Tổng lượng Clo, MR

DOC316.32.01304

Phương pháp DPD USEPA[1] [2] **Phương pháp 10250**

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

Phạm vi và ứng dụng: Dùng để kiểm tra lượng clo và chloramin còn dư trong nước, nước thải, nước cửa sông và nước biển; đã được USEPA chấp thuận để báo cáo phân tích nước uống và nước thải. Sản phẩm này chưa được đánh giá cho mục đích kiểm tra clo và chloramin trong ứng dụng y tế tại Hoa Kỳ.

1 Quy trình này tương đương với phương pháp USEPA và phương pháp tiêu chuẩn 4500-Cl G trong phân tích nước uống và nước thải.

2 Chuyển thể từ các phương pháp tiêu chuẩn kiểm tra nước và nước thải.

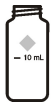
Chuẩn bị kiểm tra

Thông tin cụ thể về thiết bị

Bảng 1 liệt kê toàn bộ thiết bị có chương trình kiểm tra này. Bảng cũng trình bày yêu cầu về ống mẫu và bộ chuyển đổi cho kiểm tra này.

Để sử dụng bảng, hãy chọn thiết bị, sau đó đọc ngang để tìm thông tin phù hợp cho kiểm tra này.

Bảng 1 Thông tin thiết bị cụ thể

Thiết bị	Bộ chuyển đổi	Ô 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 lập tức. Mẫu không thể được bảo quản để phân tích sau.

Lắp nắp thiết bị vào giá đỡ mẫu DR900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ.

Nếu kết quả kiểm tra vượt phạm vi hoặc mẫu chuyển sang màu vàng tạm thời sau khi thêm hóa chất, hãy pha loãng mẫu với lượng nước sạch không có nhu cầu clo đã biết và kiểm tra lại. Có thể xảy ra mất một phần 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 tốt nhất, hãy đo giá trị mẫu trắng cho mỗi lô hóa chất mới. Thay mẫu bằng nước khử ion trong quy trình kiểm tra để xác định giá trị mẫu trắng. Trừ tự động giá trị mẫu trắng khỏi kết quả mẫu khi sử dụng tùy chọn điều chỉnh mẫu trắng.

Trong thử nghiệm này, một gói bột dành cho mẫu 25 mL được cố ý thêm vào 10 mL mẫu để đảm bảo phạm vi đo chính xác.

Xem lại Bảng Dữ liệu An toàn hóa chất (MSDS/SDS) đối với các hóa chất sử dụng. Đảm bảo sử dụng đúng trang bị bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.

Xử lý các 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 hóa chất chưa sử dụng. Để biết thêm chi tiết, hãy liên hệ với bộ phận môi trường, an toàn và sức khỏe tại cơ sở của bạn hoặc các cơ quan quản lý tại địa phương.
Để kiểm soát khử trùng bằng chloramination, hãy sử dụng một trong các phương pháp Chloramine (Mono) có sẵn.
Nước lạnh có thể làm xuất hiện hơi nước đọng trên ống mẫu khi phát triển màu. Hãy kiểm tra ống mẫu có bị đọng sương hay không trước khi tiến hành đo.
Không sử dụng cùng một ống mẫu cho clo tự do và clo tổng. Nếu còn sót lại iodide từ thuốc thử clo tổng sang clo tự do, monochloramine sẽ ảnh hưởng đến kết quả. Tốt nhất nên dùng riêng biệt các ống mẫu chuyên dụng cho từng phép đo clo tự do và clo tổng.

Các vật dụng cần chuẩn bị

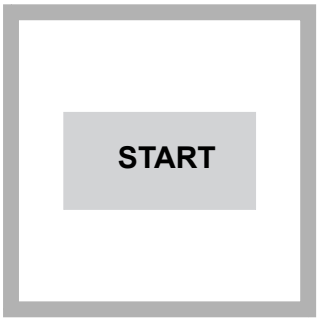
Mô tả	Số lượng
Gói bột thuốc thử DPD đo tổng Clo, 25 mL	1
Ống nghiệm mẫu (Để biết thêm thông tin về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, xem Thông tin thiết bị cụ thể trang 1.)	2

Tham khảo Vật tư tiêu hao và sản phẩm thay thế trang 5 để biết thông tin đặt hàng.

