

### تست کیت فوتومتری فسفر کل کد 399104 گستره اندازه گیری $100 \text{ mg/l PO}_4^{3-}$ - 1 معادل کد 2767245 شرکت HACH

#### مقدمه

این تست کیت برای اندازه گیری فسفر کلر به روش هضم مولیبدوانادات با پرسولفات و مناسب آب و فاضلاب می باشد. روش و فرمولاسیون این تست کیت منطبق بر روش استاندارد APHA 4500 B-C است.

#### اسپکتروفتومتر و فوتومترها

این تست کیت با برنامه 542 اسپکتروفتومترهای شرکت HACH مدل‌های DR6000 ، DR5000 ، DR3900 ، DR2800 ، DR2700 ، DR1900 و DR900 سازگار و معادل کیت 2767245 می باشد...

#### خلاصه روش

فسفاتهای موجود در اشکال آلی و معدنی (متا، پیرو یا پلی فسفاتهای دیگر) باید قبل از آنالیز به ارتو فسفات واکنش پذیر تبدیل شوند. پیش تصفیه نمونه با اسید و گرما شرایط هیدرولیز اشکال معدنی متراکم را فراهم می کند. فسفات های آلی با حرارت دادن با اسید و پرسولفات به ارتو فسفات تبدیل می شوند. ارتو فسفات با مولیبدات در یک محیط اسیدی واکنش می دهد و یک کمپلکس مخلوط فسفات / مولیبدات تولید می کند. در حضور وانادیوم ، اسید مولیبدوانادوفسفریک زرد ایجاد می شود. شدت رنگ زرد متناسب با غلظت فسفات است. نتایج آزمایش در ۴۲۰ نانومتر اندازه گیری می شود.

#### نکات پیش از آزمون

- کلاهک جای سل دستگاه DR900 قبل از صفر کردن و خواند نتیجه باید در جای خود قرار بگیرد.

- محلول شاهد را می توان بیش از یک بار استفاده کرد ، اما نباید بیش از یک روز استفاده شود

- قبل از کار با کیت ، داده های ایمنی آنرا مطالعه کرده و به توصیه های حفاظتی آن عمل نمایید.

- پساب ناشی از کیت را مطابق قوانین ملی کشوری و یا بر طبق توصیه های موجود در داده های ایمنی کیت دفع نمایید.

#### جمع آوری نمونه

- نمونه ها را در بطری های شیشه ای یا پلاستیکی تمیز تهیه کنید که با اسید کلریدریک 1:1 تمیز شده و با آب دیونیزه شستشو داده شده است.

- از شوینده حاوی فسفات برای تمیز کردن بطری های نمونه استفاده نکنید. فسفات موجود در مواد شوینده نمونه را آلوده می کند.

- برای دستیابی به بهترین نتیجه، نمونه ها را در اسرع وقت آزمایش کنید.

- برای حفظ نمونه ها برای آنالیز بعدی ، pH نمونه را با اسید سولفوریک غلیظ (حدود ۲ میلی لیتر در لیتر) به کمتر از ۲ تنظیم کنید. در صورت آزمایش فوری نمونه ، نیازی به ضافه شدن اسید نمی باشد.

- نمونه ها را برای مدت حداکثر ۲۸ روز در دمای ۶ درجه سانتیگراد نگه دارید.

- قبل از آنالیز ، pH را با محلول استاندارد سدیم هیدروکسید 0.5N به 7 برسانید.

- قبل از انجام آزمایش، دمای نمونه باید به دمای اتاق افزایش یابد.

- نتیجه آزمایش را برای رقت ناشی از افزایش حجم اصلاح کنید.

#### عملکرد روش

داده های عملکرد روش که در زیر می آید از آزمون های آزمایشگاهی حاصل شده است که در یک شرایط آزمایش ایده آل بر روی دستگاه اسپکتروفتومتر اندازه گیری شده اند. کاربران در شرایط مختلف آزمون می توانند نتایج متفاوتی بگیرند.

