Chlorine tự do

DOC316.32.01256

Phương pháp Indophenol USEPA[1] **Phương pháp 10241**

0,04 đến 4,50 mg/L Cl_2 **Gói bột thử**

Phạm vi và ứng dụng: Dùng để xác định lượng chlorine tự do còn lại trong điều kiện có mặt mangan, chloramin và các chất oxy hóa khác gây nhiễu cho các phương pháp đo màu DPD, phương pháp chuẩn độ DPD và phương pháp đo amperometric dành cho chlorine tự do. Sử dụng cho nước uống, nước sinh hoạt đã xử lý chlorine, nước hồ bơi và nước thải đã qua xử lý. Sản phẩm này chưa được kiểm định để sử dụng kiểm tra chlorine và chloramin trong lĩnh vực y tế tại Hoa Kỳ.

1 Phương pháp Hach 10241 đã được USEPA phê duyệt để xác định chlorine tự do trong nước uống, theo Federal Register Volume 81, Number 138 (Thứ Ba, ngày 19 tháng 7 năm 2016).

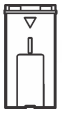
Chuẩn bị kiểm tra

Thông tin cụ thể theo thiết bị

Bảng 1 liệt kê tất cả các thiết bị có chương trình cho phép thực hiện kiểm tra này. Bảng cũng thể hiện các yêu cầu có thể thay đổi tùy theo thiết bị, như yêu cầu về bộ chuyển đổi và ống mẫu.

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

Bảng 1 Thông tin cụ thể theo thiết bị

Thiết bị	Bộ chuyển đổi	Vị trí ống mẫu	Ô mẫu
DR6000	—	Chìa khóa định hướng đặt về phía mũi tên trên bộ chuyển đổi ô mẫu đa năng.	4864302 
DR5000	A23618	Chìa khóa định hướng đặt về phía người sử dụng.	
DR3900	LZV846 (A)	Chìa khóa định hướng đặt quay ra xa người sử dụng.	
DR1900	9609900 hoặc 9609800 (C)	Chìa khóa định hướng đặt về phía mũi tên trên bộ chuyển đổi.	
DR/850, DR/890	—	Chìa khóa định hướng đặt tại vị trí 2 giờ.	
DR900	—	Chìa khóa định hướng đặt về phía người sử dụng.	
DR3800 DR2800 DR2700	LZV585 (B)	Đường dẫn 1 cm được căn chỉnh theo hướng mũi tên trên bộ chuyển đổi.	5940506 

Trước khi bắt đầu

Gắn nắp thiết bị vào giá chứa ô DR900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ.
Khi có ánh sáng mạnh (ví dụ: dưới ánh nắng trực tiếp), hãy đóng ngăn chứa ô nếu có thể và sử dụng nắp bảo vệ trong quá trình đo.
Phương pháp này sử dụng cùng số chương trình với phương pháp indophenol monochloramine.
Mẫu và hóa chất từ một lần phân tích có thể làm nhiễm chéo các lần phân tích khác và ảnh hưởng đến kết quả kiểm tra. Hãy rửa các ô và nắp nhiều lần bằng nước khử ion hoặc nước mẫu trước mỗi lần kiểm tra.
Không hoán đổi nắp của các ô mẫu giữa mẫu trắng và mẫu thử trong quá trình phân tích.
Gõ nhẹ các ô mẫu lên bề mặt cứng hoặc lật từ từ để loại bỏ bọt khí bám trên thành ô.
Đảm bảo luôn đậy nắp ô mẫu khi không sử dụng để tránh nhiễm amoniac.

Xem kỹ Phiếu An Toàn Hóa Chất (MSDS/SDS) của các hóa chất sử dụng. Đảm bảo trang bị đầy đủ thiết bị bảo hộ cá nhân theo khuyến nghị.
Xử lý dung dịch sau phản ứng đúng theo quy định của địa phương, tiểu bang và liên bang. Tham khảo Phiếu An Toàn Hóa Chất để biết cách xử lý hóa chất chưa dùng. Nếu cần thêm thông tin về quy trình xử lý, hãy liên hệ với bộ phận môi trường, an toàn và sức khỏe của cơ sở hoặc cơ quan quản lý địa phương.