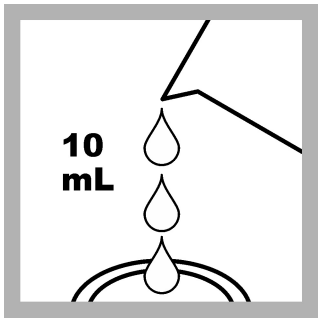
Thu thập mẫu

- Tiến hành phân tích mẫu ngay sau khi lấy. Mẫu không thể bảo quản để kiểm tra sau.
- Clo là chất oxy hóa mạnh và không ổn định trong 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 chất phản ứng, ánh sáng, độ pH, nhiệt độ và độ mặn có thể ảnh hưởng đến quá trình phân hủy clo trong nước.
- Lấy mẫu bằng chai thủy tinh sạch. Không sử dụng bình nhựa vì chúng có thể hấp thụ nhiều clo.
- Xử lý chai thủy tinh trước khi lấy mẫu để loại bỏ nhu cầu clo. Ngâm chai trong dung dịch nước tẩy loãng (1 mL nước tẩy thương mại pha với 1 lít nước khử khoáng) ít nhất 1 giờ. Sau đó rửa lại nhiều lần bằng nước khử khoáng hoặc nước cất. Nếu chai được rửa sạch sau mỗi lần sử dụng, chỉ cần xử lý sơ bộ thỉnh thoảng.
- Đảm bảo lấy mẫu đại diện. Nếu lấy mẫu từ vòi nước, hãy để nước chảy ít nhất 5 phút. Cho mẫu tràn qua miệng chai vài lần, sau đó đậy nắp kín để không còn không khí trong chai.

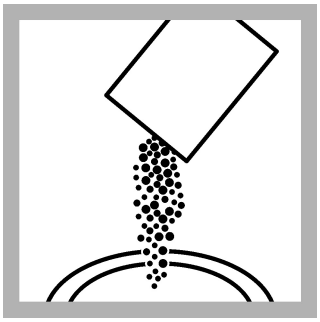
Quy trình sử dụng gói bột thử



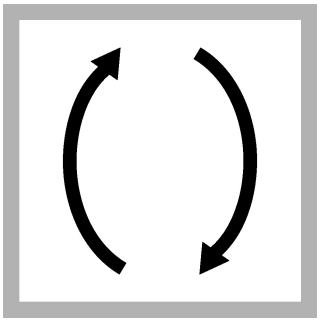
1. Khởi động chương trình **87 Chlorine,F&T PP MR**. Để biết thêm về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, vui lòng xem Thông tin thiết bị cụ thể trang 1.



2. Chuẩn bị mẫu: Đổ 10 mL mẫu vào ống chứa mẫu.



3. Thêm toàn bộ gói bột thuốc thử DPD Tổng Clo (dùng cho mẫu 25 mL).

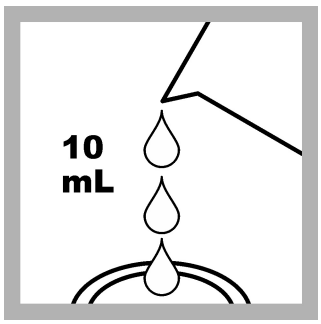


4. Đậy nút ống mẫu, lắc ngược ống trong 20 giây. Không cần thiết phải hòa tan hết thuốc thử.

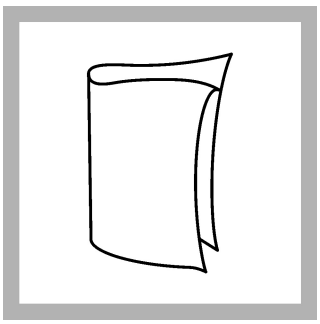


5. Khởi động bộ đếm thời gian trên thiết bị. Thời gian phản ứng kéo dài 3 phút sẽ bắt đầu.

Tiến hành bốn bước tiếp theo trong khi đồng hồ đang chạy.



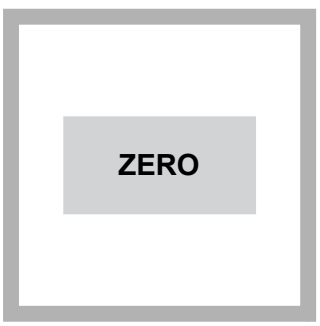
6. Chuẩn bị mẫu trắng: Đổ 10 mL mẫu vào ống mẫu thứ hai.



