

Supelco®

www.sigmaaldrich.com

1.14729.0001

1.14729.0007

Spectroquant®

Phosphate Cell Test

P

for the determination of orthophosphate and total phosphorus
USEPA equivalent for drinking water and wastewater

1. Method

In sulfuric solution orthophosphate ions react with molybdate ions to form molybdophosphoric acid. Ascorbic acid reduces this to phosphomolybdenum blue (PMB) that is determined photometrically.

The method is analogous to EPA 365.2+3, APHA 4500-P E, and DIN EN ISO 6878.

2. Measuring range and number of determinations

Measuring range	Number of determinations
0.5 - 25.0 mg/l PO ₄ -P	25
1.5 - 76.7 mg/l PO ₄ ³⁻	
1.1 - 57.3 mg/l P ₂ O ₅	

For programming data for selected photometers / spectrophotometers see www.sigmaaldrich.com/photometry.

3. Applications

This test measures only orthophosphate. Samples must be decomposed by digestion before total phosphorus can be measured (see section 6).

Sample material:

Groundwater and surface water, seawater
Drinking water
Wastewater
Nutrient solutions for fertilization
Soils after appropriate sample pretreatment
Food after appropriate sample pretreatment

4. Influence of foreign substances

This was checked individually in solutions containing 15 and 0 mg/l PO₄-P. The determination is not yet interfered with up to the concentrations of foreign substances given in the table. Cumulative effects were not checked; such effects can, however, not be excluded.

Concentrations of foreign substances in mg/l or %					
Ag ⁺	1000	F ⁻	250	Pb ²⁺	100
AsO ₄ ³⁻	1.0	Fe ³⁺	1000	S ²⁻	10
Ca ²⁺	1000	Hg ²⁺	50	SiO ₃ ²⁻	1000
Cd ²⁺	1000	Mg ²⁺	1000	SO ₃ ²⁻	1000
CN ⁻	1000	Mn ²⁺	1000	Zn ²⁺	1000
Cr ³⁺	1000	NH ₄ ⁺	1000	Na-acetate	5 %
Cr ₂ O ₇ ²⁻	25	Ni ²⁺	1000	NaCl	20 %
Cu ²⁺	1000	NO ₂ ⁻	1000	NaNO ₃	10 %
				Na ₂ SO ₄	10 %

Reducing agents interfere with the determination.

¹⁾ tested with nonionic, cationic, and anionic surfactants

²⁾ **A higher COD may impair the efficacy of the digesting mixture in the determination of total phosphorus and thus result in false-low readings. Up to a maximum of 1500 mg/l COD, this can be avoided by adding 2 doses of reagent P-1K instead of 1.**

5. Reagents and auxiliaries

Please note the warnings on the packaging materials!

The test reagents are stable up to the date stated on the pack when stored closed at +15 to +25 °C.

Package contents:

1 bottle of reagent P-1K
1 bottle of reagent P-2K
1 bottle of reagent P-3K
25 reaction cells
1 green dose-metering cap
1 blue dose-metering cap
1 sheet of round stickers for numbering the cells

Other reagents and accessories:

MQuant® Phosphate Test, Cat. No. 1.10428,
measuring range 10 - 500 mg/l PO₄³⁻ (3.3 - 163 mg/l PO₄-P)
MQuant® Universal indicator strips pH 0 - 14, Cat. No. 1.09535
Sulfuric acid 0.5 mol/l Titripur®, Cat. No. 1.09072
Spectroquant® CombiCheck 20, Cat. No. 1.14675
Spectroquant® CombiCheck 80, Cat. No. 1.14738
Phosphorus (total) standard solution CRM, 4.00 mg/l PO₄-P,
Cat. No. 1.25047
Phosphorus (total) standard solution CRM, 15.0 mg/l PO₄-P,
Cat. No. 1.25048
Hydrochloric acid 25 % for analysis EMSURE®, Cat. No. 1.00316

Pipette for a pipetting volume of 1.0 ml
Thermoreactor

6. Preparation

- Use only phosphate-free detergents to rinse glassware. Otherwise fill with hydrochloric acid (approx. 10 %) and leave to stand for several hours.

At the first use **replace the screw caps of the reagent bottles P-1K and P-3K by the corresponding dose-metering caps:**

Reagent P-1K: green dose-metering cap
Reagent P-3K: blue dose-metering cap

Hold the respective reagent bottle **vertically** and, at each dosage, press the slide **all the way** into the dose-metering cap. **Before each dosage** ensure that the slide is **completely retracted**.

Reclose the reagent bottles with the corresponding screw caps at the end of the measurement series, since the function of the reagents is impaired by the absorption of atmospheric moisture.

- Analyze immediately after sampling.

- Digestion for the determination of total phosphorus (Wear eye protection!):**

Pretreated sample	1.0 ml	Pipette into a reaction cell.
Reagent P-1K	1 dose ¹⁾	Add, close the cell tightly , and mix.

Heat the cell at 120 °C in the preheated thermoreactor for 30 min. Allow the closed cell to cool to room temperature in a test-tube rack.

Do not cool with cold water!

¹⁾ in the case of high COD values: 2 doses

- Check the phosphate content with the MQuant® PhosphateTest. Samples containing more than 25.0 mg/l PO₄-P must be diluted with distilled water **prior to** digestion.
- The pH must be within the range 0 - 10.** Adjust, if necessary, with sulfuric acid.
- Filter turbid samples.

7. Procedure

Pretreated sample (10 - 35 °C)	1.0 ml	Pipette into a reaction cell and mix or - after digestion for total phosphorus - shake the tightly closed cell vigorously after cooling.
Reagent P-2K ¹⁾	5 drops ²⁾	Add, close the cell tightly, and mix.
Reagent P-3K ¹⁾	1 dose	Add, close the cell tightly, and shake vigorously until the reagent is completely dissolved .

