản trong bình thủy tinh nút kín. Nên bảo quản ở khoảng $4 \text{ }^\circ\text{C}$ trong tủ lạnh.

TCVN 6202 : 2008

4.1.11 Dung dịch chuẩn octophosphat, $\rho_P = 2 \text{ mg/l}$.

Dùng pipet lấy 20 ml \pm 0,01 ml dung dịch chuẩn gốc octophosphat (4.1.10) cho vào bình định mức 500 ml. Thêm nước tới vạch và trộn đều.

Chuẩn bị dung dịch trong ngày phân tích.

CHÚ THÍCH 1 ml dung dịch chuẩn chứa 2 μg P.

4.1.12 Axit clohydric, $\rho (\text{HCl}) = 1,19 \text{ g/ml}$.

4.1.13 Axit clohydric, $c (\text{HCl}) = 2,5 \text{ mol/l}$.

Cẩn thận thêm 200 ml \pm 10 ml axit clohydric (4.1.12) vào 500 ml \pm 10 ml nước. Khuấy và làm nguội đến nhiệt độ phòng, làm đầy tới 1 000 ml bằng nước.

4.2 Thiết bị, dụng cụ

4.2.1 Máy đo phổ, loại "làng kính", loại chia vạch hoặc loại kính lọc, loại có khả năng đạt được các cuvet dày từ 10 mm đến 50 mm.

Máy đo phổ được chọn cần thích hợp để đo độ hấp thụ trong vùng khả kiến và vùng hồng ngoại gần của quang phổ. Bước sóng nhạy nhất là 880 nm, nếu chấp nhận độ nhạy thấp hơn có thể đo ở 700 nm.

CHÚ THÍCH Giới hạn phát hiện của phương pháp này sẽ tốt hơn nếu sử dụng máy đo phổ với cuvet 100 mm.

4.2.2 Bộ phận gắn thiết bị lọc, để giữ bộ lọc màng với kích thước lỗ 0,45 μm .

4.2.3 Dụng cụ thủy tinh

Trước khi sử dụng, tất cả dụng cụ thủy tinh cần rửa với dung dịch axit HCl (4.1.13), ở khoảng nhiệt độ từ 40 °C đến 50 °C và tráng kỹ với nước. Không dùng chất tẩy rửa chứa phosphat.

Dụng cụ thủy tinh chỉ dùng cho xác định phospho. Sau khi dùng cần rửa sạch như trên, che đậy và giữ cho tới khi cần dùng.

Đồ thủy tinh dùng cho giai đoạn tạo màu thỉnh thoảng cần tráng với dung dịch natri hydroxyt (4.1.4), tiếp theo cần tráng kỹ bằng nước (4.1) để loại trừ cặn các phức chất có màu có xu hướng bám thành màng mỏng trên thành đồ thủy tinh.

4.3 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

4.3.1 Lấy mẫu

Lấy mẫu phòng thí nghiệm vào lọ polyetylen, polyvinyl clorua hoặc tốt nhất là bình thủy tinh. Trong trường hợp nồng độ phosphat thấp, nhất thiết phải dùng bình thủy tinh.

4.3.2 Chuẩn bị mẫu thử

Lọc mẫu (4.3.1) trong vòng 4 h sau khi lấy mẫu, nếu mẫu đã được giữ lạnh, cần đưa về nhiệt độ trong phòng trước khi lọc.

Rửa sạch màng lọc có kích thước lỗ $0,45 \mu\text{m}$ bằng cách cho 200 ml nước ấm từ 30°C đến 40°C chảy qua để loại bỏ các phosphat. Loại bỏ phần nước rửa này. Lọc mẫu qua màng lọc và đổ bỏ 10 ml dịch lọc đầu tiên. Lấy phần dịch lọc còn lại cho vào bình thủy tinh sạch, khô để xác định ngay octophosphat (4.4.4).

Nếu dịch lọc có pH nằm ngoài khoảng từ 3 đến 10, điều chỉnh bằng dung dịch NaOH (4.1.4) hoặc dung dịch H_2SO_4 (4.1.3).

Thời gian lọc phải không quá 10 min. Nếu cần thiết, dùng bộ lọc có đường kính lớn hơn.

Cần phải kiểm tra hàm lượng phospho của màng lọc hoặc phải rửa như đã mô tả. Các màng lọc bán sẵn trên thị trường không chứa phospho cũng phải rửa như mô tả trên đây.

4.4 Cách tiến hành

4.4.1 Phần mẫu thử

Thể tích phần mẫu thử lớn nhất dùng là 40,0 ml. Thể tích này phù hợp để xác định nồng độ octophosphat tới $\rho_p = 0,8 \text{ mg/l}$ khi dùng cuvet dày 10 mm. Thể tích phần mẫu thử nhỏ hơn cần được dùng để tạo thuận lợi khi xác định nồng độ phosphat cao hơn như trình bày trong Bảng 1. Tương tự, nồng độ phosphat thấp có thể xác định được bằng cách đo độ hấp thụ trong cuvet dày 40 mm hoặc 50 mm.

