Clorin tự do

DOC316.32.01303

USEPA DPD Method[2] **Phương pháp 10245[1]**

Từ 0,05 đến 4,00 mg/L Cl_2 (MR) **Gói bột thử**

Phạm vi và ứng dụng: Dùng để đo clorin tự do (axit hypochlorous và ion hypochlorite) trong nước, nước đã xử lý, nước cửa sông và nước biển. Sản phẩm này chưa được kiểm định để kiểm tra clorin và chloramin trong các ứng dụng y tế tại Hoa Kỳ.

1 Được USEPA chấp nhận cho báo cáo phân tích nước thải và nước uống.

2 Quy trình này tương đương phương pháp USEPA 330.5 đối với nước thải và Phương pháp Chuẩn 4500-Cl G cho nước uống.

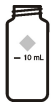
Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin theo từng loại thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình kiểm tra này. Bảng cũng ghi rõ yêu cầu về ống mẫu và bộ chuyển đổi cho từng thiết bị.

Để sử dụng bảng, hãy chọn thiết bị và dò theo hàng ngang để tìm thông tin phù hợp cho thử nghiệm này.

Bảng 1 Thông tin theo từng thiết bị

Thiết bị	Bộ chuyển đổi	Ô đo mẫu
DR6000	—	2427606 
DR5000	A23618	
DR3900	LZV846 (A)	
DR3800 DR2800 DR2700	LZV584 (C)	
DR1900	9609900 hoặc 9609800 (C)	
DR900	—	2401906 

Trước khi bắt đầu

Tiến hành phân tích mẫu ngay sau khi lấy. Không thể bảo quản mẫu để kiểm tra sau.
Gắn nắp thiết bị vào khay chứa mẫu của DR900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ.
Không sử dụng chung ống nghiệm cho clo tự do và clo tổng. Nếu iodua còn sót lại từ thuốc thử clo tổng lẫn vào khi xác định clo tự do sẽ gây nhiễu do monochloramine. Tốt nhất nên dùng riêng ống nghiệm chuyên biệt cho từng loại phép đo.
Nếu kết quả vượt quá thang đo, hoặc nếu mẫu chuyển màu vàng tạm thời sau khi thêm thuốc thử, hãy pha loãng mẫu với lượng nước tinh khiết không chứa nhu cầu clo đã biết, rồi thực hiện lại phép đo. Có thể xảy ra thất thoát clo do pha loãng. Nhân kết quả với hệ số pha loãng. Ngoài ra còn có các phương pháp khác để đo clo mà không cần pha loãng.
Để đạt kết quả tối ưu, hãy đo giá trị blank thuốc thử cho mỗi lô thuốc thử mới. Thay mẫu bằng nước khử ion trong quy trình kiểm tra để xác định giá trị blank. Tùy chọn điều chỉnh blank sẽ tự động trừ giá trị này khỏi kết quả mẫu.
Nước lạnh có thể gây đọng hơi nước trên ống nghiệm trong quá trình phát triển màu. Hãy kiểm tra kỹ ống nghiệm xem có đọng sương không trước khi đo.

Xem lại Phiếu Dữ liệu An toàn (MSDS/SDS) cho các hóa chất sử dụng. Sử dụng thiết bị bảo hộ cá nhân được khuyến nghị.
Xử lý các dung dịch đã phản ứng theo đúng quy định của địa phương, tiểu bang và liên bang. Để biết thông tin về việc xử lý các hóa chất chưa sử dụng, hãy tham khảo Phiếu Dữ liệu An toàn. Liên hệ với nhân viên môi trường, sức khỏe và an toàn của cơ sở hoặc cơ quan quản lý địa phương để biết thêm thông tin về việc xử lý.

Những vật dụng cần thu thập

Mô tả	Số lượng
Gói bột thuốc thử DPD Clo tự do, 25 mL	1
Ống đo mẫu (Để biết thông tin về ống đo mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, vui lòng xem Thông tin riêng cho thiết bị ở trang 1.)	2

Tham khảo Vật tư tiêu hao và các mặt hàng thay thế ở trang 5 để biết thông tin đặt hàng.

