

Chlorine, Free

Phương pháp 10059
Pour-Thru™ Cell

DPD Rapid Liquid Method¹
(0.02 đến 2.00 mg/L)

Phạm vi ứng dụng: để test nước đã xử lý

¹ Được chấp nhận theo Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.

Chuẩn bị thí nghiệm

Trước khi bắt đầu test:

Phân tích mẫu ngay tức thì. Không bảo quản để phân tích sau.

Tham khảo Hướng dẫn sử dụng của Pour-Thru cell và các bộ phận để lắp ráp.

Bảo vệ Pour-Thru Cell không bị nhiễm bẩn khi không sử dụng bằng cách úp một beaker nhỏ che miệng phễu trên đỉnh lại.

Thuốc thử chỉ thị phải được chuẩn bị trước. Xem phần Chuẩn bị thuốc thử ở trang 2.

Chuẩn bị các vật dụng sau:

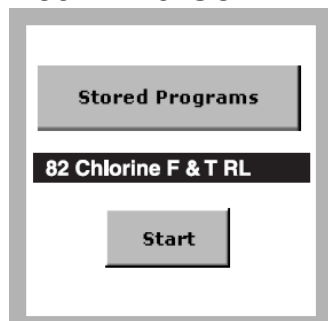
Số lượng

DPD Indicator Powder	varies
Free Chlorine Indicator Solution	1 mL
Free Chlorine Buffer Solution	1 mL
Cylinder, glass, mixing, 100-mL	1
Dispenser, 1.0 mL fixed volume, Repipet Jr.	2
Pour-Thru Cell Module and Cell	1

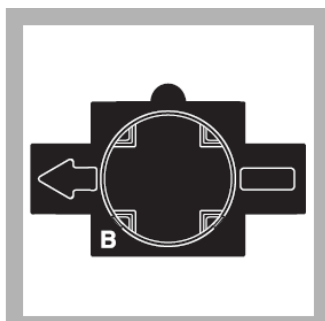
Chú ý: Xem thông tin đặt hàng trên trang 5 trong Danh mục thay thế và tiêu thụ.

Chlorine, Free (0.02 đến 2.00 mg/L)

Pour Thru Cell



1. Chọn test

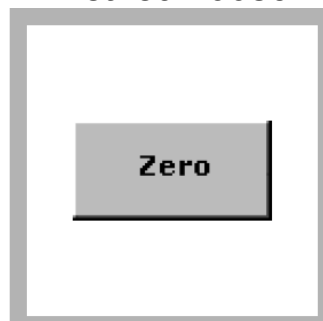


2. Đặt adapter B vào buồng đo. Gắn Pour Thru cell với cell tròn 1 inch đường truyền sáng cùng dây với adapter. Đổ vào Pour Thru Cell với 50mL nước khử ion để làm sạch.

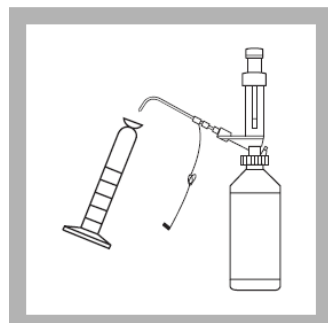


3. Đổ khoảng 50mL mẫu vào Pour Thru Cell

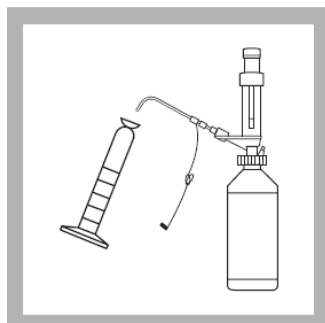
Method 10059



4. Khi dòng chảy ngừng nhấn **ZERO**. Màn hình hiển thị mg/L Cl₂



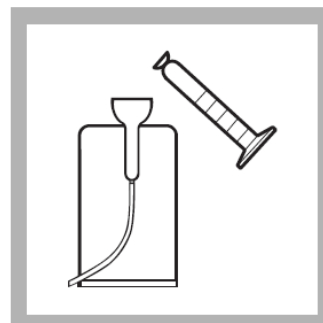
5. Cho 1.0mL Free Chlorine Buffer Solution vào ống đong sạch, khô bằng Repipet Jr. Dispenser