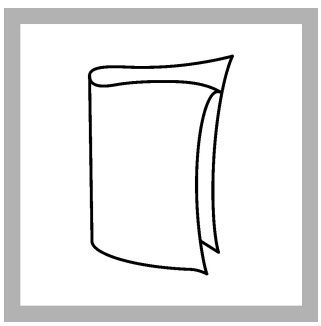
7. Làm sạch ống mẫu trắng.



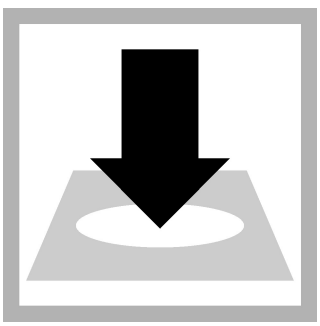
8. Đặt ống mẫu trắng vào giá giữ mẫu.



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



10. Làm sạch ống mẫu đã chuẩn bị.



11. Trong vòng 3 phút sau khi hết giờ, hãy đặt mẫu đã chuẩn bị vào giá đỡ ống mẫu.



12. Nhấn **ĐỌC KẾT QUẢ**. Kết quả hiển thị theo đơn vị mg/L Cl_2.

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Độ axit	Lớn hơn 150 mg/L $CaCO_3$. Màu có thể không phát triển đầy đủ hoặc sẽ mất màu ngay lập tức. Điều chỉnh pH về 6–7 với 1 N Natri Hydroxit. Đo lượng cần thêm trên một mẫu thử riêng, sau đó thêm lượng tương đương vào mẫu cần kiểm tra. Hiệu chỉnh kết quả kiểm tra cho sự pha loãng do thêm thể tích.
Độ kiềm	Lớn hơn 250 mg/L $CaCO_3$. Màu có thể không hiện rõ hoặc sẽ phai ngay. Điều chỉnh pH về 6–7 bằng 1 N Axit Sunfuric. Đo lượng axit cần thêm trên mẫu thử riêng, sau đó thêm cùng lượng vào mẫu kiểm tra. Hiệu chỉnh kết quả kiểm tra cho sự pha loãng do thêm thể tích.
Brom, Br_2	Gây nhiễu dương ở mọi nồng độ
Điôxít clo, ClO_2	Gây nhiễu dương ở mọi nồng độ
Cloramin hữu cơ	Có thể gây nhiễu
Độ cứng	Không ảnh hưởng khi nhỏ hơn 1000 mg/L tính theo $CaCO_3$
I-ốt, I_2	Gây nhiễu ở mọi mức độ
Mn (Mangan), Dạng oxy hóa (Mn^{4+}, Mn^{7+}) hoặc Crôm, Dạng oxy hóa (Cr^{6+})	Xử lý mẫu trước như sau: 1. Điều chỉnh pH mẫu về 6–7. 2. Nhỏ 3 giọt Kali Iodua (30 g/L) vào 10 mL mẫu. 3. Khuấy đều và chờ 1 phút. 4. Thêm 3 giọt Natri Arsenit (5 g/L) rồi khuấy đều. 5. Thực hiện phép đo nồng độ cho mẫu đã xử lý. 6. Lấy kết quả này trừ đi kết quả chưa xử lý để ra nồng độ clo chính xác.
Ô-zôn	Gây nhiễu dương ở mọi nồng độ
Peroxit	Có thể gây nhiễu
Mẫu có đệm mạnh hoặc pH mẫu quá cao/thấp	Có thể khiến thuốc thử không điều chỉnh được pH mẫu chính xác. Có thể cần xử lý mẫu trước. Điều chỉnh pH về 6–7 bằng axit (Axit Sunfuric, 1.000 N) hoặc bazơ (Natri Hydroxit, 1.00 N).

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp chuẩn thêm (cắm chuẩn vào mẫu)

Sử dụng phương pháp chuẩn thêm (áp dụng cho các thiết bị phù hợp) để xác nhận quy trình kiểm nghiệm, thuốc thử, thiết bị và phát hiện có nhiễu trong mẫu hay không.