Bảng 1 - Nồng độ và thể tích mẫu

Nồng độ octophosphat mg/l	Thể tích phần mẫu thử ml	Chiều dày cuvet mm
0,0 đến 0,8	40,0	10
0,0 đến 1,6	20,0	10
0,0 đến 3,2	10,0	10
0,0 đến 6,4	5,0	10
0,0 đến 0,2	40,0	40 hoặc 50

4.4.2 Thử mẫu trắng

Tiến hành thử mẫu trắng song song với phân tích mẫu, theo đúng quy trình, cùng một lượng thuốc thử nhưng dùng thể tích nước tương ứng thay cho mẫu thử.

4.4.3 Hiệu chuẩn

4.4.3.1 Chuẩn bị dãy dung dịch hiệu chuẩn

Dùng pipet lấy tương ứng, ví dụ 1,0 ml; 2,0 ml; 3,0 ml; 4,0 ml; 5,0 ml; 6,0 ml; 7,0 ml; 8,0 ml; 9,0 ml và 10,0 ml dung dịch chuẩn octophosphat (4.1.11) cho vào bình định mức 50 ml. Pha loãng với nước tới khoảng 40 ml. Những dung dịch này chứa các nồng độ octophosphat $\rho_p = 0,04$ mg/l đến 0,4 mg/l.

4.4.3.2 Tạo màu

Thêm vào mỗi bình 1 ml dung dịch axit ascorbic (4.1.5) tiếp theo là 2 ml dung dịch axit molipdat I (4.1.6). Thêm nước tới vạch và lắc kỹ.

Quá trình tiến hành cho các khoảng nồng độ phosphat khác được nêu ở Bảng 1.

CHÚ THÍCH Độ hấp thụ đo ở 700 nm bị giảm khoảng 30 % độ nhạy so với đo ở 880 nm

4.4.3.3 Đo phổ

Đo độ hấp thụ của mỗi dung dịch bằng máy đo phổ (4.2.1) sau 10 min và 30 min ở bước sóng 880 nm, hoặc 700 nm nếu chấp nhận độ nhạy thấp hơn. Dùng nước để đối chứng.

4.4.3.4 Dụng đường chuẩn

Vẽ đồ thị hấp thụ (theo trục y) và hàm lượng phospho (theo trục x), (mg/l), của dãy dung dịch hiệu chuẩn. Tương quan giữa độ hấp thụ (trục y) với hàm lượng phospho (trục x) là tuyến tính. Xác định độ dốc của đồ thị.

Thường xuyên kiểm tra lại tính tuyến tính của đồ thị, đặc biệt là khi dùng mẻ hoá chất mới.

4.4.4 Phép xác định

4.4.4.1 Tạo màu

4.4.4.1.1 Quy trình chuẩn

Dùng pipet lấy lượng mẫu thử đã định (4.4.1). V_s vào bình định mức dung tích 50 ml và pha loãng với nước tới 40 ml \pm 2 ml, nếu cần. Tiếp tục như đã mô tả ở 4.4.3.2.

Nếu mẫu thử chứa asenat thì phải khử bằng thiosulphat trong môi trường axit thành asenit. Việc khử được định lượng cho asenat đến nồng độ ít nhất là 2 mg As/lít, được trình bày như sau

Dùng pipet chuyển nhiều nhất là 40 ml mẫu thử vào bình định mức 50 ml. Thêm 0,4 ml dung dịch axit sulfuric (4.1.2), 1 ml dung dịch axit ascorbic (4.1.5) và 1 ml dung dịch thiosulfat (4.1.9) khuấy và để quá trình khử kéo dài 10 min \pm 1 min. Thêm 2 ml dung dịch axit molipdat II (4.1.7). Thêm nước tới vạch, khuấy đều. Làm tiếp như ở 4.4.3.3.

4.4.4.1.2 Tiến hành với trường hợp mẫu bị đục

Nếu mẫu thử đục và/hoặc có màu, làm như sau:

Thêm 3 ml thuốc thử bổ chính độ đục-màu (4.1.8) vào phần thể tích mẫu thử đã chọn. Pha loãng thành 50 ml và đo độ hấp thụ. Giá trị độ hấp thụ đo được theo qui định ở 4.4.3.3 phải trừ đi độ hấp thụ của dung dịch này.

4.4.4.2 Đo phổ

Xem 4.4.3.3.

Nếu mẫu thử chứa chất gây cản trở asenat đã được xử lý bằng thiosulphat, phải đo trong vòng 10 min, nếu không mẫu sẽ bị nhạt màu.

4.5 Biểu thị kết quả

4.5.1 Tính toán

Nồng độ octophosphat, ρ_P , biểu thị bằng miligam trên lít được tính theo công thức:

$$\rho_P = \frac{(A - A_0)V_{\max}}{f \times V_S}$$

Trong đó,

- A là độ hấp thụ của mẫu thử;
- A_0 là độ hấp thụ của dung dịch mẫu trắng;
- f là hàm số độ dốc đồ thị hiệu chuẩn (4.4.3.4), tính theo lít trên miligam (l/mg);
- V_{\max} là thể tích mẫu (50 ml) của mẫu thử (ml);
- V_S là thể tích thực của mẫu thử (ml).

Báo cáo nồng độ phospho như sau, không lấy hơn ba số có nghĩa:

- $\rho_P < 0,1$ mg/l chính xác đến 0,001 mg/l;
- $\rho_P < 10$ mg/l chính xác đến 0,01 mg/l;
- $\rho_P \geq 10$ mg/l chính xác đến 0,1 mg/l.

