Clor tự do

DOC316.53.01025

DPD Method[1] **Phương pháp 10069**

0,1 đến 10,0 mg/L Cl_2 (HR) **Gói bột thử**

Phạm vi và ứng dụng:Dùng để xác định hàm lượng clor tự do (axit hypochlorous và ion hypochlorite) ở mức cao trong nước uống, dầu khí, nước làm mát và nước công nghiệp. Sản phẩm này chưa được đánh giá để kiểm tra clor và chloramine trong các ứng dụng y tế tại Hoa Kỳ.

[1]Chuyển thể từ Tiêu chuẩn kiểm nghiệm nước và nước thải.

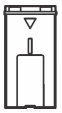
Chuẩn bị thử nghiệm

Thông tin theo từng thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả thiết bị có chương trình cho phép thực hiện thử nghiệm này. Bảng cũng hiển thị các yêu cầu có thể thay đổi theo từng thiết bị như bộ chuyển đổi và ống mẫu.

Để sử dụng bảng, chọn thiết bị phù hợp, rồi đọc ngang để tìm thông tin tương ứng cho phép thử này.

Bảng 1 Thông tin theo từng thiết bị

Thiết bị	Bộ chuyển đổi	Hướng đặt ống nghiệm	Ống mẫu
DR 6000	—	Chìa định hướng quay về phía mũi tên trên bộ chuyển đổi ống nghiệm đa năng.	4864302 
DR 5000	A23618	Chìa định hướng hướng về phía người sử dụng.	
DR 3900	LZV846 (A)	Chìa định hướng quay ra xa người sử dụng.	
DR 1900	9609900 hoặc 9609800 (C)	Chìa định hướng quay về phía mũi tên trên bộ chuyển đổi.	
DR 900	—	Chìa định hướng hướng về phía người sử dụng.	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV585 (B)	Đường dẫn 1 cm được căn chỉnh theo mũi tên trên bộ chuyển đổi.	5940506 

Trước khi bắt đầu

Mẫu cần được phân tích ngay sau khi lấy, không được bảo quản để phân tích sau.
Lắp nắp bảo vệ vào giá giữ cuvet DR 900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ.
Khi đo trong môi trường ánh sáng mạnh (ví dụ dưới ánh nắng trực tiếp), hãy đóng khoang chứa mẫu bằng nắp bảo vệ nếu có thể.
Nếu nồng độ clo dưới 2 mg/L, hãy sử dụng Phương pháp 8021, chương trình số 80.
Đọc kỹ Bảng dữ liệu an toàn hóa chất (MSDS/SDS) của các hóa chất sử dụng. Trang bị đúng dụng cụ bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.
Xử lý dung dịch sau phản ứng theo quy định của địa phương, bang và liên bang. Tham khảo Bảng dữ liệu an toàn hóa chất để biết thông tin xử lý hóa chất chưa dùng. Liên hệ bộ phận môi trường, an toàn hoặc cơ quan quản lý địa phương để được hướng dẫn thêm về việc xử lý.

Các vật dụng cần chuẩn bị

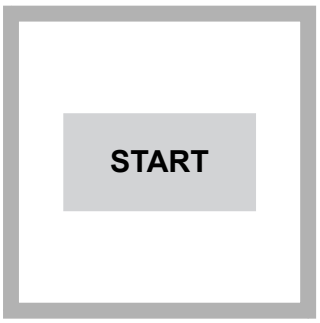
Mô tả	Số lượng
Gói bột thuốc thử DPD Clo tự do, 25 mL	1
Ống mẫu (Thông tin về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc chắn sáng, xem thêm tại Thông tin thiết bị cụ thể trang 1.)	2

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

Thu thập mẫu

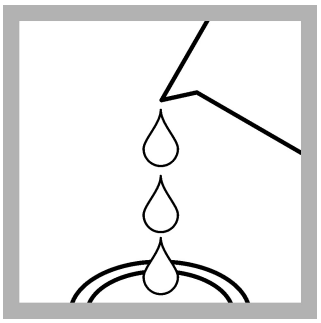
- Tiến hành phân tích mẫu ngay sau khi thu thập. Mẫu nước không thể bảo quản để phân tích sau.
- Clor là chất oxi hóa mạnh và không ổn định trong môi trường nước tự nhiên. Clor phản ứng nhanh với các hợp chất vô cơ và phản ứng chậm hơn với hợp chất hữu cơ. Nhiều yếu tố như nồng độ chất phản ứng, ánh sáng mặt trời, độ pH, nhiệt độ và độ mặn ảnh hưởng đến quá trình phân hủy clor trong nước.
- Hãy thu mẫu vào chai thủy tinh sạch. Không sử dụng chai nhựa vì nhựa có thể hút nhiều clor.
- Trước khi sử dụng, xử lý chai thủy tinh để loại bỏ nhu cầu clor bằng cách ngâm chai trong dung dịch nước tẩy loãng (1 mL nước tẩy thương mại cho 1 lít nước khử ion) trong ít nhất 1 giờ. Sau đó rửa sạch bằng nước khử ion hoặc nước cất. Nếu chai được rửa kỹ sau mỗi lần sử dụng, chỉ cần xử lý lại định kỳ.
- Đảm bảo lấy mẫu đại diện. Nếu lấy từ vòi nước, cho nước chảy ít nhất 5 phút trước khi lấy mẫu. Để chai tràn nước mẫu vài lần rồi đóng nắp ngay, tránh để khoảng không khí bên trên mẫu.