Các vật dụng cần thu thập

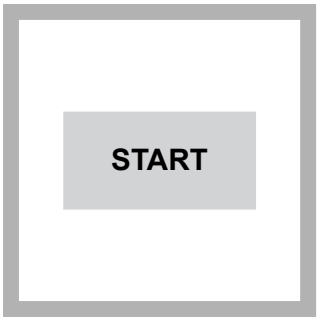
Mô tả	Số lượng
Dung dịch Thuốc thử Freechlor F	5 giọt
Gối thuốc thử Monochlor F	2
Ô lấy mẫu (Để biết thêm về ô lấy mẫu, bộ chuyển đổi hoặc chắn sáng, hãy xem Thông tin chi tiết về thiết bị ở trang 1.)	2

Tham khảo mục Vật tư tiêu hao và phụ kiện thay thế ở trang 7 để biết thông tin đặt hàng.

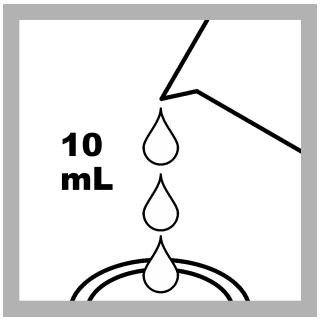
Lấy mẫu

- Phân tích mẫu ngay sau khi lấy. Mẫu không thể bảo quản để kiểm tra sau.
- Clorin là chất oxi hóa mạnh và không ổn định trong nước tự nhiên. Clorin phản ứng nhanh với nhiều hợp chất vô cơ và chậm hơn với các hợp chất hữu cơ. Nhiều yếu tố như nồng độ chất phản ứng, ánh sáng mặt trời, pH, nhiệt độ và độ mặn ảnh hưởng đến quá trình phân hủy clorin trong nước.
- Dùng chai thủy tinh sạch để lấy mẫu. Không sử dụng chai nhựa vì chúng có thể hấp thụ nhiều clorin.
- Xử lý chai thủy tinh trước khi sử dụng để loại bỏ nhu cầu clorin. Ngâm chai trong dung dịch nước Javel loãng (1 mL nước Javel thương mại trong 1 lít nước khử ion) ít nhất 1 giờ. Rửa kỹ lại bằng nước khử ion hoặc nước cất. Nếu rửa sạch bằng nước khử ion hoặc nước cất sau mỗi lần sử dụng, chỉ cần xử lý lại định kỳ.
- Đảm bảo lấy mẫu đại diện. Nếu lấy từ vòi, xả nước ít nhất 5 phút trước khi lấy. Để chai tràn mẫu nhiều lần rồi mới đậy nắp, tránh để khoảng không khí bên trên mẫu.

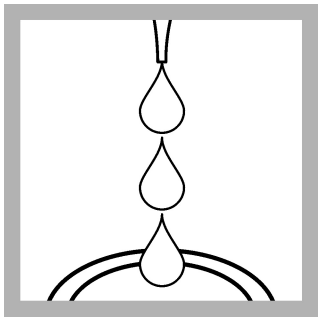
Quy trình kiểm tra



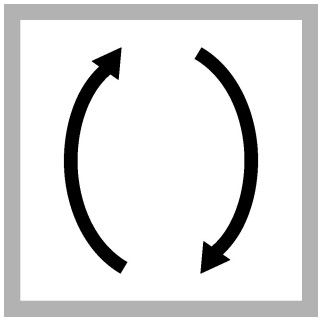
1. Khởi động chương trình **66, Monochloramine LR**. Để biết thêm về ô lấy mẫu, bộ chuyển đổi hoặc chắn sáng, hãy xem Thông tin chi tiết về thiết bị ở trang 1.