4.5.2 Độ chụm

Dữ liệu về độ chụm nêu ở Bảng B.1, thu được từ một cuộc thử liên phòng thí nghiệm với 16 phòng thí nghiệm tham gia.

CHÚ THÍCH Về sự cản trở xem Phụ lục A

4.6 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả cần có các thông tin sau:

- Mọi thông tin cần thiết để nhận biết mẫu;
- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Viện dẫn phương pháp đã sử dụng, và điều/mục;
- Kết quả thu được;
- Các thao tác không có trong điều này hoặc được coi là tùy ý chọn, cùng với mọi bất thường có thể đã ảnh hưởng đến kết quả.

5 Xác định octophosphat sau khi chiết

5.1 Khả năng áp dụng

Phương pháp này dùng để xác định phosphat trong mẫu với nồng độ nhỏ hơn 0,01 mg/l P. Phương pháp này đặc biệt thích hợp cho xác định nước biển.

5.2 Thuốc thử

Sử dụng thuốc thử quy định trong 4.1. 5, 4.1. 6 và 4.1.10 và thêm:

5.2.1 1-Hexanol ($C_6H_{13}OH$).

5.2.2 Etanol (C_2H_5OH).

5.2.3 Octophosphat, dung dịch chuẩn, $\rho_P = 0,5 \text{ mg/l P}$.

Dùng pipet lấy $5,0 \text{ ml} \pm 0,01 \text{ ml}$ dung dịch gốc chuẩn octophosphat (4.1.10) vào bình định mức dung tích 500 ml. Thêm nước đến vạch và khuấy đều.

Chuẩn bị dung dịch trong ngày dùng.

5.3 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Xem 4.3.

5.4 Tiến hành

5.4.1 Phần mẫu thử

Dùng ống đong lấy $350 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$ mẫu thử (4.3) chuyển sang phễu chiết dung tích 500 ml.

5.4.2 Thử mẫu trắng

Tiến hành thử mẫu trắng song song với phần mẫu, theo cùng một qui trình và sử dụng cùng lượng thuốc thử như với phân tích mẫu, nhưng thay mẫu bằng 350 ml nước.

5.4.3 Hiệu chuẩn

5.4.3.1 Chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn

Thêm 300 ml \pm 10 ml nước vào năm phễu chiết. Dùng microburet lấy 1,4 ml; 2,8 ml; 4,2 ml; 5,6 ml và 7,0 ml dung dịch chuẩn octophosphat (5.2.3) vào dây năm phễu chiết 500 ml. Pha loãng từng dung dịch tới 350 ml \pm 10 ml với nước, nút lại, lắc trộn kỹ. Những dung dịch này chứa octophosphat với nồng độ ρ_P : 0,002 mg/l, 0,004 mg/l, 0,006 mg/l, 0,008 mg/l và 0,01 mg/l, tương ứng.

5.4.3.2 Tạo màu

Vừa lắc vừa thêm vào mỗi phễu chiết 7,0 ml \pm 0,1 ml dung dịch axit ascorbic (4.1.5) và 14,0 ml \pm 0,1 ml Dung dịch I axit molidat (4.1.6).

Sau 15 min, thêm 40,0 ml \pm 0,1 ml 1-hexanol (5.2.1) vào từng phễu chiết và đậy kín. Lắc kỹ trong 1 min. Để cho hiện tượng tách pha xảy ra rồi dùng pipet lấy 30 ml \pm 0,01 ml mỗi phần trên chiết bằng 1-hexanol cho vào một loạt các bình định mức khô dung tích 50 ml. Thêm 1,0 ml \pm 0,2 ml etanol (5.2.2) vào từng bình và pha loãng bằng 1-hexanol tới vạch.

5.4.3.3 Đo phổ

Đo độ hấp thụ của từng dung dịch 1-hexanol ở 680 nm trong cuvet dày 40 mm hoặc 50 mm, dùng 1-hexanol trong cuvet so sánh.

5.4.3.4 Dụng đường chuẩn

Vẽ đồ thị liên quan giữa độ hấp thụ (trục y) và hàm lượng phospho (trục x), mg/l, trong dung dịch hiệu chuẩn. Xác định hàm số độ nghiêng của đồ thị.

Thường xuyên kiểm tra độ tuyến tính của đồ thị, đặc biệt là khi dùng loạt hoá chất mới.

5.4.4 Phép xác định

5.4.4.1 Tạo màu

Xử lý phần mẫu thử (5.4.1) như quy định trong 5.4.3.2 đối với dung dịch hiệu chuẩn.

5.4.4.2 Đo phổ

Xem 5.4.3.3

5.5 Biểu thị kết quả

Nồng độ octophosphat, ρ_P , tính bằng miligam trên lít (mg/l), theo công thức

$$\rho_P = \frac{A - A_0}{f}$$

trong đó:

A là độ hấp thụ của mẫu thử;

A_0 là độ hấp thụ của mẫu trắng;

f là hàm số độ dốc đồ thị hiệu chuẩn (5.4.3.4), tính theo lít trên miligam (l/mg).