6. Tiếp tục cho 1.0mL Free Chlorine Indicator Solution đã chuẩn bị vào cùng ống đong bằng Repipet Jr. Dispenser. Lắc đều để xáo trộn hoàn toàn. Thực hiện ngay bước 7

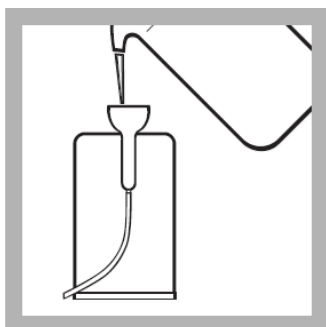


7. Cẩn thận đổ mẫu vào ống đong đến vạch 80mL. Bịt nút và đảo nhẹ hai lần để xáo trộn hoàn toàn. Tiếp tục bước 8



8. Đổ mẫu từ ống đong vào miệng phễu của Pour Thru Cell (Không nhất thiết phải đổ toàn bộ mẫu vào, chỉ cần khoảng ½ mẫu là đủ)

Sau khi ngừng chảy, nhấn **READ**. Kết quả hiển thị là mg/L Cl₂



9. Rửa Pour Thru Cell bằng nước khử ion (50 mL) ngay sau khi kết thúc.

Chuẩn bị thuốc thử

Dung dịch chỉ thị Chlorine dư (Free Chlorine Indicator Solution) phải được chuẩn bị trước khi dùng. Sử dụng phễu đồng bột, cho 24g bột DPD trong lọ vào 473 mL bình đựng dung dịch chỉ thị Chlorine dư*. Lắc ngược nhiều lần đến khi bột tan hoàn toàn. Màu hồng xuất hiện nhưng không ảnh hưởng kết quả đo. Dung dịch này sẽ cho kết quả đúng trong khoảng 1 tháng sau khi pha trộn và bảo quản ở 20–25 °C (68–77 °C). Ghi lại ngày tháng để biết được khi nào hết thời hạn sử dụng. Sau 1 tháng phải đổ bỏ và chuẩn bị dung dịch mới. Sử dụng thuốc thử sau thời gian 1 tháng có thể kết quả đo của mẫu trắng thuốc thử sẽ cao và giá trị thấp tại nồng độ cao. Không trộn lẫn thuốc thử mới với thuốc thử đã trộn trước đó.

Các chất cản trở

Bảng 1 Các chất cản trở và mức độ

Chất cản trở	Mức độ
Độ kiềm	Lớn hơn 250 mg/L CaCO ₃ . Có thể không tạo màu hoàn toàn hoặc chỉ có màu nhất thời. Trung hòa bằng 1N H ₂ SO ₄ ¹ để có pH 6–7 Xác định lượng cho vào mẫu bằng một mẫu khác, sau đó với tiến hành trung hòa với mẫu sẽ phân tích.
Bromine, Br ₂	Tất cả mức đều cản trở
Độ cứng	Không có ảnh hưởng nếu dưới 1000 mg/L CaCO ₃
Iodine, I ₂	Tất cả mức đều cản trở
Manganese, Oxidized (Mn ⁴⁺ , Mn ⁷⁺) hoặc Chromium, Oxidized (Cr ⁶⁺)	Điều chỉnh mẫu để có pH 6–7. Cho 3 giọt KI ¹ (30-g/L) vào 10-mL mẫu. Xáo trộn đều và đợi trong 1 phút. Cho 3 giọt NaAsO ₂ ¹ (5-g/L) và trộn đều. Phân tích 10 mL mẫu đã xử lý theo quy trình mô tả ở trên. Lấy kết quả từ thí nghiệm ban đầu trừ đi kết quả này để có nồng độ chlorine chính xác.
Monochloramine	Làm tăng kết quả đo được. Cần đọc kết quả trong vòng 1 phút sau khi cho thuốc thử vào, 3 mg/L

	monochloramine sẽ làm tăng khoảng 0.1 mg/L kết quả.
Ozone	Tất cả mức đều cản trở

1 Xem phần **Thuốc thử và các dụng cụ bổ sung** trên trang 5.

2 Mẫu được xử lý với Sodium arsenite (NaAsO_2) sẽ là chất thải nguy hại theo quy định Federal RCRA đối với arsenic (D004). Xem Thông tin an toàn hóa chất (MSDS) để có biện pháp thải bỏ hợp lý.