Chuẩn bị các vật tư sau:

- Dung dịch chuẩn Clo, Ống ampule PourRite 2 mL®, 25–30 mg/L hoặc 50–75 mg/L (sử dụng giá trị mg/L trên nhãn)
- Dụng cụ bẻ ampule
- Dụng cụ pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL và đầu pipet

1. Thực hiện quy trình kiểm tra để đo nồng độ mẫu, sau đó giữ mẫu chưa thêm chuẩn trong thiết bị đo.
2. Vào mục Thêm Chuẩn trong menu thiết bị.
3. Chọn các giá trị cho nồng độ chuẩn, thể tích mẫu và thể tích chuẩn thêm vào.
4. Mở ống dung dịch chuẩn.
5. Chuẩn bị ba mẫu có thêm chuẩn: dùng pipet TenSette để 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. Clo tổng, phương pháp DPD (4,00 mg/L)

6. Thực hiện quy trình kiểm tra để đo nồng độ của từng mẫu đã được thêm chuẩn. Hãy bắt đầu với mẫu có lượng chuẩn thêm nhỏ nhất. Đo từng mẫu đã được thêm chuẩn trên thiết bị.
7. Chọn **Biểu đồ** để so sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế.

   Lưu ý: *Nếu kết quả thực tế khác biệt đáng kể so với dự kiến, hãy kiểm tra lại thể tích mẫu và lượng chuẩn thêm xem đã đo chính xác chưa. Thể tích mẫu và lượng chuẩn thêm sử dụng phải trùng khớp với lựa chọn trong menu thêm chuẩn. Nếu kết quả nằm ngoài giới hạn cho phép, có thể mẫu đang bị nhiễu.*

Kiểm tra bộ phân tích trực tuyến

Quy trình này có thể áp dụng để đáp ứng các yêu cầu của Phương pháp USEPA 334.0 – Xác định clo dư trong nước uống bằng bộ phân tích clo trực tuyến. Có thể tải quy trình và yêu cầu tuân thủ Phương pháp EPA 334.0 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, đo bằng máy quang phổ dưới điều kiện lý tưởng. Người dùng có thể thu được kết quả khác nhau tùy vào điều kiện kiểm tra.

Chương trình	Tiêu chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Thay đổi nồng độ trên mỗi 0,010 thay đổi Abs
87	2,10 mg/L Cl_2	2,07–2,13 mg/L Cl_2	0,02 mg/L Cl_2

Tóm tắt phương pháp

Clo trong nước có thể tồn tại dưới dạng clo tự do hoặc clo kết hợp. Cả hai dạng này đều có thể xuất hiện đồng thời và được xác định chung là tổng clo. Clo tự do tồn tại dưới dạng axit hypochlorous và/hoặc ion hypochlorite. Clo kết hợp gồm monochloramine, dichloramine, nitrogen trichloride và các dẫn xuất clo khác. Clo kết hợp sẽ oxy hóa iodua trong thuốc thử thành iốt. Khi iốt và clo tự do phản ứng với DPD (N,N-diethyl-p-phenylenediamine), sẽ tạo thành màu hồng, cường độ màu tỉ lệ thuận với nồng độ tổng clo.

Để ước lượng nồng độ clo kết hợp, hãy so sánh kết quả đo clo tự do và tổng clo trên cùng một mẫu. Nếu cần độ chính xác cao hơn, hãy áp dụng nhiều phương pháp khác nhau để xác định tổng clo, monochloramine và clo tự do. Việc này giúp đánh giá chính xác hơn do sự cân bằng pH giữa các loại clo và những yếu tố có thể gây nhiễu trong thử nghiệm DPD clo tự do. Bước sóng đo là 530 nm đối với máy quang phổ hoặc 520 nm với máy đo màu.

Vật tư tiêu hao và vật tư thay thế

Hóa chất cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Gói bột thuốc thử clo tổng DPD, 25 mL	1	100/gói	1406499

Tiêu chuẩn và thiết bị khuyến nghị

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

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Cốc đong, 50 mL	cái	50041H
Xy lanh trộn, có vạch chia, 25 mL	cái	2088640
Nước khử ion	4 L	27256
Iodua Kali, 30 g/L	100 mL	34332
Natri Arsenit, 5 g/L	100 mL	104732
Dung dịch chuẩn Natri Hydroxit, 1.0 N	100 mL MDB	104532
Dung dịch chuẩn Axit Sunfuric, 1 N	100 mL MDB	127032
Pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL	cái	1970001
Đầu pipet cho Pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL	50 cái/gói	2185696
Đầu pipet cho Pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL	1000 cái/gói	2185628
Giấy đo pH, phổ 0–14	100 cái/hộp	2601300
Viên bột thuốc thử DPD tổng clo, 25 mL	1000 cái/gói	1406428
Bộ chuẩn phụ SpecCheck™ tiêu chuẩn thứ hai, DPD clo, MR	cái	2980500
Nước không chứa chất hữu cơ	500 mL	2641549

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, 2022. All rights reserved.

01/2022, Edition 5