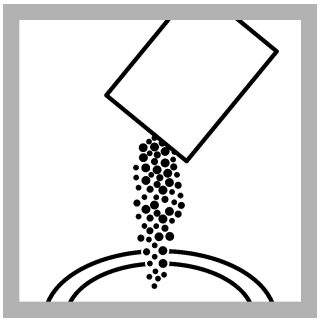
2. Rót 10 mL mẫu vào hai ống nghiệm. Dán nhãn một ống là mẫu thử, ống còn lại là mẫu trắng.



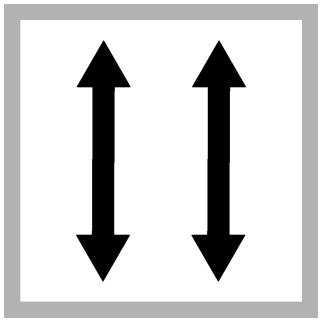
3. Nhỏ 5 giọt dung dịch thuốc thử Freechlor F vào mẫu thử.



4. Đậy nắp ống nghiệm mẫu, lắc nhẹ để hòa tan.



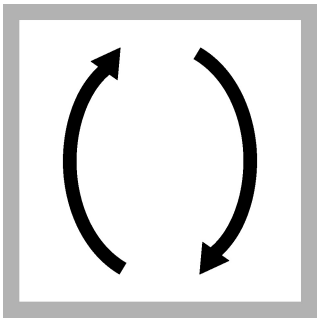
5. Cho bột thuốc thử Monochlor F từ một gói vào từng ống nghiệm mẫu.



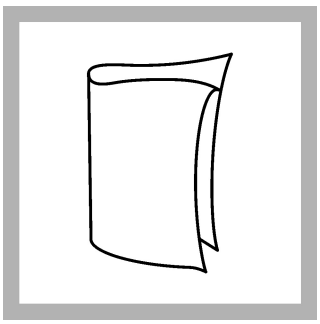
6. Đậy kín các ống nghiệm mẫu. Lắc đều khoảng **20 giây** để hòa tan thuốc thử. Nếu mẫu có clo tự do, dung dịch sẽ chuyển sang màu xanh lá.



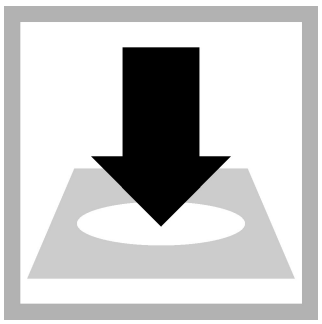
7. Khởi động bộ đếm thời gian của thiết bị. Thời gian phản ứng kéo dài 5 phút sẽ bắt đầu. Hãy điều chỉnh thời gian phản ứng phù hợp với nhiệt độ mẫu. Xem Thời gian phát triển màu trên trang 3.



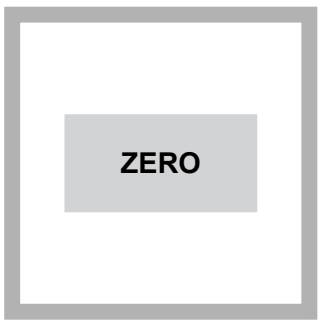
8. Khi hết thời gian, hãy lật mẫu trắng để trộn đều.



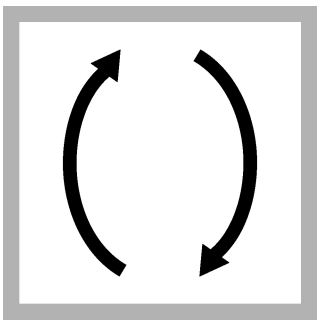
9. Làm sạch ống mẫu trắng.



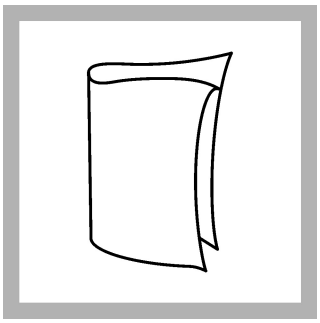
10. Đặt ống mẫu trắng vào giá đỡ.



