

## **Celkový fosfor**

### **Stanovení celkového fosforu**

Pod pojmem celkový fosfor se rozumí rozpuštěné i nerozpuštěné sloučeniny fosforu. Z chemického hlediska se celkový fosfor dělí na anorganicky a organicky vázaný. Anorganicky vázaný fosfor může být přítomen jako orthofosforečnany nebo jako hydrolyzovatelné fosforečnany (zpravidla jde o polyfosforečnany). Organicky vázaný fosfor může být přítomen v celé řadě sloučenin. Z hlediska odpadních vod má největší význam stanovení celkového fosforu. Pro tento účel je k dispozici několik postupů, které se liší způsobem mineralizace. Princip závěrečné koncovky je ve všech případech stejný (molybdenanová metoda). Anorganicky vázaný fosfor (orthofosforečnany) reaguje s molybdenanem přímo, organické sloučeniny fosforu je zapotřebí předem rozložit.

- ČSN EN ISO 6878 (75 7465) Jakost vod – Stanovení fosforu – Spektrofotometrická metoda s molybdenanem amonným. Datum vydání: Listopad 2004.

Pro stanovení celkového fosforu jsou popsány dva postupy: jednak po oxidaci peroxidisíranem a jednak po rozkladu kyselinou dusičnou a sírovou. Metody se používají k rozboru všech druhů vod. Bez ředění lze stanovit koncentrace fosforu v rozsahu 0,005 mg/l až 0,8 mg/l. Extrakční postup umožňuje stanovovat nižší koncentrace fosforu s mezí detekce asi 0,0005 mg/l. Organicky vázaný fosfor se převádí na orthofosforečnany mineralizací peroxidisíranem nebo mineralizací kyselinou dusičnou a sírovou. Výsledky se vyjadřují v mg/l jako P. Výsledky se uvádějí nejvýše na tři platné číslice. Při koncentraci  $P < 0,1$  mg/l se výsledky zaokrouhlují na  $\pm 0,001$  mg/l. Rušivě působí zejména křemičitany a arseničnany.

- ČSN EN ISO 15681-1 Jakost vod – Stanovení orthofosforečnanů a celkového fosforu průtokovou analýzou (FIA) a CFA) – Část 1: Metoda průtokové injekční analýzy (FIA). Datum vydání: Duben 2005.

Tato část normy určuje metody průtokové injekční analýzy (FIA) ke stanovení orthofosforečnanů v rozsahu hmotnostních koncentrací fosforu (P) od 0,01 mg/l do 1,0 mg/l a celkového fosforu po manuálním rozkladu peroxidisíranem draselným podle ISO 6878 (viz výše) v rozsahu hmotnostních koncentrací fosforu (P) od 0,1 mg/l do 10 mg/l. Rozsah použití může být měněn úpravou pracovních podmínek. Metoda je použitelná pro všechny druhy vod. Závěrečná koncovka je stejná (molybdenanová metoda). Rušivě působí především křemičitany a arseničnany. Arseničnany působí velmi rušivě: 100  $\mu\text{g/l}$  As(V) má na následek odezvu srovnatelnou asi se 0,030 mg/l P. K rušivým vlivům křemičitanů, dusitanů, fluoridů a železa zpravidla nedochází v důsledku předběžného rozkladu. Účinnost rozkladu vzorků vody může ovlivnit hodnota CHSK (COD). Hydrolýza a účinnost rozkladu se ověřuje roztokem difosforečnanu draselného (anorganicky vázaný fosfor) a roztokem pyridoxal-5-fosfátu nebo dinatriumfenylfosfátu (organicky vázaný fosfor).

- ČSN EN ISO 15681-2 (75 7464) Jakost vod – Stanovení orthofosforečnanů a celkového fosforu průtokovou analýzou (FIA a CFA) – Část 2: Metoda kontinuální průtokové analýzy (CFA). Datum vydání: Září 2005.

Tato část normy určuje metodu kontinuální průtokové analýzy (CFA) ke stanovení orthofosforečnanů v rozsahu hmotnostních koncentrací fosforu (P) od 0,01 mg/l do 1,0 mg/l, a celkového fosforu v rozsahu hmotnostních koncentrací od 0,1 mg/l do 10 mg/l. Metoda zahrnuje rozklad sloučenin organicky vázaného fosforu a hydrolýzu sloučenin anorganických polyfosforečnanů. V této normě je uvedena také metoda mineralizace ultrafialovým zářením. Vzniklé orthofosforečnany se stanoví molybdenanovou metodou. Rozklad se provádí buď manuálně tak, jak je popsán v ISO 6878, nebo integrovaným působením UV záření a hydrolytické jednotky. Tuto část normy lze použít pro všechny druhy vod. Rozsah použití je možné měnit změnou pracovních podmínek. Výsledky se uvádějí na dvě platné číslice.