برنامه	استاندارد	درصد اطمینان 95%	حساسیت تغییر غلظت در هر 0.01 جذب
542	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>

#### ترکیبات تداخل کننده

ترکیبات تداخل کننده	مقدار مورد نیاز برای تداخل
آرسنات	در صورت گرم بودن نمونه هنگام افزودن واکنشگر ، باعث ایجاد تداخل مثبت می شود. بعد از هضم ، دمای نمونه به دمای اتاق باید کاهش یابد.
آهن	باعث ایجاد رنگ آبی می شود که بیش از ۱۰۰ میلی گرم در لیتر تداخل ایجاد می کند
مولیبدات	تداخل منفی در بیش از ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر
سیلیس	در صورت گرم بودن نمونه هنگام افزودن معرف ، تداخل مثبت ایجاد می شود. بعد از هضم ، دمای نمونه به دمای اتاق باید کاهش یابد.
نمونه های حاوی مقادیر زیادی بافر یا با pH خیلی بالا یا خیلی پایین	می تواند از تنظیم صحیح pH نمونه توسط واکنشگر جلوگیری کند. ممکن نمونه به پیش آماده سازی نیاز داشته باشد
فلوراید ، توریم، بیسموت تیوسولفات یا تیوسیانات	تداخل منفی ایجاد می کند.
کدورت	نمونه هایی با میزان کدورت بالا می توانند نتایج متنقضی را به همراه داشته باشند. اسید موجود در مواد جذب می تواند برخی از ذرات معلق را حل کرده و دفع متغیر ارتو فسفات از ذرات رخ دهد
دما	دمای زیر ۲۰ درجه سانتیگراد باعث ایجاد تداخل منفی می شود. دمای بالای ۲۵ درجه سانتیگراد باعث ایجاد تداخل مثبت می شود. بعد از هضم ، دمای نمونه به دمای اتاق باید کاهش یابد.

پارامترهایی که در غلظت کمتر از 1000 mg/l تداخل ایجاد نمی کنند در جدول زیر آمده اند:

Pyrophosphate	Tetaborate	Selenate	Benzoate
Citrate	Oxalate	Lactate	Tartrate
Formate	Salicylate	Al <sup>3+</sup>	Fe <sup>2+</sup>
Mg <sup>2+</sup>	Ca <sup>2+</sup>	Ba <sup>2+</sup>	Sr <sup>2+</sup>
Li <sup>+</sup>	Na <sup>+</sup>	K <sup>+</sup>	NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>
Cd <sup>2+</sup>	Mn <sup>2+</sup>	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	Pb <sup>2+</sup>	Hg <sup>2+</sup>
Hg <sup>2+</sup>	Sn <sup>2+</sup>	Cu <sup>2+</sup>	Ni <sup>2+</sup>
Ag <sup>+</sup>	U <sup>3+</sup>	Zn <sup>2+</sup>	AsO <sub>3</sub> <sup>-</sup>
Br <sup>-</sup>	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	CN <sup>-</sup>
IO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	SiO <sub>4</sub> <sup>4-</sup>		

#### بررسی صحت

##### روش افزایش استاندارد ( اسپایک نمونه)

از روش افزایش استاندارد (برای ابزارهای قابل استفاده) برای اعتبار سنجی فرآیند آزمون ، واکنشگرها و ابزار و برای یافتن تداخل در نمونه استفاده می شود.

۱- برای اندازه گیری غلظت نمونه از روش آزمون استفاده کنید ، سپس نمونه (نمونه بدون اسپایک) را در دستگاه قرار دهید .

۲- در منو دستگاه به قسمت Standard Additions Option بروید.

۳- مقادیر غلظت استاندارد ، حجم نمونه و حجم اسپایک را انتخاب کنید.

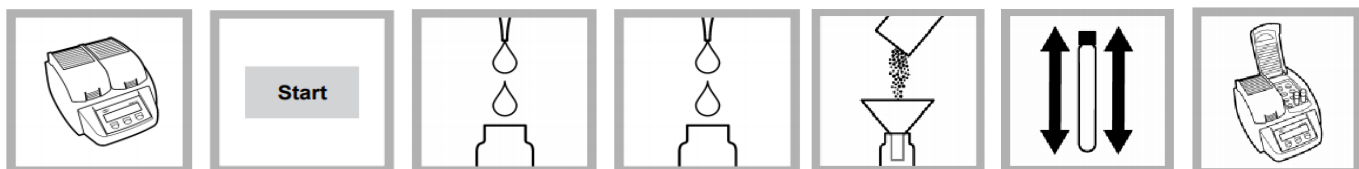
اسپایک نمونه به طور دقیق اندازه گیری شده اند. حجم های نمونه و اسپایک نمونه ای که استفاده می شود باید با انتخاب های موجود در **standard additions menu** هم راستا باشد. اگر نتایج در حد قابل قبولی نباشد ، نمونه ممکن است حاوی تداخل باشد.

