Đioxit Clo

DOC316.32.01021

DPD Method[1]

Phương pháp 10126

Từ 0,04 đến 5,00 mg/L ClO_2

Gói bột thử

Phạm vi và ứng dụng: Dùng cho nước và nước thải. Được USEPA chấp nhận để báo cáo phân tích nước uống.[2] Sản phẩm này chưa được đánh giá để kiểm tra clo và cloramin trong ứng dụng y tế tại Hoa Kỳ.

1 Chuyển thể từ Tiêu chuẩn kiểm nghiệm nước và nước thải.
2 Quy trình tương đương với Tiêu chuẩn kiểm nghiệm, ấn bản 18, 4500 ClO_2 D.

Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin thiết bị cụ thể

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình cho phép thực hiện phép thử này. Bảng cũng thể hiện yêu cầu về ống mẫu và cách đặt ống mẫu đối với các phép thử thêm hóa chất, như dạng gói bột hoặc hóa chất khối.

Để sử dụng bảng, chọn thiết bị phù hợp, sau đó đọc ngang để tìm thông tin áp dụng cho phép thử này.

Bảng 1 Thông tin chi tiết từng thiết bị

Thiết bị	Hướng đặt ống mẫu	Ống mẫu
DR6000 DR3800 DR2800 DR2700 DR1900	Vạch đổ mẫu ở phía bên phải.	2495402 
DR5000 DR3900	Vạch đổ mẫu hướng về phía người sử dụng.	
DR900	Dấu định hướng hướng về phía người sử dụng.	2401906 

Trước khi bắt đầu

Mẫu cần được phân tích ngay sau khi lấy và không thể giữ lại để phân tích sau.
Gắn nắp thiết bị lên giá đỡ của DR900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ.
Để đạt kết quả tốt nhất, hãy đo giá trị mẫu trắng của thuốc thử cho mỗi lô mới. Thay mẫu bằng nước đã khử ion trong quy trình kiểm tra để xác định giá trị mẫu trắng. Tùy chọn điều chỉnh mẫu trắng sẽ tự động trừ giá trị mẫu trắng khỏi kết quả mẫu.
Nếu nồng độ chlorine dioxide trong mẫu vượt quá mức giới hạn của kiểm tra, màu sắc có thể nhạt đi hoặc chuyển sang vàng. Hãy pha loãng mẫu với lượng nước chất lượng cao không có nhu cầu chlorine đã xác định và lặp lại kiểm tra. Có thể mất một phần chlorine dioxide do quá trình pha loãng. Nhân kết quả với hệ số pha loãng.
Xem lại Bảng Dữ liệu An toàn Hóa chất (MSDS/SDS) cho các hóa chất sử dụng. Trang bị thiết bị bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.
Loại bỏ dung dịch đã phản ứng theo quy định của địa phương, tiểu bang và liên bang. Tham khảo Bảng Dữ liệu An toàn Hóa chất để biết thông tin xử lý đối với thuốc thử chưa sử dụng. Liên hệ với bộ phận môi trường, sức khỏe và an toàn của cơ sở hoặc cơ quan quản lý địa phương để có hướng dẫn xử lý thêm.

Các vật dụng cần chuẩn bị

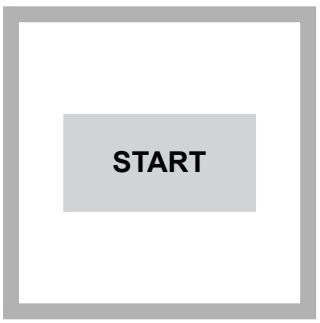
Mô tả	Số lượng
Gói bột DPD kiểm tra Clo tự do, 10 mL	1
Thuốc thử Glycine	4 giọt
Ống nghiệm mẫu. (Để biết thông tin về ống nghiệm, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, xem Thông tin thiết bị cụ thể trang 1.)	2
Nút đậy cho ống nghiệm 18 mm	2

Xem thông tin về Vật tư tiêu hao và sản phẩm thay thế ở trang 5 để biết thông tin đặt hàng.