Quy trình sử dụng gói bột

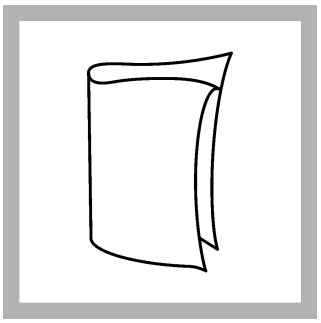


1. Khởi động chương trình **88 Chlorine F&T HR**. Để biết thông tin về ống mẫu, bộ chuyển đổi hoặc tấm chắn sáng, hãy xem Thông tin thiết bị cụ thể trang 1.

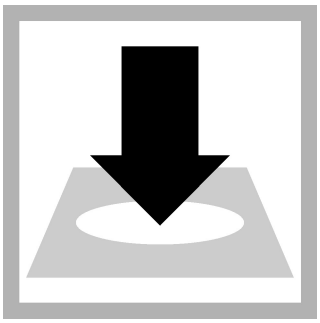
Lưu ý: *Tên chương trình có thể khác nhau giữa các thiết bị, nhưng số chương trình vẫn giữ nguyên.*



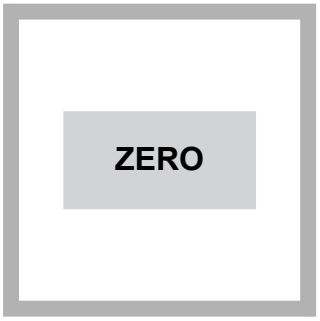
2. Chuẩn bị mẫu trắng: Đổ mẫu vào ống nghiệm đến vạch 5 mL.



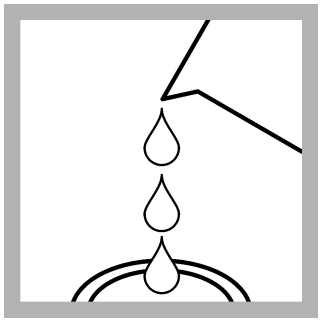
3. Làm sạch ống nghiệm mẫu trắng.



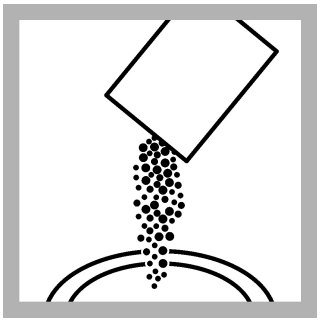
4. Đặt ống nghiệm mẫu trắng vào giá đỡ.



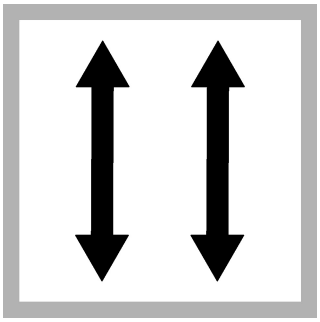
5. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị 0.0 mg/L Cl_2.



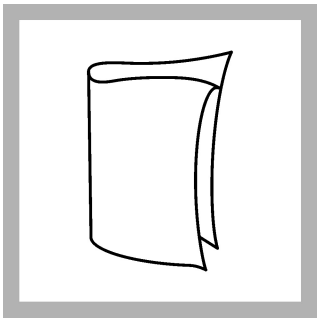
6. Chuẩn bị mẫu: Rót mẫu vào ống nghiệm thứ hai đến vạch 5 mL.



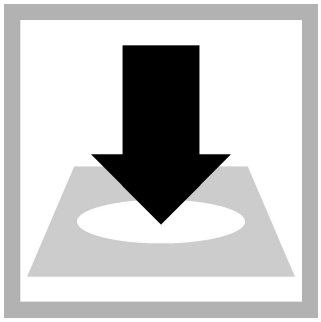
7. Thêm toàn bộ một gói bột DPD Free Chlorine dùng cho mẫu 25 mL vào mẫu.