### روش استاندارد

از روش استاندارد د برای تایید روش آزمایش، واکنشگرها و دستگاهها استفاده کنید.  
 ۱- از روش آزمون برای اندازه گیری غلظت هر محلول استاندارد استفاده کنید.  
 ۲- برای وارد کردن کالیبراسیون به دستگاه ، به کتابچه راهنمای کاربر مراجعه کنید.

۴- محلول استاندارد فسفات را تهیه کنید.  
 ۵- سه نمونه اسپایک تهیه کنید: از پیپت برای افزودن 0.1 میلی لیتر ، 0.2 میلی لیتر و 0.3 میلی لیتر محلول استاندارد به ترتیب به سه نمونه 10 میلی لیتری استفاده کنید، خوب تکان دهید.  
 ۶- از روش آزمون برای اندازه گیری غلظت هر یک از نمونه های اسپایک استفاده کنید. با کوچکترین اسپایک نمونه شروع کنید. هر یک از نمونه های اسپایک دار را در دستگاه اندازه بگیرید  
 ۷- نمودار را انتخاب کنید تا نتایج مورد انتظار را با نتایج واقعی مقایسه کنید  
 نکته : اگر نتایج واقعی تفاوت چشمگیری با نتایج مورد انتظار دارند ، اطمینان حاصل کنید که حجم نمونه ها و

### روش آزمون



ترموراکتور را روشن کنید و دمای آن را بر روی 150 درجه سانتی-گراد تنظیم کنید.

با برنامه را از دستگاه را با نام **P Total HR 542** TNT انتخاب کنید.

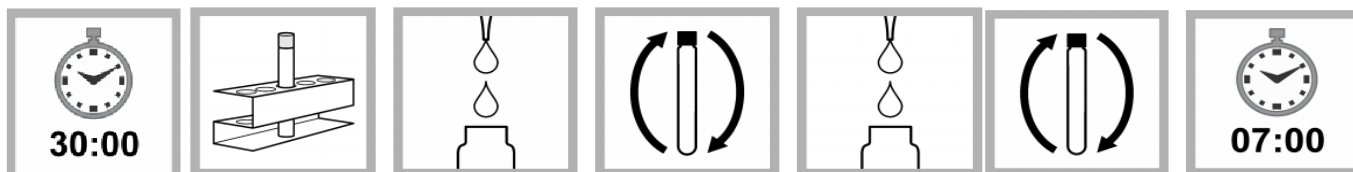
آماده کردن شاهد : 5ml میلی لیتر آب مقطر به ویال اندازه گیری فسفر کل اضافه کنید.

آماده کردن نمونه : 5 ml نمونه را به ویال اندازه گیری فسفر کل اضافه کنید.

محتویات ساشه بالشتکی را در هر ویال خالی کنید.

درب ویال را بسته و به شدت تکان دهید. تا محتویات ویال حل شوند.

ویال ها را در داخل ترموراکتور قرار دهید و درب دستگاه را ببندید .



تایمر دستگاه را روشن کنید. مدت زمان انجام واکنش 30 دقیقه می باشد

بعد از اتمام مدت زمان مورد نظر ویالها از ترموراکتور به رک منتقل کنید.

2ml محلول سدیم هیدرواکسید 1.54 N به محتویات هر ویال اضافه کنید.

درب ویالها را ببندید و چند بار معکوس کنید.

با استفاده از قطره چکان پلی اتیلنی 0.5 ml واکنشگر مولیبدوانادات به هر ویال اضافه کنید.

درب ویالها را ببندید و چند بار معکوس کنید تا محتویات ویال مخلوط شوند.

مدت زمان انجام واکنش 7 دقیقه می باشد.



ویال محلول شاهد را تمیز نمایید

ویال شاهد را در جای سل دستگاه قرار دهید.

آیکون زیری را فشار دهید، صفحه نمایش عبارت زیر را نشان خواهد داد .  
0.00 mg/L

ویال نمونه را تمیز نمایید

ویال نمونه آماده شده را در جای دستگاه قرار دهید

آیکون خواندن (Read) را لمس کنید .