Leave to stand for 5 min (reaction time), then measure the sample in the photometer.

¹⁾ In the case of high chloride contents, it is recommended to switch the sequence of the reagents P-2K and P-3K.

²⁾ **Hold the bottle vertically while adding the reagent!**

Notes on the measurement:

- For photometric measurement the cells must be clean. Wipe, if necessary, with a clean dry cloth.
- Measurement of turbid solutions yields false-high readings.
- The pH of the measurement solution must be within the range 0.80 - 0.95.
- The color of the measurement solution remains stable for at least 60 min after the end of the reaction time stated above.

8. Analytical quality assurance

recommended before each measurement series
To check the photometric measurement system (test reagents, measurement device, handling) and the mode of working the phosphorus (total) standard solutions CRM, (see section 5) - for the determination of total phosphorus - or Spectroquant® CombiCheck 20 and 80 can be used. Besides a **standard solution** with 8.0 mg/l PO₄-P (CombiCheck 20) or, respectively, 15.0 mg/l PO₄-P (CombiCheck 80) these articles also contain an **addition solution** for determining sample-dependent interferences (**matrix effects**).

Additional notes see under **www.qa-test-kits.com**.

For quality and batch certificates for Spectroquant® test kits see the website, where you will find all data in production control, that are determined in accordance with ISO 8466-1 and DIN 38402 A51.

9. Notes

- Reclose the reagent bottles immediately after use.
- Information on disposal can be obtained at www.disposal-test-kits.com.**



1.14729.0001

1.14729.0007

Spectroquant®

Phosphat-Küvettentest

P

zur Bestimmung von Orthophosphat und Gesamtphosphor
Äquivalent zu USEPA-Methoden für Trink- und Abwasser

1. Methode

Orthophosphat-Ionen bilden in schwefelsaurer Lösung mit Molybdat-Ionen Molybdatphosphorsäure. Diese wird mit Ascorbinsäure zu Phosphormolybdänblau (PMB) reduziert, das photometrisch bestimmt wird.
Das Verfahren ist analog EPA 365.2+3, APHA 4500-P-E und DIN EN ISO 6878.

2. Messbereich und Anzahl der Bestimmungen

Messbereich	Anzahl der Bestimmungen
0,5 - 25,0 mg/l PO ₄ -P	25
1,5 - 76,7 mg/l PO ₄ ³⁻	
1,1 - 57,3 mg/l P ₂ O ₅	

Programmierdaten für ausgewählte Photometer / Spektralphotometer s. www.sigmaaldrich.com/photometry.

3. Anwendungsbereich

Der Test erfasst nur Orthophosphat. Zur Bestimmung von Gesamtphosphor ist ein Aufschluss erforderlich (s. Abschnitt 6).

Probenmaterial:

Grund- und Oberflächenwasser, Meerwasser
Trinkwasser
Abwasser
Nährlösungen zur Düngung
Böden nach entsprechender Probenvorbereitung
Lebensmittel nach entsprechender Probenvorbereitung

4. Einfluss von Fremdstoffen

Dieser wurde individuell an Lösungen mit 15 bzw. 0 mg/l PO₄-P überprüft. Bis zu den in der Tabelle angegebenen Fremdstoffkonzentrationen wird die Bestimmung noch nicht gestört. Kumulative Effekte wurden nicht geprüft, sind jedoch nicht auszuschließen.

Fremdstoffkonzentration in mg/l bzw. %					
Ag ⁺	1000	F ⁻	250	Pb ²⁺	100
AsO ₄ ³⁻	1,0	Fe ³⁺	1000	S ²⁻	10
Ca ²⁺	1000	Hg ²⁺	50	SiO ₃ ²⁻	1000
Cd ²⁺	1000	Mg ²⁺	1000	SO ₃ ²⁻	1000
CN ⁻	1000	Mn ²⁺	1000	Zn ²⁺	1000
Cr ³⁺	1000	NH ₄ ⁺	1000	NaCl	20 %
Cr ₂ O ₇ ²⁻	25	Ni ²⁺	1000	NaNO ₃	10 %
Cu ²⁺	1000	NO ₂ ⁻	1000	Na ₂ SO ₄	10 %

Reduktionsmittel stören.

¹⁾ getestet mit nichtionischen, kationischen und anionischen Tensiden

²⁾ **Ein höherer CSB kann bei der Bestimmung von Gesamtphosphor die Wirksamkeit der Aufschlussmischung herabsetzen und Mindebefunde zur Folge haben. Dies lässt sich bis max. 1500 mg/l CSB vermeiden, wenn statt 1 Dosis Reagenz P-1K 2 Dosierungen zugegeben werden.**



5. Reagenzien und Hilfsmittel

Gefahrenkennzeichnung auf den einzelnen Bestandteilen der Packung beachten!

Die Testreagenzien sind - bei +15 bis +25 °C verschlossen aufbewahrt - bis zu dem auf der Packung angegebenen Datum verwendbar.

Packungsinhalt:

1 Flasche Reagenz P-1K
1 Flasche Reagenz P-2K
1 Flasche Reagenz P-3K
25 Reaktionsküvetten
1 grüner Dosierer
1 blauer Dosierer
1 Bogen Klebepunkte zur Nummerierung der Küvetten

Weitere Reagenzien und Zubehör:

MQuant® Phosphat-Test, Art. 1.10428,
Messbereich 10 - 500 mg/l PO₄³⁻ (3,3 - 163 mg/l PO₄-P)
MQuant® Universalindikatorstäbchen pH 0 - 14, Art. 1.09535
Schwefelsäure 0,5 mol/l Titripur®, Art. 1.09072
Spectroquant® CombiCheck 20, Art. 1.14675
Spectroquant® CombiCheck 80, Art. 1.14738
Phosphor (gesamt)-Standardlösung CRM, 4,00 mg/l PO₄-P, Art. 1.25047
Phosphor (gesamt)-Standardlösung CRM, 15,0 mg/l PO₄-P, Art. 1.25048
Salzsäure 25 % zur Analyse EMSURE®, Art. 1.00316

Der Unternehmensbereich Life Science von Merck KGaA, Darmstadt, Deutschland tritt in den USA und in Kanada als MilliporeSigma auf.