Báo cáo kết quả chính xác tới 0,001 mg/l nhưng khi nồng độ octophosphat, $\rho_P < 0,0005$ mg/l thì báo cáo kết quả các giá trị nhỏ hơn 0,0005 mg/l.

CHÚ THÍCH Về cản trở, xem Phụ lục A.

5.6 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả cần có các thông tin sau:

- Mọi thông tin cần thiết để nhận biết mẫu;
- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Viện dẫn phương pháp đã sử dụng, và điều/mục;
- Kết quả thu được;
- Các thao tác không có trong điều này hoặc được coi là tùy ý chọn, cùng với mọi bất thường có thể đã ảnh hưởng đến kết quả.

6 Xác định phosphat và octophosphat thủy phân

6.1 Thuốc thử

Dùng các thuốc thử trong 4.1.2; 4.1.4; 4.1.5; 4.1.7 và 4.1.11.

6.2 Thiết bị

Xem 4.2

6.3 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

6.3.1 Lấy mẫu

Xem 4.3.1.

6.3.2 Chuẩn bị mẫu thử

Lọc mẫu (4.3.1) như mô tả trong 4.3.2 và phân tích ngay sau khi lấy mẫu càng nhanh càng tốt. Nếu mẫu được bảo quản lạnh (5 °C đến 10 °C), làm ấm mẫu tới nhiệt độ phòng trước khi lọc.

Thêm 1 ml dung dịch axit sulfuric (4.1.2) cho mỗi 100 ml mẫu đã lọc để chỉnh pH tới 1. Giữ dịch lọc nơi mát và tới tới khi phân tích.

6.4 Cách tiến hành

6.4.1 Phấn mẫu thử

Tùy theo nồng độ phosphat ước tính có trong mẫu (xem Bảng 1) dùng pipet lấy nhiều nhất 40 ml mẫu (6.3.2) cho vào bình nón. Nếu cần dùng nước pha loãng tới 40 ml \pm 2 ml. Axit hóa mẫu với dung dịch axit sulfuric (4.1.2) tới pH < 1 và đun sôi nhẹ trong 30 min. Định kỳ, thêm nước để giữ thể tích khoảng 25 ml đến 35 ml. Làm nguội, điều chỉnh pH từ 3 đến 10 bằng dung dịch NaOH (4.1.4) và chuyển sang bình định mức dung tích 50 ml, pha loãng với nước tới khoảng 40 ml.

Cách khác, khoáng hoá mẫu qua lọc đã axit hoá trong bình kín trong 30 min trong nồi hấp ở nhiệt độ trong khoảng từ 115 °C đến 120 °C

6.4.2 Thử mẫu trắng

Tiến hành thử mẫu trắng song song với mẫu thử nghiệm theo cùng một qui trình, sử dụng cùng một lượng thuốc thử nhưng thay mẫu bằng nước đã axit hoá.

6.4.3 Hiệu chuẩn

6.4.3.1 Chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn

Dùng pipet lấy 1,0 ml; 2,0 ml; 3,0 ml; 4,0 ml; 5,0 ml; 6,0 ml; 7,0 ml; 8,0 ml; 9,0 ml và 10,0 ml dung dịch chuẩn octophosphat (4.1.11) vào các bình nón 50 ml. Pha loãng bằng nước đến 40 ml \pm 2 ml. Nồng độ dung dịch octophosphat này $\rho_P = 0,04$ mg/l đến 0,4 mg/l. Làm tiếp tục cho các dãy nồng độ phosphat khác theo như trong Bảng 1. Axit hóa bằng axit sulfuric (4.1.2) tới pH < 1 và đun nhẹ trong 30 min tiếp tục như trong 6.4.1.

6.4.3.2 Tạo màu

Vừa lắc vừa thêm vào mỗi bình 1 ml axit ascorbic (4.1.5) sau đó 2 ml dung dịch 2 axit molipdat (4.1.7). Thêm nước tới vạch.

6.4.3.3 Đo phổ

Xem 4.4.3.3

6.4.3.4 Dụng đường chuẩn

Xem 4.4.3.4

6.4.4 Phép xác định

6.4.4.1 Tạo màu

Tiến hành theo 6.4.3.2, dùng phần mẫu thử (6.4.1)

6.4.4.2 Đo phổ

Xem 4.4.3.3

6.5 Biểu thị kết quả

6.5.1 Tính toán

Nồng độ octophosphat cộng với Phosphat thủy phân, ρ_P , tính bằng miligam trên lít, theo công thức:

$$\rho_P = \frac{(A - A_0) V_{\max}}{f \times V_S}$$

Trong đó:

A là độ hấp thụ của phần mẫu thử,

A_0 là độ hấp thụ của mẫu trắng;

f là hàm số độ dốc đồ thị hiệu chuẩn (4.4.3.4), tính bằng lít trên miligam (l/mg);

V_{\max} là thể tích mẫu (50 ml) của mẫu thử, tính bằng mililit (ml);

V_S là thể tích thực của phần mẫu thử, tính bằng mililit (ml).

Có tính đến mọi bước pha loãng và cũng như những bước pha loãng do thêm axit sulfuric.