Lấy mẫu, bảo quản và lưu trữ

Phân tích mẫu ngay sau khi thu thập. Chlorine tự do là tác nhân oxy hóa mạnh và không bền trong nước tự nhiên. Nó phản ứng nhanh với nhiều hợp chất vô cơ khác nhau và oxy hóa chậm với các hợp chất hữu cơ. Có nhiều yếu tố như nồng độ chất phản ứng, ánh sáng mặt trời, pH, nhiệt độ và độ muối ảnh hưởng lên sự phân hủy chlorine tự do trong nước.

Tránh dùng thùng chứa bằng nhựa vì nó có nhu cầu tiêu thụ chlorine lớn.

Xử lý sơ thùng chứa mẫu bằng thủy tinh để loại bỏ nhu cầu chlorine bằng cách xúc rửa với dung dịch tẩy pha loãng (1mL chất tẩy thương mại vào 1 lít nước khử ion) trong 1 giờ. Rửa lại với nước khử ion hoặc nước cất. Nếu thùng chứa mẫu được súc rửa bằng nước khử ion hoặc nước cất sau khi sử dụng chỉ cần định kỳ xử lý lại. Không sử dụng cùng cell chứa mẫu cho tổng và chlorine tự do. Nếu có vết iodide từ thuốc thử tổng chlorine thì nó sẽ làm cản trở khi đo chlorine tự do bởi monochloramine. Tốt nhất là sử dụng riêng cho xác định chlorine tự do và chlorine tổng.

Sai số thường gặp khi thí nghiệm chlorine là không thu thập đúng mẫu đại diện. Nếu lấy mẫu từ vòi nước, phải để nước chảy ít nhất 5 phút sau khi mở vòi. Để thùng chứa chảy tràn mẫu nước nhiều lần sau đó đầy nắp thùng lại để đảm bảo không có khoảng trống khí bên trong. Nếu lấy mẫu với cell, súc rửa cell nhiều lần bằng mẫu sau đó cẩn thận đổ đầy đúng 10mL mẫu. Tiến hành việc phân tích ngay lập tức.

Xử lý dụng cụ thí nghiệm

Các dụng cụ dùng trong thí nghiệm này phải loại bỏ hoàn toàn nhu cầu chlorine. Đổ vào 100mL ống đong và thùng chứa mẫu chất tẩy rửa pha loãng được chuẩn bị trước bằng cách cho 1mL chất tẩy rửa thương mại vào 1 lít nước. Ngâm trong dung dịch ít nhất 1 giờ. Sau khi ngâm rửa lại với nước khử ion hoặc nước cất và để khô trước khi sử dụng. Nếu ống đong được rửa bằng nước khử ion hoặc nước cất và để khô sau mỗi lần sử dụng thì chỉ cần định kỳ xử lý lại. Không sử dụng cùng ống đong mẫu cho phân tích tổng và chlorine tự do. Xử lý Pour Thru Cell tương tự với chất tẩy pha loãng và để yên trong vài phút. Rửa lại vài lần bằng nước khử ion.

Làm sạch Pour Thru Cell

Pour-Thru Cell có thể tích lũy các sản phẩm phản ứng có màu đặc biệt nếu dung dịch phản ứng còn dính lại trong cell một thời gian dài sau khi đo đạc. Loại bỏ bằng cách rửa với 5.25 N Sulfuric Acid* và sau đó rửa lại nhiều lần với nước khử ion.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp bổ sung dung dịch chuẩn (Sample Spike)