© 2021 Merck KGaA, Darmstadt, Deutschland und/oder Tochterunternehmen. Alle Rechte vorbehalten. Das Bunte M ist eine Marke der Merck KGaA, Darmstadt, Deutschland. Alle anderen Marken sind Eigentum der jeweiligen Inhaber. Ausführliche Informationen zu Markennamen sind über öffentlich zugängliche Informationsquellen erhältlich.

Pipette für Pipettivolumen 1,0 ml
Thermoreaktor

6. Vorbereitung

- Glasgeräte nur mit phosphatfreiem Reinigungsmittel spülen. Andernfalls mehrere Stunden mit Salzsäure (ca. 10 %) gefüllt stehen lassen.

Bei der ersten Benutzung **die Schraubkappen der Reagenzflaschen P-1K und P-3K durch die entsprechenden Dosierer ersetzen:**

Reagenz P-1K: grüner Dosierer
Reagenz P-3K: blauer Dosierer

Jeweilige Reagenzflasche **senkrecht** halten und bei jeder Dosierung Schieber **bis zum Anschlag** in den Dosierer hineindrücken. **Vor jeder Dosierung** darauf achten, dass der Schieber **ganz herausgezogen** ist.



Nach Beendigung der Messserie Reagenzflaschen wieder mit den entsprechenden Schraubkappen verschließen, da die Funktion der Reagenzien durch Aufnahme von Luftfeuchtigkeit beeinträchtigt wird.

- Proben sofort nach der Probenahme analysieren.

• Aufschluss zur Bestimmung von Gesamtphosphor (Schutzbrille!):

Vorbereitete Probe	1,0 ml	In eine Reaktionsküvette pipettieren.
Reagenz P-1K	1 Dosis ¹⁾	Zugeben, Küvette fest verschließen und mischen.

Küvette 30 min bei 120 °C im vorgeheizten Thermoreaktor erwärmen. Verschlossene Küvette in einem Reagenzglasgestell auf Raumtemperatur abkühlen lassen.

Nicht mit kaltem Wasser kühlen!

¹⁾ bei hohen CSB-Werten: 2 Dosierungen

- Phosphat-Gehalt überprüfen mit MQuant® Phosphat-Test. Proben mit mehr als 25,0 mg/l PO₄-P sind **vor** dem Aufschluss mit dest. Wasser zu verdünnen.
- pH-Wert soll im Bereich 0 - 10 liegen.** Falls erforderlich, mit Schwefelsäure einstellen.
- Trübe Proben filtrieren.

7. Durchführung

Vorbereitete Probe (10 - 35 °C)	1,0 ml	In eine Reaktionsküvette pipettieren und mischen
		oder - nach Aufschluss für Gesamtphosphor - abgekühlte, fest verschlossene Küvette gut schütteln.
Reagenz P-2K ¹⁾	5 Tropfen ²⁾	Zugeben, Küvette fest verschließen und mischen.
Reagenz P-3K ¹⁾	1 Dosis	Zugeben und die fest verschlossene Küvette kräftig schütteln, bis das Reagenz vollständig gelöst ist.
5 min stehen lassen (Reaktionszeit) , dann Messprobe im Photometer messen.		

¹⁾ Bei hohen Chlorid-Gehalten wird empfohlen, die Reihenfolge der Reagenzien P-2K und P-3K zu vertauschen.

²⁾ **Flasche während der Zugabe des Reagenzes senkrecht halten!**

Hinweise zur Messung:

- Zur photometrischen Messung müssen die Küvetten sauber sein. Ggf. mit einem trockenen, sauberen Tuch abwischen.
- Trübungen nach vollendeter Reaktion ergeben zu hohe Messwerte.
- pH-Wert der Messlösung soll im Bereich 0,80 - 0,95 liegen.
- Die Farbe der Messlösung bleibt nach Ablauf der o. a. Reaktionszeit mindestens 60 min stabil.

8. Analytische Qualitätssicherung

wird vor jeder Messserie empfohlen

Zur Überprüfung des photometrischen Messsystems (Testreagenz, Messvorrichtung, Handhabung) und der Arbeitsweise können die Phosphor (gesamt)-Standardlösungen CRM (s. Abschnitt 5) - zur Bestimmung von Gesamtphosphor - bzw. Spectroquant® CombiCheck 20 und 80 verwendet werden. Diese Artikel enthalten außer einer **Standardlösung** mit 8,0 mg/l PO₄-P (CombiCheck 20) bzw. 15,0 mg/l PO₄-P (CombiCheck 80) zusätzlich noch eine **Additionslösung** zur Ermittlung von probenabhängigen Störungen (**Matrixeffekte**).

Zusätzliche Hinweise unter www.qa-test-kits.com.

Qualitäts- und Chargenzertifikate für Spectroquant® Testsätze s. Website. Dort sind alle Daten der Produktionskontrolle aufgeführt, die nach ISO 8466-1 und DIN 38402 A51 ermittelt wurden.