Báo cáo nồng độ phospho như sau nhưng không lấy hơn ba số có nghĩa:

- $\rho_P < 0,1$ mg/l chính xác đến 0,001 mg/l;
- $\rho_P < 10$ mg/l chính xác đến 0,01 mg/l;
- $\rho_P \geq 10$ mg/l chính xác đến 0,1 mg/l.

6.5.2 Độ chụm

Dữ liệu về độ chụm trong Bảng B.2 thu được từ một thử nghiệm liên phòng thí nghiệm với 15 phòng thí nghiệm tham gia (xem cả Bảng B.1).

CHÚ THÍCH Về sự cản trở, xem phụ lục A

6.6 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm cần có các thông tin sau:

- a) Mọi thông tin cần thiết để nhận biết mẫu,

- b) Viện dẫn tiêu chuẩn này
- c) Viện dẫn phương pháp đã sử dụng, và điều/mục.
- d) Kết quả thu được.
- e) Các thao tác không có trong điều này hoặc được coi là tùy ý, cùng với mọi bất thường có thể đã ảnh hưởng đến kết quả.

7 Xác định phospho tổng số sau khi oxy hóa peroxodisulfat

7.1 Thuốc thử

Sử dụng các thuốc thử ghi trong 4.1.2; 4.1.3; 4.1.4; 4.1.5; 4.1.7; 4.1.8; 4.1.9 và 4.1.11, và:

7.1.1 Dung dịch kali peroxodisulfat

Thêm 5 g \pm 0,1 g kali peroxodisulfat ($K_2S_2O_8$) vào 100 ml \pm 5 ml nước, khuấy cho tan.

CHÚ THÍCH: Dung dịch này ổn định ít nhất trong hai tuần, nếu dung dịch quá bão hoà thì giữ trong bình thủy tinh bosilicat màu nâu, tránh ánh nắng trực tiếp.

7.2 Thiết bị

Xem 4.2, và thêm:

7.2.1 Bình bosilicat, 100 ml với nút thủy tinh, đóng chặt bằng kẹp kim loại (đối với xác định phospho tổng số dùng phương pháp persulfat trong nồi hấp); chai polypropylen hoặc bình nón (có nắp xoáy) cũng dùng được.

Trước khi dùng, cần làm sạch bình, lọ bằng cách thêm khoảng 50 ml nước và 2 ml axit sulfuric (8.1.1). Đat vào nồi hấp trong 30 min ở nhiệt độ 115 °C đến 120 °C, làm nguội và tráng bằng nước. Lặp lại quá trình này vài lần và đậy kín.

7.3 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

7.3.1 Lấy mẫu

Xem 4.3.1

7.3.2 Chuẩn bị mẫu thử

Thêm 1 ml dung dịch axit sulfuric (4.1.2) cho mỗi 100 ml mẫu thử. Độ axit của dung dịch cần phải khoảng pH 1; nếu chưa đạt cần điều chỉnh bằng dung dịch kali hydroxyt (4.1.4) hoặc axit sulfuric (4.1.3)

Giữ trong chỗ tối và mát tới khi phân tích.

Nếu xác định tổng phospho hoà tan, cần lọc mẫu như đã qui định trong 6.3.2.

7.4 Cách tiến hành

7.4.1 Phần mẫu thử

Quá trình oxy hoá dùng peroxodisulfat sẽ không có hiệu quả khi có khối lượng lớn chất hữu cơ trong mẫu; trong trường hợp này cần oxy hoá bằng cách sử dụng hỗn hợp axit nitric và axit sulfuric (xem Điều 8).

Dùng pipet lấy lượng mẫu thử (7.3.2) tối đa là 40 ml vào các bình nón 100 ml. Nếu cần, pha loãng bằng 40 ml \pm 2 ml nước. Thêm 4 ml dung dịch kali peroxodisulfat (7.1.1) và đun sôi nhẹ trong khoảng 30 min. Duy trì thể tích khoảng 25 ml đến 35 ml bằng nước. Làm nguội, chỉnh pH từ 3 đến 10 bằng dung dịch kali hydroxyt (4.1.4) hoặc axit sulfuric (4.1.3) rồi chuyển sang bình dung tích 50 ml, pha loãng bằng nước tới khoảng 40 ml.

Cũng có thể vô cơ hóa trong 30 min trong nồi hấp ở nhiệt độ từ 115 °C đến 120 °C.

CHÚ THÍCH 1 Thông thường 30 min là đủ để vô cơ hóa các hợp chất phospho, nhưng một vài axit polyphosphonic cần tới 90 min để thủy phân.

CHÚ THÍCH 2 Asenat có mặt trong mẫu sẽ gây cản trở. Asenic có sẵn trong mẫu sẽ bị oxy hoá thành asenat trong điều kiện như mô tả trong mục này, do đó cũng sẽ gây ra cản trở.

Nếu biết rõ hoặc nghi ngờ có asenic trong mẫu, cần phải loại bỏ. Xử lý với dung dịch natri thiosulfat (4.1.9) ngay sau bước khoáng hoá. Trong trường hợp khoáng hoá nước biển trong nồi hấp thì cần loại trừ clo tự do bằng cách đun sôi khoảng 2 min trước khi khử asenat bằng thiosulfat.

7.4.2 Phép thử trắng

Tiến hành thử mẫu trắng song song với việc xác định, theo cùng quy trình, cùng một lượng thuốc thử nhưng dùng nước thay cho mẫu thử.