1. Sau khi đọc kết quả, lấy cell (mẫu chưa cho dung dịch chuẩn) ra khỏi máy.
2. Nhấn **OPTIONS>MORE**. Nhấn **STANDARD ADDITIONS**. Một phím nhấn sẽ xuất hiện. Vào nồng độ chlorine trung bình được hiện ra trên phần xác nhận đi kèm Chlorine Voluette®* Ampules. Nhấn **OK**.
3. Một quy trình tóm tắt sẽ hiện ra. Nhấn **OK** để chấp nhận giá trị nồng độ dung dịch chuẩn, thể tích mẫu và thể tích bổ sung của dung dịch chuẩn được hiển thị. Nhấn **EDIT** để thay đổi các giá trị này nếu cần. Sau khi xác nhận các giá trị, kết quả đọc mẫu chưa có bổ sung dung dịch chuẩn sẽ xuất hiện ở dòng trên cùng. Xem tài liệu hướng dẫn để biết thêm chi tiết.
4. Làm gãy đầu ống LR Chlorine Voluette Ampule Standard, 50–75 mg/L Cl₂.
5. Chuẩn bị 3 mẫu để cho vào. Đổ vào 3 ống đong 10mL mẫu. Sử dụng TenSette® Pipet để lần lượt cho vào 0.3 mL, 0.6 mL, và 0.9 mL dung dịch chuẩn mỗi ống đong và xáo trộn hoàn toàn.
6. Phân tích từng mẫu đã bổ sung dung dịch chuẩn như mô tả ở phần đầu, bắt đầu với 0.3 mL sample spike. Chấp nhận giá trị đo bằng cách nhấn **READ**. Mỗi giá trị bổ sung sẽ phản ánh gần như 100% hồi phục.
7. Sau khi hoàn tất các bước, nhấn **GRAPH** để xem đường tương thích tốt nhất đi qua các điểm tại các giá trị bổ sung, lập bảng ma trận. Nhấn **IDEAL LINE** để xem mối tương quan giữa mẫu được thêm vào và đường lý tưởng cho 100% hồi phục.

Hiệu quả phương pháp

Độ chính xác:

Dung dịch chuẩn: 1.18 mg/L Cl₂

Chương trình đo	95% Confidence Limits of Distribution
85	1.17–1.19 mg/L Cl ₂

Độ nhạy:

Phần của đường cong	Abs	Nồng độ
Toàn bộ dãy	0.01	0.02 mg/L Cl ₂

Tóm tắt phương pháp

Chlorine trong mẫu ở dạng hypochlorous acid hay hypochlorite ion (chlorine tự do hay chlorine sẵn có) sẽ phản ứng tức thì với chất chỉ thị DPD (N,N-diethyl-p-phenylenediamine) tạo màu hồng, cường độ màu sẽ tỉ lệ thuận với nồng độ chlorine. Kết quả thí nghiệm được đo tại bước sóng 530 nm.

Danh mục thay thế và tiêu thụ

Thuốc thử cần thiết

Description	Quantity/Test	Unit	Cat. No.
Free Chlorine Reagent Set, includes:	—	—	25569-00
DPD Indicator Powder	varies	24 g	22972-55
Free Chlorine Indicator Solution	1 mL	473 mL	23140-11
Free Chlorine Buffer Solution	1 mL	473 mL	23141-11

Dụng cụ cần thiết

Description	Quantity/Test	Unit	Cat. No.
Adapter, for Multi-path and Pour-Thru cells	1	each	LZV585
Cylinder, graduated, 100-mL, poly	1	each	1896-42
Dispenser, fixed-volume, 1.0-mL, Repipet Jr.	2	each	21113-02
Pour-Thru Cell Module Kit	1	each	59404-00
Powder Funnel	1	each	22644-67

Dung dịch chuẩn nên dùng

Description	Unit	Cat. No.
Chlorine Standard Solution, Voluette® Ampule, 50-75 mg/L, 10-mL	16/pkg	14268-10
OR		
Chlorine Standard Solution, Voluette® Ampule, 50-75 mg/L, 2-mL	20/pkg	14268-20
Water, deionized	4 L	272-56

Các thuốc thử và dụng cụ phụ

Description	Cat. No.
Pipet, TenSette® 0.1–1.0 mL	19700-01
Pipet Tips, for TenSette Pipet 19700-01, 50/pkg	21856-96
Potassium Iodide, 30 g/L, 100 mL	343-32
Sodium Arsenite, 5 g/L, 100 mL	1047-32
Sulfuric Acid, 1 N, 100 mL	1270-32
Sulfuric Acid, 5.25 N, 100 mL	2449-53