9. Hinweise

- Flaschen nach Reagenzentnahme umgehend wieder verschließen.
- Hinweise zur Entsorgung können auf www.disposal-test-kits.com angefordert werden.**

Merck KGaA, 64271 Darmstadt, Germany, Tel. +49(0)6151 72-2440

www.sigmaaldrich.com/photometry

EMD Millipore Corporation, 400 Summit Drive, Burlington MA 01803, USA, Tel. +1-978-715-4321

Sigma-Aldrich Canada Co. or Millipore (Canada) Ltd. 2149 Winston Park, Dr. Oakville, Ontario, L6H 6J8, Phone: +1 800-565-1400



1.14729.0001

1.14729.0007

Spectroquant®

Test en tube Phosphates P

pour le dosage des orthophosphates et du phosphore total
Équivalent aux méthodes USEPA pour les eaux potables et usées

1. Méthode

Dans une solution sulfurique les ions orthophosphates forment avec les ions molybdates l'acide phosphomolybdique. Celui-ci est réduit par l'acide ascorbique en bleu de phosphomolybdène (« PMB ») qui est dosé par photométrie.

La méthode est analogue à EPA 365.2+3, APHA 4500-P E et DIN EN ISO 6878.

2. Domaine de mesure et nombre de dosages

Domaine de mesure	Nombre de dosages
0,5 - 25,0 mg/l de PO ₄ -P	25
1,5 - 76,7 mg/l de PO ₄ ³⁻	
1,1 - 57,3 mg/l de P ₂ O ₅	

Données de programmation pour les photomètres / spectrophotomètres choisis, cf. www.sigmaaldrich.com/photometry.

3. Applications

Ce test ne dose que les orthophosphates. Une minéralisation de l'échantillon est nécessaire pour doser le phosphore total (cf. § 6).

Echantillons :

Eaux souterraines et eaux de surface, eau de mer
Eau potable
Eaux usées
Solutions nutritives servant d'engrais
Sols après prétraitement approprié de l'échantillon
Aliments après prétraitement approprié de l'échantillon

4. Influence des substances étrangères

La vérification a eu lieu au cas par cas sur des solutions contenant 15 et 0 mg/l de PO₄-P. Le dosage n'est pas encore perturbé jusqu'aux concentrations de substances étrangères indiquées dans le tableau. On n'a pas contrôlé s'il y a des effets cumulatifs, mais ceux-ci ne sont pas à exclure.

Concentrations de substances étrangères en mg/l ou %					
Ag ⁺	1000	F ⁻	250	Pb ²⁺	100
AsO ₄ ³⁻	1,0	Fe ³⁺	1000	S ²⁻	10
Ca ²⁺	1000	Hg ²⁺	50	SiO ₃ ²⁻	1000
Cd ²⁺	1000	Mg ²⁺	1000	SO ₃ ²⁻	1000
CN ⁻	1000	Mn ²⁺	1000	Zn ²⁺	1000
Cr ³⁺	1000	NH ₄ ⁺	1000	EDTA	1000
Cr ₂ O ₇ ²⁻	25	Ni ²⁺	1000	Tensio-actifs ¹⁾	500
Cu ²⁺	1000	NO ₂ ⁻	1000	DCO (K hydrogénéphthalate)	750 ²⁾
				Na acétate	5 %
				NaCl	20 %
				NaNO ₃	10 %
				Na ₂ SO ₄	10 %

Les réducteurs perturbent.

¹⁾ testé avec des tensio-actifs non ioniques, cationiques et anioniques

²⁾  Une DCO plus élevée est susceptible de diminuer l'efficacité du mélange de minéralisation lors du dosage du phosphore total et de donner des résultats trop faibles. Jusqu'à 1500 mg/l maximum de DCO, ceci peut être évité si on ajoute 2 doses de réactif P-1K à la place d'1 dose.

5. Réactifs et produits auxiliaires

Tenir compte de tous les avertissements figurant sur l'emballage et les réactifs.

Conservés hermétiquement fermés entre +15 et +25 °C, les réactifs-test sont utilisables jusqu'à la date indiquée sur l'emballage.

Contenu d'un emballage :

1 flacon de réactif P-1K
1 flacon de réactif P-2K
1 flacon de réactif P-3K
25 tubes à essai avec réactif
1 capuchon doseur vert
1 capuchon doseur bleu
1 feuille de pastilles autocollantes pour le numérotage des tubes

Autres réactifs et accessoires :

MQuant® Test Phosphates, art. 1.10428,
domaine de mesure 10 - 500 mg/l de PO₄³⁻ (3,3 - 163 mg/l de PO₄-P)
MQuant® Bandelettes indicatrices universelles pH 0 - 14, art. 1.09535
Acide sulfurique 0,5 mol/l Titripur®, art. 1.09072
Spectroquant® CombiCheck 20, art. 1.14675
Spectroquant® CombiCheck 80, art. 1.14738
Phosphore (total) - solution étalon CRM, 4,00 mg/l de PO₄-P, art. 1.25047
Phosphore (total) - solution étalon CRM, 15,0 mg/l de PO₄-P, art. 1.25048
Acide chlorhydrique 25 % pour analyses EMSURE®, art. 1.00316

Aux États-Unis et au Canada, l'activité Life Science de Merck KGaA, Darmstadt, Allemagne opère sous le nom de MilliporeSigma.

© 2021 Merck KGaA, Darmstadt, Allemagne et/ou ses sociétés affiliées. Tous droits réservés. Le M multicolore est une marque de Merck KGaA, Darmstadt, Allemagne. Toutes les autres marques citées appartiennent à leurs propriétaires respectifs.
Des informations détaillées sur les marques sont disponibles via des ressources accessibles au public.

Pipette pour un volume de pipetage de 1,0 ml
Thermoréacteur

6. Préparation

- Ne rincer la verrerie qu'avec des détergents exempts de phosphates. Sinon, la remplir d'acide chlorhydrique (10 % env.) et la laisser reposer pendant plusieurs heures.