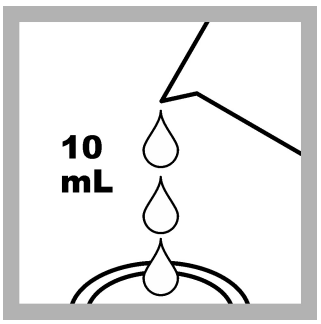
Lấy mẫu

- Tiến hành phân tích mẫu ngay sau khi lấy. Các mẫu này không thể bảo quản để kiểm tra sau.
- Chất dioxide clo là một chất oxi hóa mạnh và không bền trong nguồn nước tự nhiên. Clo phản ứng nhanh với các hợp chất vô cơ và phản ứng chậm hơn với các hợp chất hữu cơ. Nhiều yếu tố như nồng độ hóa chất, ánh sáng, độ pH, nhiệt độ và độ mặn đều ảnh hưởng đến sự phân hủy của dioxide clo trong nước.
- Thu mẫu bằng chai thủy tinh sạch. Không dùng chai nhựa vì nhựa có thể hấp thụ nhiều dioxide clo.
- Hãy tiền xử lý chai đựng mẫu thủy tinh để loại bỏ nhu cầu dioxide clo: Ngâm chai trong dung dịch nước tẩy loãng (1 mL nước tẩy thương mại với 1 lít nước khử ion) ít nhất 1 giờ. Sau đó rửa sạch hoàn toàn bằng nước khử ion hoặc nước cất. Nếu sau mỗi lần sử dụng, chai được rửa sạch hoàn toàn bằng nước khử ion hoặc nước cất thì chỉ cần tiền xử lý thỉnh thoảng.
- Đảm bảo lấy mẫu đại diện. Nếu lấy mẫu từ vòi nước, hãy để nước chảy ít nhất 5 phút. Để nước tràn ra ngoài chai vài lần rồi đậy nắp lại, tránh để không khí bên trên mẫu.

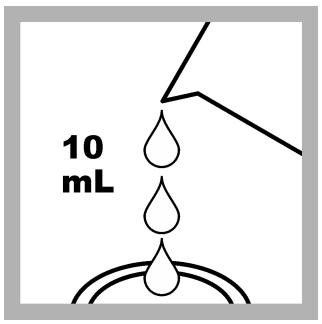
Quy trình thử nghiệm



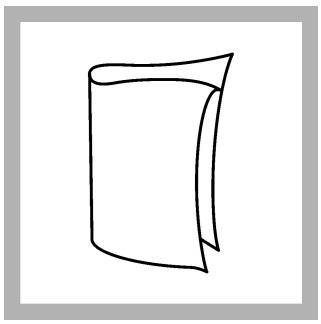
1. Khởi động chương trình **76 Chlor Diox DPD**. Để biết thêm thông tin về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy tham khảo Thông tin về từng thiết bị ở trang 1.



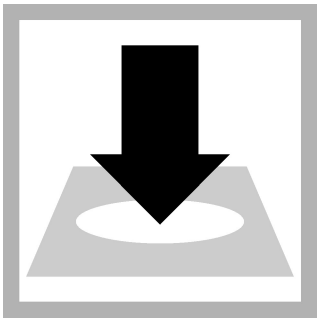
2. Chuẩn bị mẫu trắng: Rót 10 mL mẫu vào ống nghiệm mẫu trắng. Đậy nút kín cho ống mẫu trắng.



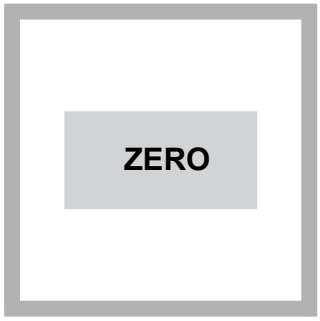
3. Chuẩn bị mẫu thử: Rót 10 mL mẫu vào ống nghiệm thứ hai. Đậy nút kín cho ống mẫu thử đã chuẩn bị.



