

Chlorine Dioxide

DOC316.53.01021

Phương pháp DPD¹

(0.04 đến 5.00 mg/L)

Phương pháp 10126

Gói bột và AccuVac®

Phạm vi ứng dụng: nước, nước thải . USEPA chấp nhận cho báo cáo phân tích mẫu nước ăn uống.

¹ Theo phương pháp chuẩn trong kiểm tra nước và nước thải (Standard Method)

² Quy trình tương đương với phương pháp chuẩn, 18ed, 4500 ClO₂ D

Chuẩn bị thí nghiệm

Thông tin cụ thể cách sử dụng dụng cụ thí nghiệm

Bảng Thông tin cụ thể-dụng cụ thích nghiệm trình bày các yêu cầu khác nhau giữa các dụng cụ. Để sử dụng bảng này, chọn dụng cụ thí nghiệm sau đó đối chiếu sang ngang để tìm thông tin tương ứng cần thiết để thực hiện thí nghiệm.

Bảng 1 Thông tin thiết bị sử dụng

Instrument	Powder pillows			AccuVac Ampuls	
	Sample cell	Cell orientation	Adapter	Sample cell	Adapter
DR 5000	2495402	Fill line faces user	A23618	2427606	A23618
DR 2800	2495402	Fill line faces right	—	2122800	LZV584 (C)
DR 2700	2495402	Fill line faces right	—	2122800	LZV584 (C)
DR/2500	2427606	—	—	2427606	—
DR/2400	2427606	—	—	2427606	—

Trước khi làm thí nghiệm

Phân tích mẫu ngay lập tức vì chlorine dioxide là không ổn định và dễ bay hơi. Xem phần [Thu thập, bảo quản và lưu trữ mẫu](#).

Để có kết quả chính xác hơn, xác định một giá trị của mẫu trắng thuốc thử cho từng lô thuốc thử. Thực hiện theo quy trình phân tích sử dụng nước đã được khử clo thay cho mẫu. Trừ giá trị của mẫu trắng thuốc thử từ kết quả cuối cùng hoặc chọn chức năng điều chỉnh mẫu trắng thuốc thử trên máy.

Sau khi thêm thuốc thử DPD Free Chlorine vào mẫu, màu hồng sẽ phát triển nếu chlorine dioxide có mặt.

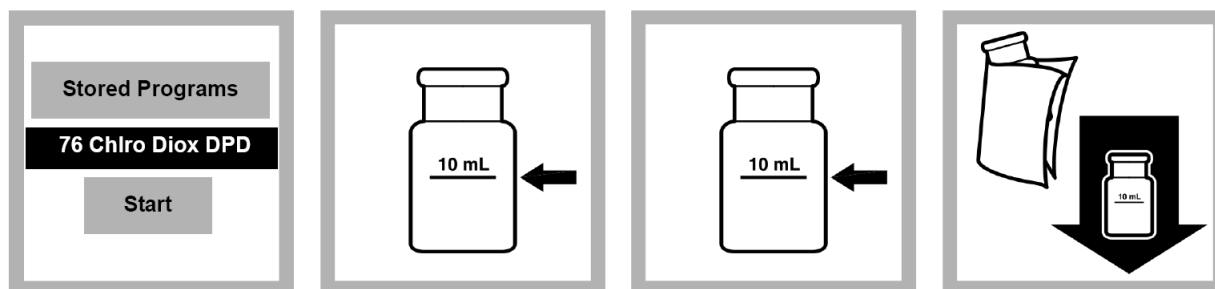
Nếu nồng độ Chlorine dioxide trong mẫu vượt quá giới hạn trên của thử nghiệm, màu sắc có thể phai nhạt hoặc các mẫu có thể chuyển sang màu vàng. Pha loãng mẫu với nước chất lượng cao không có nhu cầu chlorine và lặp lại thử nghiệm. Sự thất thoát Chlorine dioxide có thể xảy ra. Nhận kết quả bởi với hệ số pha loãng nếu có.