A la première utilisation, **remplacer les bouchons filetés des flacons des réactifs P-1K et P-3K par les capuchons doseurs correspondants :**

Réactif P-1K: capuchon doseur vert
Réactif P-3K: capuchon doseur bleu

Tenir le flacon de réactif correspondant **verticalement** et à chaque dosage, pousser le glisseur dans le capuchon doseur **jusqu'à la butée**. Avant chaque dosage, s'assurer que le glisseur soit **retiré**.

 La série de mesures étant terminée, **reboucher les flacons de réactif avec les bouchons filetés correspondants car les réactifs sont sensibles à l'humidité atmosphérique qui influence leur fonction.**

- Analyser les échantillons immédiatement après leur prélèvement.
- Minéralisation pour le dosage du phosphore total (lunettes de protection!) :**

Echantillon préparé	1,0 ml	Pipetter dans le tube à essai.
Réactif P-1K	1 dose ¹⁾	Ajouter, boucher le tube hermétiquement et mélanger.

Chauffer le tube pendant 30 minutes à 120 °C dans le thermoréacteur préchauffé. Laisser refroidir le tube bouché jusqu'à température ambiante dans un support d'éprouvettes.

Ne pas refroidir à l'eau froide !

¹⁾ En cas de valeurs élevées de DCO : 2 doses

- Vérifier la teneur en phosphates avec le test Phosphates MQuant®. Les échantillons contenant plus de 25,0 mg/l de PO₄-P doivent être dilués avec de l'eau distillée **avant** la minéralisation.
- Le pH doit être compris entre 0 et 10.**
L'ajuster si nécessaire avec de l'acide sulfurique.
- Filtrer les échantillons troubles.

7. Mode opératoire

Echantillon préparé (10 - 35 °C)	1,0 ml	Pipetter dans le tube à essai et mélanger ou - après minéralisation pour le dosage du phosphore total - bien agiter le tube refroidi, hermétiquement bouché.
Réactif P-2K ¹⁾	5 gouttes ²⁾	Ajouter, boucher le tube hermétiquement et mélanger.
Réactif P-3K ¹⁾	1 dose	Ajouter, boucher le tube hermétiquement et l'agiter vigoureusement jusqu'à dissolution totale du réactif .

Laisser reposer 5 minutes (temps de réaction), puis mesurer l'échantillon dans le photomètre.

¹⁾ En cas de teneurs élevées en chlorures, il est recommandé d'inverser l'ordre des réactifs P-2K et P-3K.

²⁾ Pendant l'addition du réactif tenir le flacon verticalement.

Remarques concernant la mesure:

- Les tubes utilisés pour la mesure photométrique doivent être propres. Les essuyer le cas échéant avec un chiffon sec et propre.
- Les troubles éventuels se développant après la réaction donnent des résultats trop élevés.
- Le pH de la solution à mesurer doit être compris entre 0,80 et 0,95.
- La couleur de la solution à mesurer reste stable pendant un minimum de 60 minutes passé le temps de réaction indiqué plus haut.

8. Assurance de la qualité d'analyse

conseillé avant chaque série de mesures
Pour le contrôle du système de mesure photométrique (réactifs-test, dispositif de mesure, manipulation) et du mode opératoire, on peut utiliser les solutions étalon de phosphore (total), CRM (cf. § 5) - pour le dosage du phosphore total - ou le CombiCheck 20 et 80 Spectroquant®. Outre une solution étalon avec 8,0 mg/l de PO₄-P (CombiCheck 20) ou 15,0 mg/l de PO₄-P (CombiCheck 80), ces articles contiennent aussi une **solution additive** pour la détermination des interférences dépendant de l'échantillon (**effets de matrice**).
Remarques complémentaires, cf. sous www.qa-test-kits.com.
Certificats de qualité et de lot pour les tests Spectroquant®, cf. site web.
On y trouve une liste de toutes les données du contrôle en cours de production qui ont été déterminées selon ISO 8466-1 et DIN 38402 A51.

9. Remarques

- Reboucher les flacons immédiatement après le prélèvement des réactifs.
- Pour commander les instructions sur l'élimination des déchets, cf. www.disposal-test-kits.com.**

Merck KGaA, 64271 Darmstadt, Germany, Tel. +49(0)6151 72-2440
www.sigmaaldrich.com/photometry
EMD Millipore Corporation, 400 Summit Drive, Burlington MA 01803, USA,
Tel. +1-978-715-4321
Sigma-Aldrich Canada Co. or Millipore (Canada) Ltd. 2149 Winston Park,
Dr. Oakville, Ontario, L6H 6J8, Phone: +1 800-565-1400



1.14729.0001

1.14729.0007

Spectroquant®

Test en cubetas Fosfatos P

para determinación de ortofosfatos y fósforo total
Equivalente a los métodos USEPA para aguas potables y residuales

1. Método

En solución sulfúrica los iones ortofosfato forman con los iones molibdato ácido molibdofosfórico. Este último, con ácido ascórbico, se reduce a azul de fosfomolibdeno ("PMB") que se determina fotométricamente. El procedimiento es análogo a EPA 365.2+3, APHA 4500-P E y DIN EN ISO 6878.

2. Intervalo de medida y número de determinaciones

Intervalo de medida	Número de determinaciones
0,5 - 25,0 mg/l de PO ₄ -P ¹⁾	25
1,5 - 76,7 mg/l de PO ₄ ³⁻	
1,1 - 57,3 mg/l de P ₂ O ₅	

¹⁾ P de fosfato

Datos de programación para determinados fotómetros / espectrofotómetros, ver www.sigmaaldrich.com/photometry.

3. Campo de aplicaciones

El test determina solamente ortofosfatos. Para la determinación de fósforo total es necesaria una disgregación de la muestra (ver apartado 6).