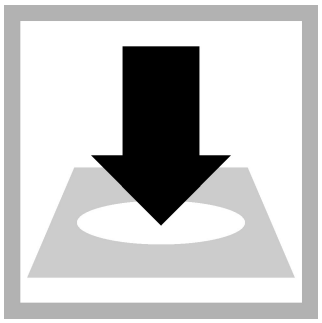
11. Nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị 0,00 mg/L Cl_2.



12. Đảo mẫu đã chuẩn bị để trộn đều.



13. Làm sạch ống nghiệm mẫu đã chuẩn bị.



14. Đặt ống nghiệm mẫu đã chuẩn bị vào giá giữ.



15. Nhấn **READ**. Kết quả hiển thị theo mg/L Cl_2.

Thời gian phát triển màu

Kết quả thử nghiệm bị ảnh hưởng đáng kể bởi nhiệt độ mẫu. Thời gian phản ứng trong hướng dẫn được áp dụng cho mẫu ở nhiệt độ 18–20 °C (64–68 °F). Điều chỉnh thời gian phản ứng theo nhiệt độ mẫu như minh họa trong Bảng 2. Màu sắc ổn định tối đa 15 phút sau thời gian phát triển màu quy định.

Nếu nhiệt độ mẫu dưới 10 °C (50 °F), đặc biệt khi đo ngoài trời trong thời tiết lạnh, hãy đo lại mẫu đã chuẩn bị sau 5 đến 10 phút kể từ thời gian phát triển màu trong Bảng 2. Đo lại mẫu đã chuẩn bị để đảm bảo phản ứng đã hoàn tất. Phản ứng màu coi như hoàn tất nếu kết quả không tăng quá 10% trong vòng 10 phút sau thời gian phát triển màu.

Bảng 2 Thời gian phát triển màu

Nhiệt độ mẫu (°C)	Nhiệt độ mẫu (°F)	Thời gian phát triển (phút)
5	41	10
7	45	9
9	47	8
10	50	8
12	54	7
14	57	7
16	61	6
18	64	5
20	68	5
23	73	2.5
25	77	2
> 25	> 77	2

Sự ảnh hưởng

Bảng 3 liệt kê các chất đã được kiểm tra về mức độ ảnh hưởng và không gây ảnh hưởng ở hoặc dưới ngưỡng đã chỉ định. Bảng 4 cung cấp danh sách các chất gây ảnh hưởng cùng với mức độ ảnh hưởng tương ứng.

Bảng 3 Các chất không gây ảnh hưởng

Chất	Mức độ ảnh hưởng
Alanine	1 mg/L N
Nhôm	10 mg/L Al
Bromide	100 mg/L Br^-
Bromine	15 mg/L Br_2
Canxi	1000 mg/L dưới dạng $CaCO_3$
Clorua	18.000 mg/L Cl^-
Dioxit clo	5 mg/L ClO_2
Crôm (III)	5 mg/L C^{3+}
Đồng	10 mg/L Cu
Xyanua	10 mg/L CN^-
Dichloramin	10 mg/L dưới dạng Cl_2
Florua	5 mg/L F^-
Glyxin	1 mg/L N
Iốt	4 mg/L I_2
Sắt (II)	10 mg/L Fe^{2+}
Sắt (III)	10 mg/L Fe^{3+}
Chì	10 mg/L Pb
Mangan (+7)	3 mg/L $MnO4^-$
Nitrat	100 mg/L N
Nitrit	50 mg/L N

Bảng 3 Các chất không gây nhiễu (tiếp theo)

Chất	Mức độ gây nhiễu
Oxone®[1] (kali peroxomonopersulfat)	30 mg/L
Phosphat	100 mg/L PO_4^{3-}
Silic	100 mg/L SiO_2
Sulfat	2600 mg/L SO_4^{2-}
Tyrosin	1 mg/L N
Ure	10 mg/L N
Kẽm	5 mg/L Zn

Bảng 4 Các chất gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Ozon[2]	> 1 mg/L O_3
Sulfua[2]	> 0,5 mg/L S^{2-}