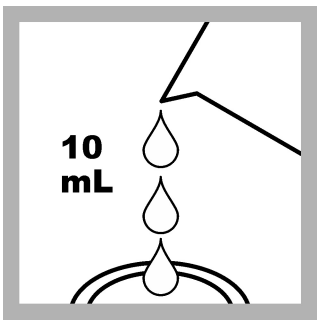
Lấy mẫu

- Tiến hành phân tích mẫu ngay sau khi lấy. Mẫu không thể bảo quản để kiểm tra sau.
- Clorin là chất oxy hóa mạnh và không ổn định trong nước tự nhiên. Clorin 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, ánh sáng mặt trời, độ pH, nhiệt độ và độ mặn ảnh hưởng đến quá trình phân hủy clorin trong nước.
- Thu thập mẫu vào chai thủy tinh sạch. Không sử dụng chai nhựa vì nhựa có thể làm giảm lượng clorin đáng kể.
- Xử lý chai thủy tinh trước khi lấy mẫu để loại bỏ nhu cầu clorin. 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 bằng nước khử ion hoặc nước cất. Nếu sau khi sử dụng chai được rửa sạch bằng nước khử ion hoặc nước cất thì chỉ cần xử lý định kỳ.
- Đảm bảo lấy mẫu đại diện. Nếu lấy mẫu từ vòi, để nước chảy ít nhất 5 phút. Để chai tràn mẫu vài lần rồi đậy nắp sao cho không còn khoảng trống (không khí) trong chai.

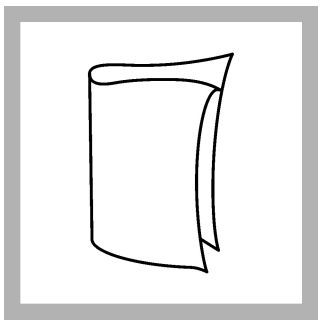
Quy trình sử dụng gói bột



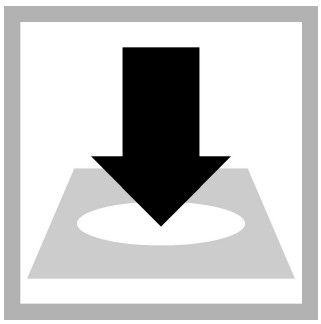
1. Khởi động chương trình **87 Chlorine, F&T PP MR**. Để biết thông tin về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, xem Thông tin thiết bị cụ thể ở trang 1.



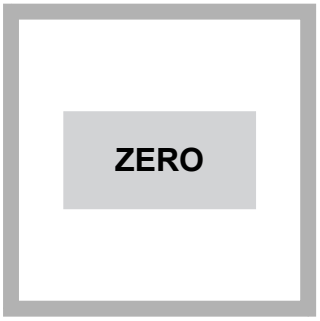
2. Chuẩn bị mẫu trắng: Cho 10 mL mẫu vào ống nghiệm.



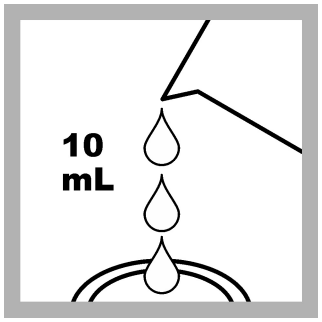
3. Làm sạch ống nghiệm chứa mẫu trắng.



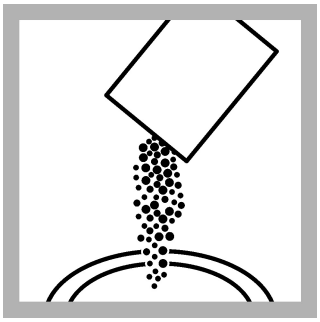
4. Đặt ống nghiệm mẫu trắng vào ngăn chứa mẫu.



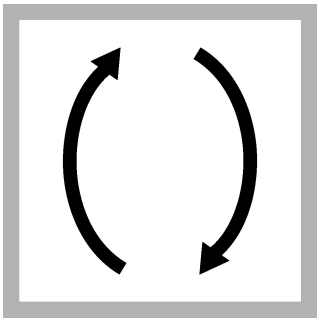
5. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị 0,00 mg/L Cl_2.



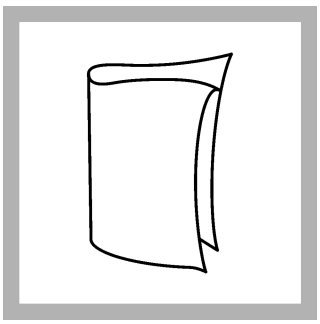
6. Chuẩn bị mẫu: Đổ 10 mL mẫu vào ống mẫu thứ hai.



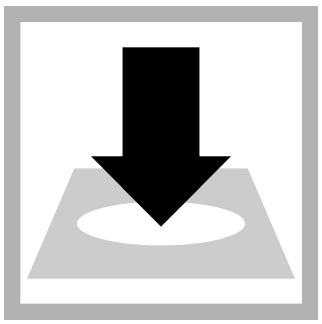
7. Thêm toàn bộ một gói bột DPD Free Chlorine (dùng cho mẫu 25 mL) vào ô mẫu đã chuẩn bị.



8. Đậy nắp ô mẫu đã chuẩn bị. Lắc nhẹ ô mẫu vài lần để trộn đều. Nếu có clo, dung dịch sẽ chuyển sang màu hồng. Tiếp tục ngay sang bước kế tiếp.