7.4.3 Hiệu chuẩn

7.4.3.1 Chuẩn bị dãy dung dịch hiệu chuẩn

Dùng pipet, chuyển lượng thể tích thích hợp, như: 1,0 ml; 2,0 ml; 3,0 ml; 4,0 ml; 5,0 ml; 6,0 ml; 7,0 ml; 8,0 ml; 9,0 ml và 10,0 ml dung dịch chuẩn octophosphat (4.1.11) vào các bình nón dung tích 100 ml, pha loãng tới khoảng 40 ml với nước. Khoảng nồng độ octophosphat của dung dịch này từ $\rho\rho = 0,04$ mg/l tới 0,4 mg/l. Tiếp tục như trình bày ở 7.4.1 từ đoạn "Thêm 4 ml dung dịch kali peroxodisulfat (7.1.1) và đun nhẹ trong 30 min".

7.4.3.2 Tạo màu

Thêm vào mỗi bình dung tích 50 ml (trong khi khuấy), 1 ml axit ascorbic (4.1.5) và sau 30 s, 2 ml dung dịch II axit molipdat (4.1.7). Thêm nước tới vạch và khuấy đều.

7.4.3.3 Đo phổ

Xem 4.4.3.3.

7.4.3.4 Dụng đường chuẩn

Xem 4.4.3.4

7.4.4 Xác định

7.4.4.1 Tạo màu

Chuẩn bị phần mẫu thử từ 7.4.1 và tiến hành giống như qui định trong 7.4.3.2.

Nếu mẫu thí nghiệm bị đục và/hoặc mờ, nên tiến hành ngay như sau:

Thêm 3 ml dung dịch bổ chính độ đục-màu (4.1.8) vào thể tích phần mẫu đã được vò cơ hóa bằng peroxydisulphat. Pha loãng đến 50 ml với nước và đo độ hấp thụ. Giá trị độ hấp thụ đo được theo 4.4.3.3 cần được trừ đi giá trị độ hấp thụ đo được của dung dịch này.

7.4.4.2 Đo phổ

Xem 4.4.3.3

7.5 Biểu thị kết quả

7.5.1 Tính toán

Nồng độ của tổng phospho, ρ_P , tính bằng miligam trên lit, được tính theo công thức:

$$\rho_P = \frac{(A - A_0)V_{\max}}{f \times V_S}$$

Trong đó:

A là độ hấp thụ của phần mẫu thử;

A_0 là độ hấp thụ của mẫu trắng;

f là hàm số độ dốc đồ thị hiệu chuẩn (4.4.3.4), tính bằng lit trên miligam (l/mg);

V_{\max} là thể tích mẫu (50 ml), tính bằng millilit (ml);

V_S là thể tích thực của phần mẫu thử, tính bằng millilit (ml).

Cần tinh đến mọi bước pha loãng cũng như sự pha loãng do thêm axit sulfuric

Báo cáo nồng độ phospho như sau, nhưng không lấy hơn ba số có nghĩa:

- $\rho_P < 0,1$ mg/l chính xác đến 0,001 mg/l;

TCVN 6202 : 2008

- $\rho_P < 10 \text{ mg/l}$ chính xác đến 0,01 mg/l.
- $\rho_P \geq 10 \text{ mg/l}$ chính xác đến 0,1 mg/l.

7.5.2 Độ chụm

Dữ liệu về độ chụm trong Bảng B.3 thu được từ một thử nghiệm liên phòng thí nghiệm với 15 phòng thí nghiệm tham gia.

CHÚ THÍCH Về sự cản trở, xem Phụ lục A

7.6 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm cần có các thông tin sau:

- Mọi thông tin cần thiết để nhận biết mẫu;
- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Viện dẫn phương pháp đã sử dụng, và điều/mục;
- Kết quả thu được;
- Các thao tác không nêu trong điều này hoặc được coi là tùy ý chọn, cũng như mọi bất thường có thể đã ảnh hưởng đến kết quả.

8 Xác định tổng phospho sau khi phân huỷ bằng axit nitric-axit sulfuric

8.1 Thuốc thử

Sử dụng thuốc thử qui định 4.1.2; 4.1.5; 4.1.7; 4.1.9, và:

8.1.1 Axit sulfuric, $\rho (\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$

8.1.2 Axit nitric, $\rho (\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ g/ml}$

8.1.3 Natri hydroxit, dung dịch, $c (\text{NaOH}) = 8 \text{ mol/l}$.

Hoà tan 64 g \pm 1 g natri hydroxyl dạng viên trong 150 ml \pm 10 ml nước, làm lạnh và pha với nước tới 200 ml \pm 10 ml. Giữa trong bình polyetylen.

8.2 Thiết bị, dụng cụ

Xem 4.2 và thêm:

8.2.1 Bình Kjeldahl, 200 ml.

8.3 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

8.3.1 Lấy mẫu

Xem 4.3.1.

8.3.2 Chuẩn bị mẫu thử

Thêm 1 ml dung dịch axit sulfuric (4.1.2) cho mỗi 100 ml mẫu thử chưa lọc. Độ axit của dung dịch cần khoảng pH 1; nếu không, chỉnh pH bằng dung dịch natri hydroxyt (4.1.4) hoặc axit sulfuric (4.1.3). Giữ ở nơi mát tới khi phân tích.