Ứng dụng kiểm tra

Nước uống đã được khử trùng bằng clo và hệ thống phân phối

Nước đã hoàn thiện thường chứa clo tự do cùng các mức độ khác nhau của cloramin hữu cơ và các tạp chất vô cơ. Phản ứng giữa clo tự do với các chất dễ bị oxy hóa được cho là đã hoàn tất, phần clo tự do còn lại sẽ duy trì ở trạng thái cân bằng ổn định. Khi phân tích lặp lại lượng clo tự do trong loại nước này, kết quả nên đồng nhất. Đặc biệt, khi kiểm tra nước có nồng độ clo tự do thấp, cần tuân thủ nghiêm ngặt các lưu ý về vệ sinh của ống mẫu, nhiệt độ nước và kỹ thuật lấy mẫu.

Điểm chuyển hóa

Loại nước này có thể chứa hỗn hợp giữa clo tự do, cloramin và các dư lượng không mong muốn dựa trên nhiệt độ nước, hiệu quả pha trộn, vị trí lấy mẫu và khoảng cách so với điểm chuyển hóa lý thuyết. Nước có thể ở trạng thái “cân bằng động” và thành phần hóa học có thể thay đổi nhanh chóng, đặc biệt là khi ở gần hoặc tại điểm chuyển hóa. Thành phần hóa học có thể biến động trong cả ống trắng và ống mẫu. Hãy bắt đầu phân tích ngay khi lấy mẫu. Do đặc tính động của nước, kết quả thử nghiệm trên các mẫu song song có thể không lặp lại được. Kết quả này phù hợp nhất để nhận diện xu hướng clo tự do và giám sát sự thay đổi do hiệu quả pha trộn, vị trí lấy mẫu, nhiệt độ, tốc độ cấp clo tăng lên, v.v.

Trong các nghiên cứu động học chloramin

Những mẫu nước này sẽ có hỗn hợp clo tự do và cloramin tùy theo nhiệt độ nước, hiệu quả pha trộn, vị trí lấy mẫu, tốc độ cấp clo và amoniac cũng như thời gian tiếp xúc. Nước luôn ở trạng thái “cân bằng động” và thành phần hóa học có thể biến đổi nhanh chóng tùy thuộc vào điều kiện môi trường. Thành phần hóa học này cũng có thể thay đổi trong cả ống trắng và ống mẫu. Cần tiến hành phân tích ngay sau khi lấy mẫu. Do đặc tính động của nước, kết quả thử nghiệm trên các mẫu giống nhau có thể khó lặp lại. Kết quả thử nghiệm này phù hợp nhất để xác định xu hướng clo tự do và theo dõi những thay đổi liên quan đến hiệu quả pha trộn, vị trí lấy mẫu, sự biến động nhiệt độ nước, tăng lượng clo cấp vào, v.v.

1 Oxone là nhãn hiệu đã đăng ký của E.I. du Pont de Nemours & Co., Inc.
2 Hợp chất này thông thường không tồn tại cùng với clo tự do.

Cùng với các chất oxy hóa khác

Các chất oxy hóa khác có thể bao gồm Oxone, permanganat, dioxide clo, brom và iốt. Giả định rằng lượng clo tự do còn lại đã ổn định khi có mặt các chất oxy hóa này. Khi phân tích lặp lại clo tự do trong loại nước này, kết quả dự kiến sẽ tương đương nhau. Mức các chất oxy hóa thay thế có thể xuất hiện mà không gây nhiễu đã được kiểm nghiệm trong các thí nghiệm tại phòng thí nghiệm (xem Bảng 3 trang 4). Hiện chưa có dữ liệu thực tế về clo tự do khi có các chất oxy hóa này.

Kiểm tra độ chính xác

Phương pháp bổ sung tiêu chuẩn (thêm mẫu)

Sử dụng phương pháp bổ sung tiêu chuẩn (dành cho các thiết bị phù hợp) để xác thực quy trình kiểm tra, hóa chất và thiết bị, đồng thời kiểm tra xem mẫu có bị nhiễu hay không.