9. Vệ sinh ống mẫu đã chuẩn bị.



10. Trong vòng một phút sau khi thêm hóa chất, đặt ống mẫu đã chuẩn bị vào khay chứa.



11. Nhấn **READ**. Kết quả sẽ hiển thị dưới dạng mg/L Cl_2.

Yếu tố gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Độ axit	Hơn 150 mg/L $CaCO_3$. Màu sắc có thể không hiển thị hoàn toàn hoặc phai màu ngay lập tức. Điều chỉnh pH về mức 6–7 bằng 1 N Natri Hydroxit. Đo lượng cần thêm trên một mẫu thử riêng, sau đó thêm đúng lượng đó vào mẫu thử chính. Hiệu chỉnh kết quả xét nghiệm dựa vào sự pha loãng do thêm thể tích.
Độ kiềm	Hàm lượng kiềm vượt quá 250 mg/L $CaCO_3$. Màu sắc có thể không hiện rõ hoặc bị phai ngay lập tức. Hãy điều chỉnh pH về mức 6–7 bằng Axit Sulfuric 1 N. Đo lượng cần thêm trên một mẫu thử riêng biệt, sau đó thêm đúng lượng này vào mẫu cần kiểm tra. Điều chỉnh kết quả xét nghiệm để tính đến việc pha loãng do thêm thể tích.
Brom, Br_2	Gây nhiễu dương ở mọi mức độ
Dioxit clo, ClO_2	Gây nhiễu dương ở mọi mức độ
Chloramin vô cơ	Gây nhiễu dương ở mọi mức độ
Chloramin hữu cơ	Có thể ảnh hưởng đến kết quả phân tích tổng lượng clo
Độ cứng	Không ảnh hưởng nếu dưới 1000 mg/L tính theo $CaCO_3$

Chất gây nhiễu	Mức độ nhiễu
Mangan đã oxy hóa (Mn^{4+}, Mn^{7+}) hoặc Crom đã oxy hóa (Cr^{6+})	Xử lý mẫu trước theo các bước sau: 1. Điều chỉnh pH mẫu về 6–7. 2. Nhỏ 3 giọt Kali Iodua (30 g/L) vào 10 mL mẫu nước. 3. Khuấy đều và chờ trong 1 phút. 4. Thêm 3 giọt Natri Arsenit (5 g/L) rồi trộn 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 mẫu chưa xử lý để ra nồng độ clo chính xác.
Ozon	Gây nhiễu dương ở mọi cấp độ
Peroxit	Có thể gây nhiễu
Mẫu có bộ đệm mạnh hoặc pH mẫu quá cao/thấp	Các hóa chất có thể ngăn điều chỉnh pH mẫu chính xác. Có thể cần xử lý mẫu trước. Điều chỉnh về pH 6–7 bằng axit (axit sulfuric 1.000 N) hoặc bazơ (Natri Hydroxide 1.00 N).

Nhiễu do Monocloramin

Trong khử trùng clo tự do thông thường (vượt điểm gãy), hàm lượng monocloramin thường rất thấp. Nếu mẫu chứa monocloramin, mức độ gây nhiễu trong phép thử clo tự do sẽ phụ thuộc vào nhiệt độ mẫu, tỷ lệ monocloramin so với clo tự do và thời gian phân tích. Các mức nhiễu điển hình của monocloramin (tính theo mg/L Cl2) trong phép thử clo tự do được minh họa tại Bảng 2 (thời gian thử 1 phút). Đo nồng độ monocloramin bằng phương pháp 10200 dành cho Chloramine (Mono) và Amoni tự do.

Bảng 2 Nhiễu do monocloramin tại các mức nhiệt độ mẫu khác nhau

NH_2Cl (tính bằng Cl_2)	5 °C (41 °F)	10 °C (50 °F)	20 °C (68 °F)	30 °C (83 °F)
1,2 mg/L	0,15	0,19	0,30	0,29
2,2 mg/L	0,35	0,38	0,55	0,61
3,2 mg/L	0,38	0,56	0,69	0,73

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp thêm chuẩn (thêm mẫu chuẩn)

Sử dụng phương pháp thêm chuẩn (cho các thiết bị phù hợp) để xác thực quy trình kiểm tra, hóa chất và thiết bị, đồng thời phát hiện mẫu có bị nhiễu hay không. Chuẩn bị các vật dụng sau:

- Dung dịch chuẩn Clo, Ống ampule PourRite 2 mL®, 25–30 (hoặc 50–75) mg/L
- Dụng cụ bẻ ống ampule
- Bơm pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL và đầu tip