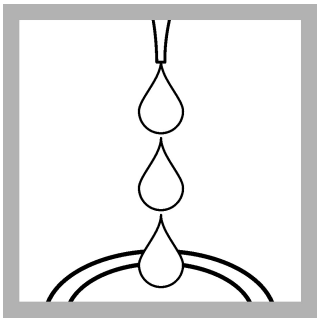
4. Làm sạch ống nghiệm mẫu trắng.



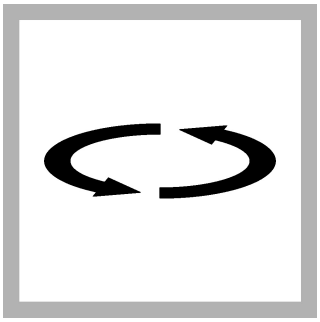
5. Đặt mẫu trắng vào giá đỡ ống nghiệm.



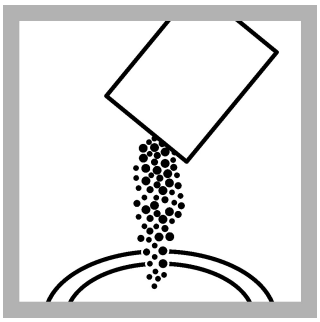
6. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị 0.00 mg/L ClO_2.



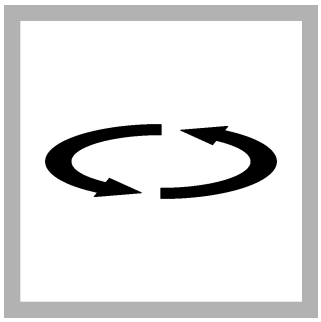
7. Nhỏ 4 giọt hóa chất Glycine vào ống nghiệm.



8. Khuấy đều để hòa trộn.



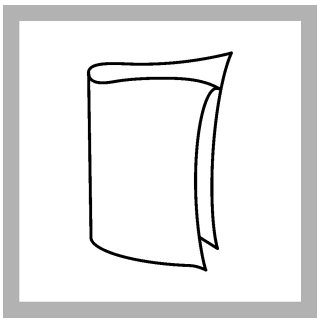
9. Đổ toàn bộ gói bột DPD Free Chlorine vào ống nghiệm.



10. Lắc đều mẫu trong 20 giây để trộn.



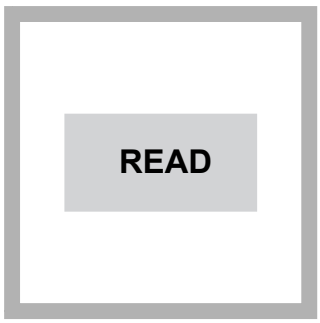
11. Chờ 30 giây để phần bột chưa tan lắng xuống. Bột chưa tan sẽ không ảnh hưởng đến độ chính xác.