Material de las muestras:

Aguas subterráneas y superficiales, agua de mar
Agua potable
Aguas residuales
Soluciones nutritivas para fertilización
Suelos tras preparación apropiada de la muestra
Alimentos tras preparación apropiada de la muestra

4. Influencia de sustancias extrañas

Ésta se comprobó de forma individual en soluciones con 15 y con 0 mg/l de PO₄-P. Hasta las concentraciones de sustancias extrañas indicadas en la tabla la determinación todavía no es interferida. No se han controlado efectos cumulativos; sin embargo, éstos no pueden ser excluidos.

Concentración de sustancias extrañas en mg/l o en %					
Ag ⁺	1000	F ⁻	250	Pb ²⁺	100
AsO ₄ ³⁻	1,0	Fe ³⁺	1000	S ²⁻	10
Ca ²⁺	1000	Hg ²⁺	50	SiO ₃ ²⁻	1000
Cd ²⁺	1000	Mg ²⁺	1000	SO ₃ ²⁻	1000
CN ⁻	1000	Mn ²⁺	1000	Zn ²⁺	1000
Cr ³⁺	1000	NH ₄ ⁺	1000		
Cr ₂ O ₇ ²⁻	25	Ni ²⁺	1000		
Cu ²⁺	1000	NO ₂ ⁻	1000		

Los reductores interfieren.

¹⁾ ensayo con tensioactivos no iónicos, catiónicos y aniónicos

²⁾ **En la determinación de fósforo total, un DQO más elevado puede disminuir la eficacia de la mezcla disgregante y tener como consecuencia valores falsamente bajos. Hasta un máximo de 1500 mg/l de DQO, esto puede ser evitado si se añaden 2 dosis del reactivo P-1K en lugar de 1 dosis.**

5. Reactivos y auxiliares

¡Tener en cuenta las advertencias de peligro que se encuentran en los diferentes componentes del envase!

Los reactivos del test son utilizables hasta la fecha indicada en el envase si se conservan cerrados entre +15 y +25 °C.

Contenido del envase:

1 frasco de reactivo P-1K
1 frasco de reactivo P-2K
1 frasco de reactivo P-3K
25 cubetas de reacción
1 dosificador verde
1 dosificador azul
1 hoja con etiquetas redondas autoadhesivas para numerar las cubetas

Otros reactivos y accesorios:

MQuant® Test Fosfatos, art. 1.10428,
intervalo de medida 10 - 500 mg/l de PO₄³⁻ (3,3 - 163 mg/l de PO₄-P)
MQuant® Tiras indicadoras universales pH 0 - 14, art. 1.09535
Ácido sulfúrico 0,5 mol/l Titripur®, art. 1.09072
Spectroquant® CombiCheck 20, art. 1.14675
Spectroquant® CombiCheck 80, art. 1.14738
Fósforo (total) - solución patrón CRM, 4,00 mg/l de PO₄-P, art. 1.25047
Fósforo (total) - solución patrón CRM, 15,0 mg/l de PO₄-P, art. 1.25048
Ácido clorhídrico 25 % para análisis EMSURE®, art. 1.00316
Pipeta para un volumen de pipeteo de 1,0 ml
Termorreactor

La división Life Science de Merck KGaA, Darmstadt, Alemania opera como MilliporeSigma en los Estados Unidos y en Canadá.

© 2021 Merck KGaA, Darmstadt, Alemania y/o sus filiales. Todos los derechos reservados. The vibrant M es una marca comercial de Merck KGaA, Darmstadt, Alemania. Todas las demás marcas comerciales son propiedad de sus respectivos propietarios. Tiene a su disposición información detallada sobre las marcas comerciales a través de recursos accesibles al público.

6. Preparación

- Enjuagar el material de vidrio solamente con detergentes exentos de fosfatos. En otro caso dejarlo llenado con ácido clorhídrico (aprox. 10 %) durante varias horas.

Al usar por primera vez **substituir las tapas roscadas de los frascos de reactivos P-1K y P-3K por los correspondientes dosificadores:**

Reactivo P-1K: dosificador verde
Reactivo P-3K: dosificador azul

Mantener **verticalmente** el correspondiente frasco de reactivo y en cada dosificación apretar el cursor en el dosificador **hasta el tope.**

Antes de cada dosificación poner cuidado en que el cursor esté **completamente sacado.**



Acabada la serie de mediciones, cerrar los frascos de reactivos de nuevo con las tapas roscadas correspondientes, ya que la absorción de humedad del aire perjudica el funcionamiento de los reactivos.

- Analizar las muestras inmediatamente después de la toma de muestras.

- Disgregación para determinación del fósforo total (igafas protectoras!):**

Muestra preparada	1,0 ml	Pipetear en una cubeta de reacción.
Reactivo P-1K	1 dosis ¹⁾	Añadir, cerrar firmemente la cubeta y mezclar.

Calentar la cubeta durante 30 minutos a 120 °C en el termorreactor precalentado.

Dejar enfriar a temperatura ambiente la cubeta cerrada en un soporte para tubos de ensayo.

¡No refrigerar con agua fría!

¹⁾ en el caso de elevados valores de DQO: 2 dosis

- Comprobar el contenido de fosfatos con el test Fosfatos MQuant®. Las muestras con más de 25,0 mg/l de PO₄-P deben diluirse con agua destilada **antes** de la disgregación.
- El valor del pH debe encontrarse en el intervalo 0 - 10.** Si es necesario, ajustar con ácido sulfúrico.
- Filtrar las muestras turbias.

7. Técnica

Muestra preparada (10 - 35 °C)	1,0 ml	Pipetear en una cubeta de reacción y mezclar o - después de disgregación para fósforo total - agitar bien la cubeta enfriada, firmemente cerrada.
Reactivo P-2K ¹⁾	5 gotas ²⁾	Añadir, cerrar firmemente la cubeta y mezclar.
Reactivo P-3K ¹⁾	1 dosis	Añadir y agitar vigorosamente la cubeta firmemente cerrada hasta que el reactivo se haya disuelto completamente.