1. Tiến hành đo nồng độ mẫu theo quy trình kiểm tra, sau đó giữ lại mẫu chưa thêm chuẩn trong thiết bị đo.
2. Truy cập mục Thêm Chuẩn trong menu thiết bị.
3. Chọn các giá trị cho nồng độ chuẩn, thể tích mẫu và thể tích thêm chuẩn.
4. Mở ống dung dịch chuẩn.
5. Chuẩn bị ba mẫu đã thêm chuẩn: dùng pipet TenSette thêm lần lượt 0,1 mL, 0,2 mL và 0,3 mL dung dịch chuẩn vào ba phần mẫu tươi, mỗi phần 10 mL. Trộn đều.
6. Tiến hành đo nồng độ cho từng mẫu đã thêm chuẩn theo quy trình kiểm tra. Bắt đầu với mẫu có lượng chuẩn thêm nhỏ nhất. Đo từng mẫu trên thiết bị. Clo, tự do, phương pháp DPD (4,00 mg/L)

7. Chọn **Biểu đồ** để đối chiếu kết quả dự kiến với kết quả thực tế.

   Lưu ý: *Nếu kết quả thực tế có sự chênh lệch lớn so với dự kiến, hãy đảm bảo các thể tích mẫu và lượng thêm vào được đo chính xác. Các giá trị này cần phù hợp với lựa chọn trên menu chuẩn thêm. Nếu kết quả nằm ngoài phạm vi cho phép, mẫu có thể bị ảnh hưởng bởi yếu tố gây nhiễu.*

Xác minh thiết bị phân tích trực tuyến

Quy trình này có thể dùng để đáp ứng yêu cầu của phương pháp USEPA 334.0 – Xác định clo dư trong nước uống bằng thiết bị phân tích clo trực tuyến. Tài liệu quy trình và yêu cầu tuân thủ phương pháp EPA 334.0 có thể tải trực tiếp tại http://www.hach.com/method334.

Hiệu suất phương pháp

Dữ liệu hiệu suất phương pháp dưới đây được lấy từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm với điều kiện lý tưởng và đo bằng máy quang phổ. Người dùng có thể thu được kết quả khác nhau tùy theo điều kiện kiểm tra.

Chương trình	Chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Thay đổi nồng độ trên mỗi 0.010 đơn vị hấp thụ
87	2,68 mg/L Cl_2	2,63–2,73 mg/L Cl_2	0,03 mg/L Cl_2

Tóm tắt phương pháp

Clorin trong mẫu ở dạng axit hypochlorous hoặc ion hypochlorite (clo tự do hoặc clo sẵn có) phản ứng ngay với chỉ thị DPD (N,N-diethyl-p-phenylenediamine) tạo màu hồng, cường độ màu tỷ lệ với nồng độ clo. Bước sóng đo là 530 nm với máy quang phổ hoặc 520 nm với máy đo màu.

Vật tư tiêu hao và phụ kiện thay thế

Hóa chất cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Gói bột thuốc thử DPD cho Clo tự do, 25 mL	1	100 cái/gói	1407099
Ống mẫu tròn 10 mL, kích thước 25 mm x 60 mm	1	6 cái/gói	2427606

Tiêu chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch chuẩn Clo, ống PourRite® 2 mL, 25–30 mg/L	20 cái/gói	2630020
Dụng cụ bẻ ampoule, ống Voluette® 10 mL	cái	2196800
Dụng cụ bẻ ampoule PourRite® 2 mL	cái	2484600
Dung dịch chuẩn Clo, ống PourRite® 2 mL, 50–75 mg/L	20 cái/gói	1426820
Dung dịch chuẩn Clo, ampule Voluette® 10 mL, 50–75 mg/L	16 cái/hộp	1426810

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch chuẩn Natri Hydroxit, 1.0 N	100 mL MDB	104532
Dung dịch chuẩn Axit Sulfuric, 1 N	100 mL MDB	127032
Iođua Kali, 30 g/L	100 mL	34332
Natri Arsenite, 5 g/L	100 mL	104732
Pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL	cái	1970001

Các hóa chất và thiết bị tùy chọn (tiếp theo) **Đơn vị** **Mã sản phẩm**

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Đầu pipet cho pipet TenSette® , 0,1–1,0 mL	50 chiếc/gói	2185696
Đầu pipet cho pipet TenSette® , 0,1–1,0 mL	1000 chiếc/gói	2185628
Giấy thử pH, dải đo 0–14	100 cái/túi	2601300
Gói bột DPD đo Clo tự do, 25 mL	1000 chiếc/gói	1407028
Bộ chuẩn phụ SpecCheck™ - Clo DPD, mức trung bình	bộ	2980500
Nước tinh khiết không chứa hữu cơ	500 mL	2641549
Dung dịch thuốc thử Freechlor F	50 mL SCDB	2964926
Gói bột thuốc thử Monochlor F	100 cái/túi	2802299

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.

05/2019, Edition 11