12. Vệ sinh ống mẫu đã chuẩn bị.



13. Trong vòng một phút sau khi thêm hóa chất, hãy đưa mẫu đã chuẩn bị vào giá đỡ ống nghiệm.



14. Nhấn **READ**. Kết quả sẽ hiển thị bằng mg/L ClO_2.

Các yếu tố gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ ảnh hưởng
Độ axit	Vượt quá 150 mg/L $CaCO_3$. Màu sắc có thể không phát triển hoàn toàn hoặc bị nhạt đi ngay lập tức. Điều chỉnh pH về mức 6–7 với 1 N Natri Hydroxit. Dùng mẫu thử riêng để đo lượng cần thêm, sau đó thêm lượng tương tự vào mẫu cần kiểm tra. Tính toán lại kết quả xét nghiệm dựa trên sự pha loãng từ việc thêm dung dịch.
Độ kiềm	Vượt quá 250 mg/L $CaCO_3$. Màu sắc có thể không phát triển hoàn toàn hoặc bị nhạt đi ngay lập tức. Điều chỉnh pH về mức 6–7 với 1 N Axit Sulfuric. Dùng mẫu thử riêng để đo lượng cần thêm, sau đó thêm lượng tương tự vào mẫu cần kiểm tra. Tính toán lại kết quả xét nghiệm dựa trên sự pha loãng từ việc thêm dung dịch.
Brom, Br_2	Ảnh hưởng dương tính ở mọi mức độ
Clor, Cl_2	Có thể gây ảnh hưởng khi vượt quá 6 mg/L Cl_2. Có thể dùng thêm glycine để loại bỏ ảnh hưởng này.

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Chloramin vô cơ	Gây nhiễu dương ở tất cả các mức
Chloramin hữu cơ	Có thể ảnh hưởng đến kết quả phân tích tổng clo
Chất keo tụ	Phần lớn chất keo tụ ở nồng độ cao đều được chấp nhận. Khi có mặt clo, mức cho phép sẽ giảm. Xem thêm thông tin về kim loại trong bảng này. Với 0,6 mg/L Cl2, Al(SO4)3 (< 500 mg/L) và FeCl2 (<200 mg/L) vẫn có thể sử dụng được.
Độ cứng	Không ảnh hưởng khi dưới 1000 mg/L dưới dạng $CaCO_3$
Mangan, dạng oxy hóa (Mn^{4+}, Mn^{7+}) hoặc Chromium, dạng oxy hóa (Cr^{6+})	Xử lý mẫu trước như sau: **1.** Điều chỉnh pH mẫu về 6–7. **2.** Thêm 3 giọt Kali Iodide (30 g/L) vào 10 mL mẫu. **3.** Khuấy đều và chờ 1 phút. **4.** Thêm 3 giọt Natri Arsenite (5 g/L) và khuấy đều. **5.** Tiến hành đo nồng độ mẫu đã xử lý theo quy trình kiểm tra. **6.** Lấy kết quả này trừ đi kết quả trước khi xử lý để xác định chính xác nồng độ clo.
Kim loại	Nhiều kim loại có thể kết hợp với glycine được dùng để loại bỏ clo khỏi mẫu thử. Sự can thiệp của kim loại thường không đáng kể, trừ khi có mặt clo. Khi có 0,6 mg/L Cl2, cả đồng (>10 mg/L) và niken (>50 mg/L) đều gây ảnh hưởng. Những kim loại khác kết hợp với glycine cũng có thể gây nhiễu. Trong một số trường hợp, cần bổ sung thêm glycine để hạn chế tác động này.
Monocloramin	Gây lệch kết quả tăng dần theo thời gian. Nếu đo trong vòng 1 phút sau khi thêm thuốc thử, 3 mg/L monocloramin chỉ làm tăng dưới 0,1 mg/L trên kết quả đọc.
Ozon	Gây nhiễu dương ở tất cả các mức
Peroxit	Có thể gây nhiễu
Mẫu đệm mạnh hoặc pH mẫu quá cao/thấp	Có thể làm các hóa chất không điều chỉnh được pH mẫu chính xác. Có thể cần tiền xử lý mẫu.