8. Đậy nắp lên ống mẫu. Lắc đều ống mẫu khoảng 20 giây để hoà tan hoá chất. Nếu có clo trong mẫu, dung dịch sẽ chuyển sang màu hồng.



9. Vệ sinh ống nghiệm mẫu.



10. Đặt ống nghiệm chứa mẫu đã chuẩn bị vào giá đỡ.



11. Nhấn **READ**. Kết quả hiển thị theo đơn vị mg/L Cl_2.

Các yếu tố gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Độ axit	Vượt quá 150 mg/L $CaCO_3$. Màu sắc có thể không xuất hiện đầy đủ hoặc bị mất màu ngay lập tức. Cần điều chỉnh pH về 6–7 bằng Natri Hydroxit 1 N. Hãy xác định lượng cần thêm ở một mẫu thử riêng, sau đó thêm lượng tương tự vào mẫu cần kiểm tra. Hiệu chỉnh kết quả xét nghiệm theo độ pha loãng từ thể tích đã thêm.
Độ kiềm	Vượt quá 250 mg/L $CaCO_3$. Màu sắc có thể không xuất hiện đầy đủ hoặc bị mất màu ngay lập tức. Cần điều chỉnh pH về 6–7 bằng Axit Sunfuric 1 N. Hãy xác định lượng cần thêm ở một mẫu thử riêng, sau đó thêm lượng tương tự vào mẫu cần kiểm tra. Hiệu chỉnh kết quả xét nghiệm theo độ pha loãng từ thể tích đã thêm.
Brom, Br_2	Gây nhiễu dương tính ở mọi mức độ
Điôxít clo, ClO_2	Gây nhiễu dương tính ở mọi mức độ
Cloramin vô cơ	Gây nhiễu dương tính ở mọi mức độ
Cloramin hữu cơ	Có thể gây ảnh hưởng
Độ cứng	Không ảnh hưởng khi nhỏ hơn 1000 mg/L tính theo $CaCO_3$
Mangan oxi hóa (Mn^{4+}, Mn^{7+}) hoặc Crom oxi hóa (Cr^{6+})	Xử lý mẫu trước như sau: **1.** Điều chỉnh pH mẫu về 6–7. **2.** Thêm 3 giọt Kali Iodua (30 g/L) vào 10 mL mẫu. **3.** Khuấy đều và đợi 1 phút. **4.** Thêm 3 giọt Natri Arsenit (5 g/L) rồi khuấy đều. **5.** Sử dụng quy trình kiểm tra để đo nồng độ của mẫu đã xử lý. **6.** Lấy kết quả này trừ đi kết quả không xử lý để có nồng độ clo chính xác.

Chất gây nhiễu	Mức độ nhiễu
Ozon	Nhiễu dương ở mọi 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 xử lý mẫu trước. Điều chỉnh về pH 6–7 bằng axit (Axit Sunfuric, 1.000 N) hoặc bazơ (Natri Hydroxit, 1.00 N).

Nhiễu do mono-chloramine

Đối với phương pháp khử trùng bằng clo tự do thông thường (sau điểm gãy), nồng độ monochloramine điển hình rất thấp. Nếu mẫu có chứa monochloramine, mức ảnh hưởng trong phép thử clo tự do phụ thuộc vào nhiệt độ mẫu, tỷ lệ giữa monochloramine và clo tự do, cũng như thời gian phân tích. Mức độ nhiễu điển hình của monochloramine tính theo mg/L Cl_2 trong phép thử clo tự do được trình bày ở Bảng 2 (thời gian thử 1 phút). Đo nồng độ monochloramine bằng phương pháp 10200 cho Chloramine (Mono) và Amoniac tự do.

Bảng 2 Ảnh hưởng của mono-chloramine ở các nhiệt độ mẫu khác nhau

NH_2Cl (tính theo 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 bổ sung tiêu chuẩn (tăng mẫu)

Sử dụng phương pháp bổ sung tiêu chuẩn (áp dụng cho các thiết bị phù hợp) để xác nhận quy trình kiểm tra, hóa chất và thiết bị, đồng thời phát hiện có sự can nhiễu trong mẫu hay không.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn Clo, Ống ampule PourRite 2 mL®, 50–75 mg/L (dùng theo chỉ số mg/L trên nhãn)
- Bình phá mẫu, ampule PourRite
- Dụng cụ hút mẫu TenSette®, 0,1–1,0 mL và đầu hút
- Xy lanh trộn 10 mL (3 cái)