- TNV 75 7466 Jakost vod – Stanovení fosforu po rozkladu kyselinou dusičnou a chloristou (pro stanovení ve znečištěných vodách). Datum vydání: Únor 2000.

Metoda uvedená v TNV nepředstavuje oproti výše uvedeným normám pouze alternativu pro laboratoře, které nedisponují nákladnější instrumentací, ale je užitečná proto, že uvádí jeden z nejučinnějších postupů rozkladu vzorku pro stanovení celkového fosforu. Jeho použití se doporučuje pro zjištění účinnosti mineralizace peroxodisíranem. Tato norma určuje metodu stanovení celkového fosforu ve vzorcích všech druhů vod. Je vhodná ke stanovení celkového fosforu asi od 0,005 mg P v litru. Postupný rozklad kyselinami dusičnou a chloristou za horka patří k nejučinnějším, ale poměrně časově náročným postupům. Doporučuje se jen pro vzorky s vysokým obsahem znečišťujících látek, popřípadě jako porovnávací metoda při rozhodování o aplikaci jednodušších způsobů rozkladu, například podle ČSN EN ISO 6878.

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. Vydání 21. APHA, AWWA a WEF, Washington 2005.

V textu se podrobně rozdělují různé formy fosforu. Rozpuštěný, nerozpuštěný a celkový fosfor se dělí na reaktivní fosfor, fosfor po kyselé hydrolýze a organický fosfor. Pro stanovení celkového fosforu se pro mineralizaci používá peroxodisíran, směs kyseliny dusičné a sírové, a kyselina chloristá, případně v kombinaci s UV-zářením. Je také popsána metoda průtokové injekční analýzy (FIA). V těchto směrech vycházejí metody ze stejných zásad jako normy ISO a EN. Jiná varianta pro stanovení celkového fosforu není uvedena.

#### **Pro toto stanovení jsou k dispozici také normy U.S. EPA:**

- U.S. EPA 365.1 Phosphorus, All Forms, Colorimetric, Automated, Ascorbic Acid
- U.S. EPA 365.2 Phosphorus, All Forms, Colorimetric, Automated, Ascorbic Acid,  
▪ Single Reagent
- U.S. EPA 365.3 Phosphorus, All Forms, Colorimetric, Automated, Ascorbic Acid,  
▪ Two Reagent
- U.S. EPA 365.4 Phosphorus, Total, Colorimetric, Automated, Block Digester,  
▪ Automated Analyzer II

#### **Zdroje informací:**

ČSN EN ISO 6878 (75 7465) Jakost vod – Stanovení fosforu – Spektrofotometrická metoda s molybdenanem amonným. ČNI Praha 2004.

ČSN EN ISO 15681-1 Jakost vod – Stanovení orthofosforečnanů a celkového fosforu průtokovou analýzou (FIA) a CFA) – Část 1: Metoda průtokové injekční analýzy (FIA). ČNI Praha 2005.

ČSN EN ISO 15681-2 (75 7464) Jakost vod – Stanovení orthofosforečnanů a celkového fosforu průtokovou analýzou (FIA a CFA) – Část 2: Metoda kontinuální průtokové analýzy (CFA). ČNI Praha 2005.

TNV 75 7466 Jakost vod – Stanovení fosforu po rozkladu kyselinou dusičnou a chloristou (pro stanovení ve znečištěných vodách). Hydroprojekt Praha 2000.

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. Vydání 21. APHA, AWWA a WEF, Washington 2005.

U.S. EPA 365.1 Phosphorus, All Forms, Colorimetric, Automated, Ascorbic Acid

U.S. EPA 365.2 Phosphorus, All Forms, Colorimetric, Automated, Ascorbic Acid, Single Reagent

U.S. EPA 365.3 Phosphorus, All Forms, Colorimetric, Automated, Ascorbic Acid, Two Reagent

U.S. EPA 365.4 Phosphorus, Total, Colorimetric, Automated, Block Digester, Automated Analyzer II

Metody EPA jsou dostupné na CD:  
EPA Methods and Guidance For Analysis of Water  
CD-ROM Version 2.0  
United States Environmental Protection Agency  
Office of Water  
Washington, D.C. 20460