Phòng ngừa ô nhiễm và xử lý chất thải

Nếu đã thêm natri arsenit vào mẫu để xử lý nhiễu của mangan hoặc crom, các mẫu phản ứng sẽ chứa asen và phải xử lý như chất thải nguy hại. Hãy loại bỏ dung dịch phản ứng theo quy định của địa phương, bang và quốc gia.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp dung dịch chuẩn

Việc chuẩn bị dung dịch chuẩn điôxít clo rất khó và nguy hiểm. Các dung dịch này dễ nổ và bay hơi! Chỉ những người có chuyên môn hóa học và trang bị bảo hộ phù hợp mới nên thực hiện. Nhà sản xuất không khuyến nghị tự chuẩn bị dung dịch chuẩn điôxít clo. Nếu cần chuẩn độc lập, hãy tham khảo hướng dẫn trong *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, Phần 4500-ClO_2 Chlorine Dioxide, dưới các mục "Dung dịch gốc điôxít clo" và "Dung dịch chuẩn điôxít clo". Hãy chuẩn bị dung dịch chuẩn điôxít clo.

Hiệu suất phương pháp

Dữ liệu hiệu suất phương pháp dưới đây được lấy từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm, đo bằng quang phổ kế trong điều kiện lý tưởng. Kết quả thực tế có thể khác nhau tùy vào điều kiện kiểm tra cụ thể.

Chương trình	Tiêu chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Sự thay đổi nồng độ trên mỗi 0,010 thay đổi Abs
76	3,00 mg/L ClO_2	2,89–3,11 mg/L ClO_2	0,04 mg/L ClO_2

Tóm tắt phương pháp

Khí dioxide clo phản ứng với DPD (N, N-diethyl-p-phenylenediamine) với tỷ lệ bằng một phần năm tổng lượng clo sẵn có, nghĩa là dioxide clo bị khử thành chlorite. Khi đó sẽ xuất hiện màu hồng, cường độ màu tỷ lệ thuận với nồng độ dioxide clo trong mẫu. Để loại bỏ sự nhiễu của clo, thêm glycine vào mẫu sẽ chuyển clo tự do thành chloroaminoacetic acid mà không ảnh hưởng đến dioxide clo ở pH thử nghiệm. Đo màu ở bước sóng 530 nm với máy quang phổ hoặc 520 nm với máy đo màu.

Vật tư tiêu hao và phụ kiện thay thế

Hóa chất bắt buộc

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Bộ hóa chất DPD/Glycine cho đo dioxide	1	100 cái/gói	2770900
clo bao gồm:			
Gói bột DPD cho clo tự do, 10 mL	1	100 cái/gói	2105569
Dung dịch Glycine	4 giọt	29 mL	2762133

Thiết bị bắt buộc

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Cốc thủy tinh, 50 mL	1	cái	50041H
Nút đậy cho ống nghiệm 18 mm	2 cái	6 chiếc/gói	173106
Ống đo mẫu tròn, 10 mL, kích thước 25 mm x 54 mm	1	cái	2122800
Ống đo mẫu tròn, 10 mL, kích thước 25 mm x 60 mm	1	6 chiếc/gói	2427606
Bộ đôi ống đo mẫu vuông, 10 mL	2 cái	2 chiếc/gói	2495402

Tiêu chuẩn và thiết bị khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch chuẩn Clo, ống Voluette 10 mL® , 50–75 mg/L	16 chiếc/gói	1426810
Dụng cụ mở ống Voluette 10 mL®	cái	2196800
Nước không chứa hợp chất hữu cơ	500 mL	2641549

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Gói bột DPD cho Clo tự do, 10 mL	1000 cái/gói	2105528
Gói bột DPD cho Clo tự do, 10 mL	300 cái/gói	2105503
Iot Kali, 30 g/L	100 mL	34332
Arsenit Natri, 5 g/L	100 mL	104732
Dung dịch chuẩn Natri Hydroxit, 1.0 N	100 mL MDB	104532
Phương pháp tiêu chuẩn kiểm nghiệm nước và nước thải (phiên bản hiện hành)	cái	2270800
Nút đậy cho ống 18 mm	25 cái/gói	173125
Dung dịch chuẩn Axit Sulfuric, 1 N	100 mL MDB	127032

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING: In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224** Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.** On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

© Hach Company/Hach Lange GmbH, 1989–2014, 2019. All rights reserved.

08/2019, Edition 11