Nếu xác định tổng phospho hoà tan, cần lọc mẫu theo 6.3.2.

8.4 Cách tiến hành**8.4.1 Phần mẫu thử**

CẢNH BÁO – Cần thực hiện qui trình sau trong tủ hút.

Dùng pipet lấy tối đa 40ml mẫu thử (8.3.2) cho vào bình Kjendahl (8.2.1). Thêm 2 ml axit sulfuric (8.1.1) và xoay để trộn đều. Thêm hạt chống trào và đun nóng nhẹ đến khi xuất hiện khói trắng. Sau khi làm nguội, thêm 0,5 ml axit nitric (8.1.2) và đun nóng cho đến khi khói nâu thoát ra. Làm nguội và tiếp tục xử lý với axit nitric, vừa xoay vừa đun nóng cho đến khi thu được một dung dịch trong, không màu. Làm nguội và cẩn thận cho thêm 10ml nước, vừa xoay bình mẫu liên tục vừa đun nóng cho đến khi xuất hiện khói trắng. Làm nguội, cẩn thận cho thêm 20 ml nước trong khi xoay bình mẫu liên tục. Trong khi làm nguội, cẩn thận cho thêm dung dịch natri hydroxit (8.1.3) và xoay bình mẫu liên tục để điều chỉnh pH của dung dịch và nằm trong khoảng từ 3 đến pH 10. Sau khi làm nguội, chuyển dung dịch vào một bình dung tích 50 ml. Rửa bình Kjendahl với một ít nước và bổ sung nước rửa này vào bình mẫu.

Cản trở của As, xem 4.4.4 và A.2.

8.4.2 Thử mẫu trắng

Tiến hành thử mẫu trắng song song với xác định mẫu, theo cùng quy trình, cùng một lượng thuốc thử nhưng dùng nước thay cho mẫu thử.

8.4.3 Hiệu chuẩn**8.4.3.1 Chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn**

Dùng pipet, chuyển lượng thể tích thích hợp, ví dụ như: 1,0 ml; 2,0 ml; 3,0 ml; 4,0 ml; 5,0 ml; 6,0 ml; 7,0 ml; 8,0 ml; 9,0 ml và 10,0 ml dung dịch chuẩn octophosphat (4.1.11) vào các bình Kjendahl 200 ml.

Nồng độ octophosphat của các dung dịch này: $\rho_p = 0,04$ mg/l đến 0,4 mg/l. Tiếp tục như qui định trong 8.4.1 từ đoạn "Thêm cẩn thận 2 ml axit sulfuric (8.1.1) và trộn đều"

8.4.3.2 Tạo màu

TCVN 6202 : 2008

Thêm vào mỗi bình dung tích 50 ml (trong khi khuấy) 1 ml axit ascobic (4.1.5) và sau 30 s. thêm 2 ml molipdat trong axit (4.1.7). Thêm nước tới vạch và trộn đều.

8.4.3.3 Đo phổ

Xem 4.4.3.3

8.4.3.4 Dụng đường chuẩn

Xem 4.4.3.4

8.4.4 Phép xác định

8.4.4.1 Tạo màu

Tiến hành theo 8.4.3.2 dùng phần mẫu thử từ 8.4.1.

8.4.4.2 Đo phổ

Xem 4.4.3.3

8.5 Biểu thị kết quả

8.5.1 Tính toán

Nồng độ tổng phospho, ρ_P , tính bằng miligam trên lit được tính theo công thức:

$$\rho_P = \frac{(A - A_0)V_{\max}}{f \times V_S}$$

Trong đó:

A là độ hấp thụ của phần mẫu thử;

A_0 là độ hấp thụ của thử mẫu trắng;

f là độ dốc đồ thị hiệu chuẩn (4.4.3.4), tính bằng lit trên miligam (l/mg);

V_{\max} là thể tích mẫu thử (50 ml) tính bằng mililit (ml),

V_S là thể tích thực của phần mẫu thử, tính bằng mililit (ml).

Báo cáo nồng độ phospho như sau, nhưng không lấy hơn ba số có nghĩa:

- $\rho_P > 0,1$ mg/l chính xác đến 0,001 mg/l;

- $\rho_P < 10$ mg/l chính xác đến 0,01 mg/l;

- $\rho_P \geq 10$ mg/l chính xác đến 0,1 mg/l.

8.5.2 Độ chụm

Số liệu về độ chụm trong Bảng B.3 thu được từ một thử nghiệm liên phòng thí nghiệm với 16 phòng thí nghiệm tham gia

CHÚ THÍCH: Về cản trở, xem Phụ lục A

8.6 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm cần có các thông tin sau:

- a) Mọi thông tin cần thiết để nhận biết mẫu;
- b) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- c) Viện dẫn phương pháp đã sử dụng, và điều/mục;
- d) Kết quả thu được;
- e) Các thao tác không nêu trong điều này hoặc được coi là tùy ý chọn, cũng như mọi bất thường có thể đã ảnh hưởng đến kết quả

Phụ lục A

(tham khảo)

Các chất gây cản trở**A.1 Silic**

Silic (Si) nồng độ tới 5 mg/l không gây cản trở. Nhưng nồng độ cao hơn sẽ làm tăng độ hấp thụ. Sau thời gian phản ứng 30 min giá trị đo được ở trong Bảng A.1.

