

Chlorine, Free

Phương pháp 10069
Powder Pillows

DPD Method¹
(0.1 đến 10.0 mg/L)

Phạm vi ứng dụng: để test chlorine tự do (hypochlorous acid HClO và hypochlorite ion ClO⁻) nồng độ cao trong nước uống, nước làm mát và nước từ quy trình công nghiệp.

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

Chuẩn bị thí nghiệm

Phân tích ngay sau khi lấy mẫu. Không lưu mẫu để phân tích sau.

Nếu nồng độ Chlorine thấp hơn 0.2 mg/L thì sử dụng phương pháp 8021, chương trình số 80.

Trong điều kiện ánh sáng mạnh (trực tiếp với ánh sáng mặt trời) thì cần đậy nắp buồng đo trong khi đo.

Chuẩn bị các vật dụng sau:

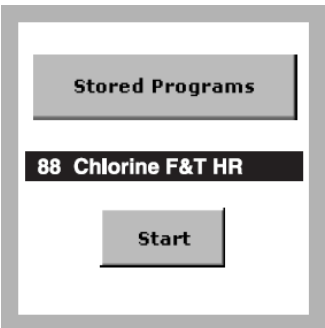
Số lượng

DPD Free Chlorine Reagent Powder Pillows	1
Sample Cell, 1-cm, 10-mL	1

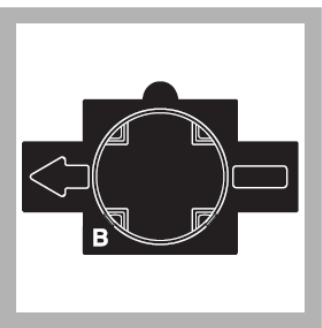
Chú ý: Xem thông tin đặt hàng trên trang 5 trong Danh mục thay thế và tiêu thụ.

Chlorine, Free (0.1 đến 10.0 mg/L)

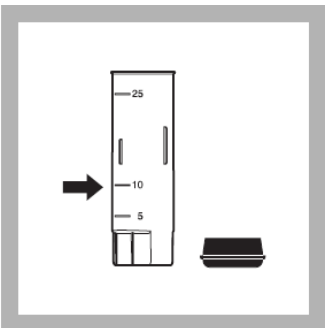
Powder Pillows



1. Chọn test.

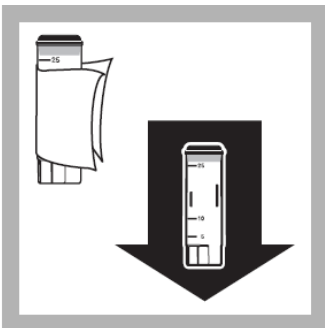


2. Đặt adapter B vào.

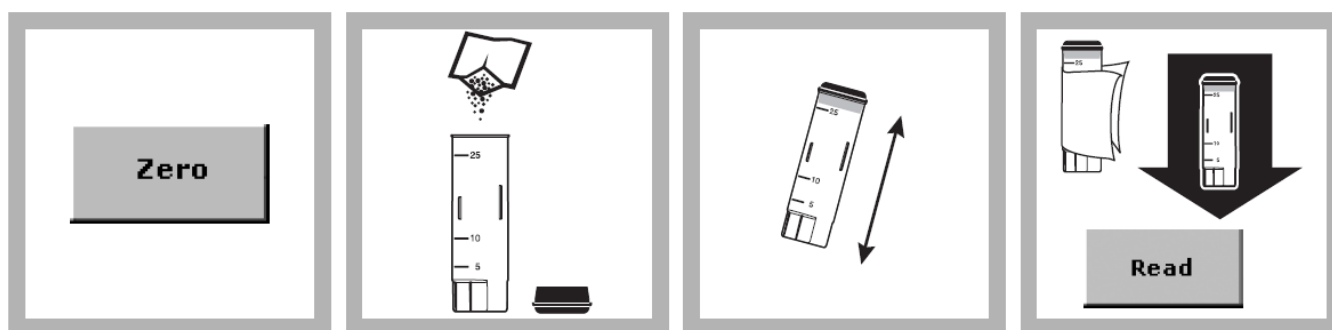


3. Đổ mẫu đến vạch 5mL trên cel chứa mẫu.

Method 10069



4. Lau bên ngoài cell. Đặt vào giá đỡ sao cho cùng phía với mũi tên chỉ dẫn trên adapter với 1 cm (phẳng) đường truyền sáng



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

6. Lấy cell ra và
cho vào 1 gói
DPD Free
Chlorine dùng
cho 25mL mẫu.

7. Đậy nắp lại và
lắc đều để hòa
tan hoàn toàn
bột. Màu hồng
sẽ xuất hiện nếu
có chlorine.