Các vật dụng cần chuẩn bị:

- Dung dịch chuẩn clo, Ống ampule PourRite 2-mL®, 25–30 mg/L (dùng nồng độ ghi trên nhãn)
- Dụng cụ mở ampule, Ampule PourRite
- Ống hút, TenSette®, 0.1–1.0 mL và các đầu hút

1. Thực hiện quy trình kiểm tra để đo nồng độ mẫu, sau đó giữ mẫu (chưa thêm tiêu chuẩn) trong thiết bị.
2. Chọn chức năng Bổ sung tiêu chuẩn trong menu thiết bị.
3. Chọn các giá trị cho nồng độ tiêu chuẩn, thể tích mẫu và thể tích thêm.
4. Mở dung dịch chuẩn.
5. Chuẩn bị ba mẫu đã thêm tiêu chuẩn: sử dụng ống hút TenSette để thêm lần lượt 0.1 mL, 0.2 mL và 0.3 mL dung dịch chuẩn vào ba phần mẫu tươi 10 mL. Trộn đều.
6. Thực hiện quy trình kiểm tra để đo nồng độ từng mẫu đã thêm tiêu chuẩn. Bắt đầu với mẫu có lượng tiêu chuẩn nhỏ nhất. Đo từng mẫu đã thêm tiêu chuẩn bằng thiết bị.
7. Chọn **Biểu đồ** để so sánh kết quả dự kiến với kết quả thực tế.
8. ***Lưu ý:*** *Nếu kết quả thực tế khác biệt đáng kể với kết quả dự kiến, hãy đảm bảo thể tích mẫu và lượng tiêu chuẩn được đo chính xác. Các thông số này cần phù hợp với lựa chọn trong menu bổ sung tiêu chuẩn. Nếu kết quả ngoài giới hạn chấp nhận, mẫu có thể bị nhiễu.*

Hiệu suất phương pháp

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

Chương trình	Tiêu chuẩn	Độ chính xác (khoảng tin cậy 95%)	Độ nhạy Sự thay đổi nồng độ khi thay đổi 0,010 Abs
66	3,51 mg/L Cl_2	3,47–3,55 mg/L Cl_2	0,04 mg/L Cl_2

Tóm tắt phương pháp

Thêm dung dịch amoni có pH 8,3 vào mẫu chứa clo tự do. Clo tự do sẽ lập tức chuyển hóa thành monocloramin (NH_2Cl). Với sự có mặt của chất xúc tác xyanoferrat, monocloramin phản ứng với phenol đã được thay thế để tạo thành hợp chất monoimin trung gian. Chất trung gian này kết hợp với lượng dư phenol đã thay thế để tạo thành hợp chất indophenol màu xanh lá, tỉ lệ thuận với lượng clo tự do trong mẫu. Mẫu trắng có chứa thuốc thử Monochlor F dùng để hiệu chỉnh màu nền từ thuốc thử và mẫu. Bước sóng đo là 655 nm đối với máy quang phổ hoặc 610 nm đối với máy đo màu.

Vật tư tiêu hao và linh kiện thay thế

Hóa chất bắt buộc

Mô tả	Số lượng/lần thử	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch thuốc thử Freechlor F	5 giọt	SCDB 50 mL	2964926
Gói thuốc thử Monochlor F	2	100/gói	2802299

Tiêu chuẩn khuyến nghị

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dung dịch chuẩn Clo, Ống ampule PourRite 2 mL®, 50–75 mg/L	20/gói	1426820
Dung dịch chuẩn Clo, Ống ampule Voluette 10 mL®, 50–75 mg/L	16/gói	1426810
Dung dịch chuẩn Clo, Ống ampule PourRite 2 mL®, 25–30 mg/L	20/gói	2630020

Hóa chất và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã sản phẩm
Dụng cụ mở ống ampule PourRite®, 2 mL	đơn vị	2484600
Dụng cụ mở ống ampule Voluette 10 mL®	đơn vị	2196800
Ống hút TenSette®, 0,1–1,0 mL	đơn vị	1970001
Đầu ống hút cho ống TenSette®, 0,1–1,0 mL	50/cái	2185696

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, 2007, 2010, 2012, 2014, 2017, 2019. All rights reserved. 11/2019, Edition 11