Bảng A.1 – Ảnh hưởng của các ion silic đến kết quả phân tích

Nồng độ silic, tính theo Si mg/l	Nồng độ phosphat tương đương, tính theo P mg/l
10	0,005
25	0,015
50	0,025

A.2 Asenat

Asenat tạo nên màu tương tự như màu do octophosphat tạo ra. Cản trở này có thể loại trừ bằng cách khử asenat thành asenic (4.4.4.1.1) với natri thiosulfat (4.1.9).

A.3 Hydro sulfua

Hydro sulfua với nồng độ S tới 2 mg/l là không gây cản trở. Nồng độ cao hơn có thể làm giảm đến mức chấp nhận được bằng cách cho khí nitơ đi qua mẫu đã axit hoá (như trong 6.4.1).

A.4 Flo

Flo với nồng độ tới 70 mg/l không gây cản trở. Nồng độ cao hơn 200 mg/l kìm hãm hoàn toàn sự t màu.

A.5 Các kim loại chuyển tiếp

A.5.1 Sắt có ảnh hưởng tới độ màu, nhưng với nồng độ 10 mg/l Fe thì ảnh hưởng dưới 5. Vanadat làm tăng độ màu theo quan hệ tuyến tính, khoảng 5 % với nồng độ 10 mg/l vanadi.

A.5.2 Crom (III) và crom (VI) với nồng độ tới 10 mg/l không gây cản trở, nhưng nồng độ khoảng 50 mg/l làm tăng độ hấp thụ lên khoảng 5 %.

A.5.3 Đồng với nồng độ tới 10 mg/l không gây cản trở.

A.6 Nước biển

Độ mặn khác nhau có ảnh hưởng không đáng kể đến cường độ màu.

A.7 Nitrit

Nếu nồng độ nitrit trên 3,29 mg/l có thể gây ra sự nhạt màu. Lượng nhỏ axit sulfamic dư có ảnh hưởng trong phân huỷ nitrit; 100 mg axit này sẽ đủ để xử lý với nitrit nồng độ 32,9 mg/l.

Phụ lục B
(tham khảo)

Dữ liệu về độ chụm

Dữ liệu về độ chụm trong Bảng B.1 thu được từ một thử nghiệm liên phòng do Phần Lan tổ chức với 16 phòng thí nghiệm tham gia sử dụng phương pháp đã nêu trong Điều 4.

Bảng B.1 – Dữ liệu về độ chụm đã đề cập trong Điều 4

Mô tả mẫu	Số lượng mẫu <i>n</i>	Trung bình mg/l	Độ lệch chuẩn		
			Độ lặp lại	Độ tái lập	
			Tuyệt đối mg/l	Tuyệt đối mg/l	Tương đối %
Octophosphat khi có polyphosphat	70	0,0576	0,0022	0,0108	18,8
Octophosphat	69	0,3127	0,00481	0,0324	10,4
Octophosphat khi có polyPhosphat và asenat	78	0,192	0,00401	0,0348	18,1
Octophosphat khi có asenat	78	0,1013	0,00577	0,0221	21,8

Dữ liệu về độ chụm trong Bảng B. 2 thu được từ một thử nghiệm liên phòng với 15 phòng thí nghiệm tham gia sử dụng phương pháp đã nêu trong điều 6.

Bảng B.2 – Dữ liệu về độ chụm nêu trong Điều 4

Mô tả mẫu	Số lượng mẫu n	Trung bình mg/l	Độ lệch chuẩn		
			Độ lặp lại	Độ tái lập	
			Tuyệt đối mg/l	Tuyệt đối mg/l	Tương đối %
Polyphosphat	79	0,1792	0,00659	0,0446	24,8
Polyphosphat khi có Phospho liên kết hữu cơ	65	0,1749	0,00709	0,0259	14,8

Dữ liệu về độ chụm trong Bảng B 3 thu được từ một thử nghiệm liên phòng thí nghiệm với 16 phòng thí nghiệm tham gia. Cả qui trình oxy hóa peroxodisulphat và qui trình thủy phân bằng "axit nitric/axit sulfuric" đều được sử dụng nhưng không quan sát thấy các khác biệt có ý nghĩa trong các mẫu đã phân tích

Bảng B.3 – Dữ liệu về độ chụm nêu trong Điều 7 và Điều 8

Mô tả mẫu	Số lượng mẫu n	Trung bình mg/l	Độ lệch chuẩn		
			Độ lặp lại	Độ tái lập	
			Tuyệt đối mg/l	Tuyệt đối mg/l	Tương đối %
Phospho liên kết hữu cơ và sulfonat xanh chậm	70	0,0687	0,00383	0,00832	12,0
Phospho liên kết hữu cơ thêm phloroglucin	58	0,4381	0,0128	0,0369	8,4

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Schouwenberg, J.C. and Wallings, I. *Anal. Chim. Acta*, 37, 1967 pp 271-274.
 - [2] Koroleff, F. *Determination of phosphorous. Method on seawater analysis*. Weinheim, Verlag Chemie GmbH, 1977, and 2nd ed., 1983.
-