Dejar en reposo 5 minutos (tiempo de reacción), luego medir la muestra de medición en el fotómetro.

¹⁾ En caso de elevado contenido de cloruros se recomienda invertir el orden de los reactivos P-2K y P-3K.

²⁾ **¡Mantener el frasco verticalmente durante la adición del reactivo!**

Notas sobre la medición:

- Para la medición fotométrica las cubetas deben estar limpias. Si es necesario, limpiarlas con un paño seco y limpio.
- Las turbideces después de acabada la reacción dan como resultado valores falsamente elevados.
- El valor del pH de la solución de medición debe encontrarse en el intervalo 0,80 - 0,95.
- El color de la solución de medición permanece estable como mínimo 60 minutos después de transcurrido el tiempo de reacción antes indicado.

8. Aseguramiento analítico de la calidad

se recomienda antes de cada serie de mediciones
Para comprobar el sistema fotométrico de medición (reactivos del test, dispositivo de medición, manipulación) y el modo de trabajo pueden usarse las soluciones patrón de fósforo (total), CRM (ver apartado 5) - para determinación de fósforo total - o el CombiCheck 20 y 80 Spectroquant®. Además de una **solución patrón** con 8,0 mg/l de PO₄-P (CombiCheck 20) o resp. 15,0 mg/l de PO₄-P (CombiCheck 80), estos artículos contienen también una **solución de adición** para determinar las interferencias dependientes de la muestra (**efectos de matriz**).
Notas adicionales, ver bajo www.qa-test-kits.com.
Certificados de calidad y lote para Kits de test de Spectroquant®, véase el sitio web. Allí se indican todos los datos del control de producción que se han obtenido según ISO 8466-1 y DIN 38402 A51.

9. Notas

- Cerrar de nuevo inmediatamente los frascos tras la toma de los reactivos.
- Podrá pedirse información sobre los procedimientos de eliminación en www.disposal-test-kits.com.**

Merck KGaA, 64271 Darmstadt, Germany, Tel. +49(0)6151 72-2440
www.sigmaaldrich.com/photometry
EMD Millipore Corporation, 400 Summit Drive, Burlington MA 01803, USA, Tel. +1-978-715-4321
Sigma-Aldrich Canada Co. or Millipore (Canada) Ltd. 2149 Winston Park, Dr. Oakville, Ontario, L6H 6J8, Phone: +1 800-565-1400



1.14729.0001

1.14729.0007

Spectroquant®

Test in cuvetta Fosfati

P

per la determinazione degli ortofosfati e del fosforo totale
Equivalente a metodi USEPA per le acque potabili e di scarico

1. Metodo

In soluzione solforica, gli ioni ortofosfato formano con gli ioni molibdato acido fosfomolibdico. Quest'ultimo viene ridotto con acido ascorbico a blu di fosfomolibdeno ("PMB"), il quale viene determinato fotometricamente. Il procedimento è analogo a EPA 365.2+3, APHA 4500-P E e DIN EN ISO 6878.

2. Intervallo di misura e numero delle determinazioni

Intervallo di misura	Numero delle determinazioni
0,5 - 25,0 mg/l PO ₄ -P	25
1,5 - 76,7 mg/l PO ₄ ³⁻	
1,1 - 57,3 mg/l P ₂ O ₅	

Per i dati di programmazione per fotometri / spettrofotometri selezionati - visitare www.sigmaaldrich.com/photometry.

3. Settore d'impiego

Il test rileva solo ortofosfato. Per la determinazione del fosforo totale è necessaria una disgregazione del campione (vedere punto 6).

Materiale d'esame:

Acque sotterranee e di superficie, acqua di mare
Acqua potabile
Acque di scarico
Soluzioni nutritive per la concimazione
Suoli dopo preparazione appropriata del campione
Alimenti dopo preparazione appropriata del campione

4. Interferenze

L'interferenza è stata controllata singolarmente su soluzioni con 15 e 0 mg/l PO₄-P. La determinazione non subisce interferenze fino alle concentrazioni delle sostanze estranee indicate in tabella. Non sono stati verificati eventuali effetti cumulativi che non possono tuttavia essere esclusi.

Concentrazioni di sostanze estranee risp. in mg/l o %					
Ag ⁺	1000	F ⁻	250	Pb ²⁺	100
AsO ₄ ³⁻	1,0	Fe ³⁺	1000	S ²⁻	10
Ca ²⁺	1000	Hg ²⁺	50	SiO ₃ ²⁻	1000
Cd ²⁺	1000	Mg ²⁺	1000	SO ₃ ²⁻	1000
CN ⁻	1000	Mn ²⁺	1000	Zn ²⁺	1000
Cr ³⁺	1000	NH ₄ ⁺	1000	EDTA	1000
Cr ₂ O ₇ ²⁻	25	Ni ²⁺	1000	Tensioattivi ¹⁾	500
Cu ²⁺	1000	NO ₂ ⁻	1000	COD (K-idrogeno- ftalato)	750 ²⁾
				Na-acetato	5 %
				NaCl	20 %
				NaNO ₃	10 %
				Na ₂ SO ₄	10 %

Gli agenti riducenti interferiscono.

¹⁾ esaminato con tensioattivi non ionici, cationici ed anionici

²⁾ **Un valore più alto di COD può ridurre l'efficienza della miscela disgregante nella determinazione del fosforo totale e di conseguenza simulare valori troppo bassi. Fino a 1500 mg/l COD al massimo, questo può essere evitato se si aggiungono 2 dosi del reattivo P-1K invece di 1 dose.**

5. Reattivi ed accessori

Osservare tutte le avvertenze di pericolo sulle singole parti della confezione!