8. Cho cell chứa
mẫu đã có
thuốc thử vào
giá đỡ cùng
chiều với
hướng mũi tên
trên adapter.

Nhấn **READ**
Kết quả hiển thị
là mg/L Cl_2

Các chất cản trở

Bảng 1 Các chất cản trở và mức độ

Chất cản trở	Mức độ
Độ axit	Lớn hơn 150 mg/L CaCO_3 . Có thể không tạo màu hoàn toàn hoặc chỉ có màu nhất thời. Trung hòa bằng 1 N NaOH 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.
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_2SO_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
Chlorine Dioxide, ClO_2	Tất cả mức đều cản trở
Chloramines, hữu cơ	Có thể gây 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+}) or 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	Đối với chất diệt khuẩn chlorine tự do truyền thống (phía trên điểm ngắt), nồng độ monochloramine thông thường rất thấp. Nếu có monochloramine trong mẫu, sự cản trở của nó tùy thuộc vào nhiệt độ của mẫu, lượng monochloramine tương đối với chlorine tự do và thời gian cần để thí nghiệm. Mức độ ảnh hưởng được liệt kê trong bảng dưới đây: <table><tr><td>NH₂Cl</td><td>Nhiệt độ mẫu. °C (°F)</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr><tr><td>(dạng Cl₂)</td><td>5 (40)</td><td>10(50)</td><td>20(68)</td><td>30(83)</td><td></td></tr><tr><td>1.2 mg/L</td><td>+0.15</td><td>0.19</td><td>0.30</td><td>0.29</td><td></td></tr><tr><td>2.5 mg/L</td><td>+0.35</td><td>0.38</td><td>0.55</td><td>0.61</td><td></td></tr><tr><td>3.5 mg/L</td><td>+0.38</td><td>0.56</td><td>0.69</td><td>0.73</td><td></td></tr></table>	NH ₂ Cl	Nhiệt độ mẫu. °C (°F)					(dạng Cl ₂)	5 (40)	10(50)	20(68)	30(83)		1.2 mg/L	+0.15	0.19	0.30	0.29		2.5 mg/L	+0.35	0.38	0.55	0.61		3.5 mg/L	+0.38	0.56	0.69	0.73	
NH ₂ Cl	Nhiệt độ mẫu. °C (°F)																														
(dạng Cl ₂)	5 (40)	10(50)	20(68)	30(83)																											
1.2 mg/L	+0.15	0.19	0.30	0.29																											
2.5 mg/L	+0.35	0.38	0.55	0.61																											
3.5 mg/L	+0.38	0.56	0.69	0.73																											
Ozone	Tất cả mức đều cản trở																														
Peroxides	Có thể gây cản trở																														
Mẫu có pH cực thấp hoặc có khả năng đệm cao	Điều chỉnh pH 6–7 bằng axit (H ₂ SO ₄ ¹ , 1.000 N) hay xút (NaOH ¹ , 1.00 N).																														

1 Xem phần **Thuốc thử và các dụng cụ bổ sung** trên trang 4.

2 Mẫu được xử lý với Sodium arsenite (NaAsO₂) 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 đậy 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.

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. Mở ống HR 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 0.1 mL, 0.2 mL, và 0.3 mL dung dịch chuẩn mỗi ống đong và xáo trộn hoàn toàn.

6. Phân tích mẫu đã bổ sung dung dịch chuẩn theo các bước mô tả ở trên. Chấp nhận giá trị đo bằng cách nhấn **READ**. Mỗi giá trị bổ sung sẽ phản ánh gần như 100% hồi phục.

Tóm tắt phương pháp

Thang đo của phép phân tích sử dụng phương pháp DPD cho Chlorine tự do có thể được mở rộng bằng cách thêm vào chất chỉ thị theo tỷ lệ thể tích mẫu. Do đó, gói bột DPD Free Chlorine lớn hơn được bổ sung thêm cho 5mL mẫu.

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.
DPD Free Chlorine Reagent Powder Pillows for 25-mL samples	1	100/pkg	14070-99

Dụng cụ cần thiết

Description	Quantity/Test	Unit	Cat. No.
Adapter, for Multi-path and Pour-Thru cells	1	each	LZV585
Sample cell, multi-path	1	6/pkg	59405-06

Dung dịch chuẩn nên dùng

Description	Unit	Cat. No.
Chlorine Standard Solution, 2-mL PourRite® Ampules, 50–75 mg/L	20/pkg	14268-20

Các thuốc thử và dụng cụ phụ

Description	Cat. No.
Cylinder, mixing, 25 mL tall form	20886-40
Pipet, TenSette®, 0.1 to 1.0 mL	19700-01
Pipet Tips, for TenSette Pipet 19700-01	21856-96
Potassium Iodide, 30 g/L, 100 mL	343-32
Sodium Arsenite, 5 g/L, 100 mL	1047-32
Sodium Hydroxide.1 N, 100 mL	1045-32
Sulfuric Acid, 1 N, 100 mL	1270-32