1. Tiến hành kiểm tra để xác định nồng độ mẫu, sau đó giữ nguyên mẫu (chưa tăng) trong thiết bị.
2. Chọn chức năng Bổ sung tiêu chuẩn trên menu thiết bị.
3. Cài đặt các giá trị nồng độ chuẩn, thể tích mẫu và thể tích tăng mẫu.
4. Mở dung dịch chuẩn.
5. Chuẩn bị 3 mẫu tăng: dùng pipet TenSette lấy lần lượt 0,1 mL, 0,2 mL và 0,3 mL dung dịch chuẩn cho vào ba phần mẫu tươi 5 mL. Trộn đều.
6. Sử dụng quy trình kiểm tra để đo nồng độ từng mẫu đã tăng. Bắt đầu với mẫu tăng nhỏ nhất. Đo từng mẫu tăng trên thiết bị.
7. Chọn **Đồ thị** để so sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế.

Lưu ý: *Nếu kết quả thực tế chênh lệch đáng kể so với dự kiến, cần kiểm tra lại độ chính xác của thể tích mẫu và lượng tăng thêm. Các thông số này phải trùng khớp với lựa chọn trên menu bổ sung tiêu chuẩn. Nếu kết quả nằm ngoài giới hạn cho phép, mẫu có thể đã bị can nhiễu.*

Hiệu suất phương pháp

Dữ liệu về hiệu suất phương pháp dưới đây được thu thập từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm, đo bằng máy quang phổ trong điều kiện lý tưởng. Kết quả thực tế của người dùng có thể khác nhau tùy thuộc vào điều kiện kiểm tra.

Chương trình	Tiêu chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Mức thay đổi nồng độ trên mỗi 0,010 đơn vị hấp thụ
88	5,4 mg/L Cl_2	5,3–5,5 mg/L Cl_2	0,04 mg/L Cl_2

Tóm tắt phương pháp

Dải đo của phương pháp DPD cho clo tự do có thể được mở rộng bằng cách thêm nhiều chỉ thị tương ứng với lượng mẫu. Cụ thể, một gói bột thuốc thử DPD Free Chlorine kích thước lớn sẽ được thêm vào mẫu 5 mL. Clo trong mẫu dưới dạng axit hypochlorous hoặc ion hypochlorite (clo tự do) sẽ phản ứng ngay với chỉ thị DPD (N,N-diethyl-p-phenylenediamine) tạo ra màu hồng, cường độ màu tỷ lệ thuận với nồng độ clo. Bước sóng đo là 530 nm đối với máy quang phổ hoặc 520 nm cho máy đo màu.

Vật tư tiêu hao và phụ kiện thay thế

Thuốc thử cần thiết

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Gói bột thuốc thử DPD Free Chlorine, 25 mL	1	100 cái/gói	1407099

Tiêu chuẩn và thiết bị khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dụng cụ bẻ ống, 2 mL PourRite® Ống ampul	cái	2484600
Dụng cụ bẻ ống, 10 mL Voluette® Ống ampul	cái	2196800
Dung dịch chuẩn Clo, 2 mL PourRite® Ống ampul, 50–75 mg/L	20 cái/gói	1426820
Dung dịch chuẩn Clo, 2 mL PourRite® Ống ampul, 25–30 mg/L	20 cái/gói	2630020
Dung dịch chuẩn Clo, 10 mL Voluette® Ống ampul, 50–75 mg/L	16 cái/gói	1426810
Bộ tiêu chuẩn Gel phụ SpecCheck™ , Clo DPD, 0–10 mg/L	4 cái/gói	2893300

Hóa chất và dụng cụ tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Xy lanh trộn chia vạch, 25 mL	cái	2088640
Gói bột thử DPD Clo tự do, 10 mL	1000 cái/gói	2105528
Gói bột thử DPD Clo tự do, 10 mL	300 cái/gói	2105503
Giấy chỉ thị pH, dải đo 0–14	100 cái/gói	2601300
Pipet TenSette®, 0,1–1,0 mL	cái	1970001
Đầu pipet dành cho Pipet TenSette® , 0,1–1,0 mL	50 cái/gói	2185696
Đầu pipet dành cho Pipet TenSette® , 0,1–1,0 mL	1000 cái/gói	2185628
Potassium Iodide, 30-g/L	100 mL	34332
Sodium Arsenite, 5-g/L	100 mL	104732
Dung dịch chuẩn Natri Hydroxide, 1.0 N	100 mL MDB	104532
Dung dịch chuẩn Axit Sulfuric, 1 N	100 mL MDB	127032

Các hóa chất và thiết bị tùy chọn (tiếp theo)

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Giá để ống nghiệm, inox	cái	1864100
Nhiệt kế không thủy ngân, –10 đến +225 °C	cái	2635700

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. All rights reserved.

11/2014, Edition 11