I reattivi del test, conservati sigillati a +15 fino a +25 °C, si mantengono inalterati fino alla data indicata sulla confezione.

Contenuto della confezione:

1 flacone di reattivo P-1K
1 flacone di reattivo P-2K
1 flacone di reattivo P-3K
25 cuvette di reazione
1 dosatore verde
1 dosatore blu
1 foglio con etichette aderenti per contrassegnare le cuvette

Ulteriori reattivi ed accessori:

MQuant® Test Fosfati, art. 1.10428,
intervallo di misura 10 - 500 mg/l PO₄³⁻ (3,3 - 163 mg/l PO₄-P)
MQuant® Strisce indicatrici universali pH 0 - 14, art. 1.09535
Acido solforico 0,5 mol/l Titripur®, art. 1.09072
Spectroquant® CombiCheck 20, art. 1.14675
Spectroquant® CombiCheck 80, art. 1.14738
Fosforo (totale) - soluzione standard CRM, 4,00 mg/l PO₄-P, art. 1.25047
Fosforo (totale) - soluzione standard CRM, 15,0 mg/l PO₄-P, art. 1.25048
Acido cloridrico 25 % per analisi EMSURE®, art. 1.00316

Pipetta per un volume di dispensazione di 1,0 ml
Termoreattore

6. Preparazione

- Risciacquare la vetreria solo con detergente privo di fosfati. In alternativa, lasciarla per qualche ora in una soluzione di acido cloridrico (ca. 10 %).

Al primo uso, si prega di **sostituire i tappi a vite dei flaconi dei reattivi P-1K e P-3K con i dosatori appropriati:**

Reattivo P-1K: dosatore verde

Reattivo P-3K: dosatore blu

Tenere il rispettivo flacone di reattivo in **posizione verticale** e premere ad ogni dosaggio il cursore nel dosatore **fino in fondo**. **Prima di ogni dosaggio**, accertarsi che il cursore sia **completamente estratto**.

Al termine della serie di misurazioni, richiudere i flaconi dei reattivi con i tappi a vite appropriati, onde evitare l'assorbimento di umidità dell'aria da parte dei reattivi che ne comprometterebbe la funzionalità.

- Analizzare i campioni immediatamente dopo il prelievo.
- Disgregazione per la determinazione del fosforo totale (occhiali di protezione!):**

Campione preparato	1,0 ml	Pipettare nella cuvetta di reazione.
Reattivo P-1K	1 dose ¹⁾	Aggiungere, chiudere per bene la cuvetta e mescolare.
Riscaldare la cuvetta per 30 min. a 120 °C nel termoreattore preriscaldato. Lasciar raffreddare la cuvetta sempre ben chiusa sul portaprovette a temperatura ambiente.		
Non raffreddare con acqua fredda!		

¹⁾ 2 dosi in caso di valori elevati di COD

- Controllare il contenuto dei fosfati con il test Fosfati MQuant®. I campioni con più di 25,0 mg/l de PO₄-P devono essere diluiti con acqua distillata **prima** della disgregazione.
- Il pH deve rientrare nell'intervallo 0 - 10.** Se necessario, regolare con acido solforico.
- Filtrare i campioni torbidi.

7. Esecuzione

Campione preparato (10 - 35 °C)	1,0 ml	Pipettare nella cuvetta di reazione e mescolare
		o - dopo la disgregazione per il fosforo totale - agitare bene la cuvetta raffreddata e sempre ben chiusa.
Reattivo P-2K ¹⁾	5 gocce ²⁾	Aggiungere, chiudere per bene la cuvetta e mescolare.
Reattivo P-3K ¹⁾	1 dose	Aggiungere ed agitare fortemente la cuvetta ben chiusa finché il reattivo sia completamente disciolto.
Lasciar riposare per 5 min. (tempo di reazione), poi misurare il campione da analizzare nel fotometro.		

¹⁾ In caso di contenuti elevati di cloruri, si raccomanda di invertire l'ordine dei reattivi P-2K e P-3K.

²⁾ **Tenere il flacone in posizione verticale durante l'aggiunta del reattivo!**

Indicazioni per la misurazione:

- Per la misurazione fotometrica le cuvette devono essere ben pulite. Eventualmente asciugare con panno asciutto e pulito.
- Eventuali intorbidamenti che si creano a reazione avvenuta danno valori troppo elevati.
- Il pH della soluzione di misura deve rientrare nell'intervallo 0,80 - 0,95.
- Dopo che è trascorso il tempo di reazione sopraindicato, il colore della soluzione di misura rimane stabile per almeno 60 min.

8. Assicuramento della qualità analitica

raccomandato prima di ogni serie di misurazioni
Per il controllo del sistema di misura fotometrico (reattivi del test, dispositivo di misura, maneggio) e della modalità operativa si possono utilizzare le soluzioni standard di fosforo (totale), CRM (vedere punto 5) - per la determinazione del fosforo totale - o il CombiCheck 20 e 80 Spectroquant®. Oltre a una **soluzione standard** con 8,0 mg/l PO₄-P (CombiCheck 20) o 15,0 mg/l PO₄-P (CombiCheck 80), questi prodotti contengono inoltre una **soluzione additiva** per la rilevazione di interferenze provenienti dal campione (**effetti matrice**). Per ulteriori indicazioni, consultare www.qa-test-kits.com. Per i certificati di qualità e dei lotti nei kit dei test Spectroquant® consultare il sito Internet dove sono raccolti tutti i dati di controllo della produzione determinati secondo ISO 8466-1 e DIN 38402 A51.

9. Avvertenze

- Chiudere i flaconi immediatamente dopo il prelievo dei reattivi.
- Per richiedere informazioni sullo smaltimento visitare www.disposal-test-kits.com.**