Các dụng cụ cần dùng

Description	Quantity
Powder Pillow Test:	
DPD Free Chlorine powder pillow, 10-mL	1
Glycine Reagent	4 drops
Sample cells (see Instrument-specific information)	2
Stopper for 18 mm tube	2
AccuVac Test:	
DPD Free Chlorine Reagent AccuVac® Ampuls	1
Glycine Reagent	16 drops
Beaker, 50-mL	1
Sample Cell (see Instrument-specific information)	1
Stopper for 18 mm tube	1

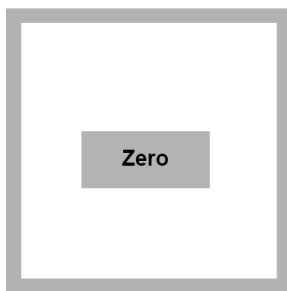
Xem [Danh mục các thiết bị và hóa chất có thể sử dụng và thay thế](#) để biết thêm thông tin

Phương pháp DPD, Powder Pillow

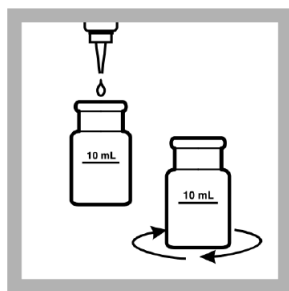


1. Chọn thí nghiệm. Chèn thiết bị tiếp hợp nếu cần xem bảng thông tin thiết bị.

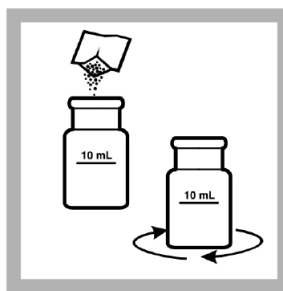
Tham khảo phần hướng dẫn sử dụng máy để định hướng.
2. **huẩn bị mẫu trắng:** đổ vào cốc đo 10ml mẫu. Đậy nắp cốc mẫu lại
3. **huẩn bị mẫu:** đổ vào cốc đo thứ 2 10mL mẫu, đóng nắp cốc mẫu lại
4. Sau cốc chứa mẫu trắng và đặt vào buồng đo



5. **Ấm ZERO**, màn hình hiện: 0.00mg/L CO₂



6. Thêm 4 giọt thuốc thử glycerin vào mẫu, xoay cốc để xáo trộn.



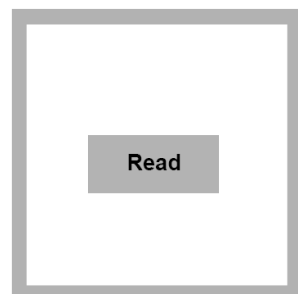
7. Thêm gói bột DPD Free Chlorine vào cốc mẫu đã chuẩn bị. Xoay cốc 20 giây để xáo trộn đều.



8. Hết 30 giây để những phần bột không tan ổn định. Sau đó thực hiện ngay bước 9

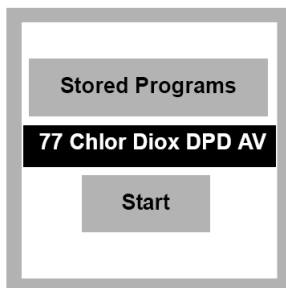


9. Trong vòng 1 phút thêm thuốc thử DPD, lau cốc mẫu và đặt vào buồng đo.



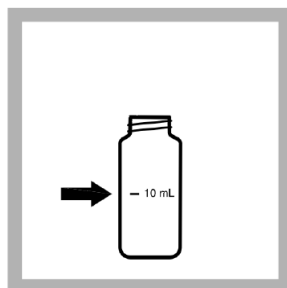
10. Nhấn READ đọc kết quả với đơn vị là mg/L ClO₂

Phương pháp DPD, AccuVac Ampuls



1. Chọn thí nghiệm. Chèn thiết bị tiếp hợp nếu cần xem bảng thông tin thiết bị.

Tham khảo phần hướng dẫn sử dụng máy để định hướng.

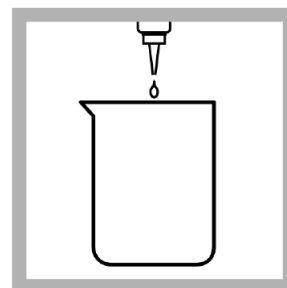


2. **Chuẩn bị mẫu trắng:** đổ vào cốc mẫu hình trụ 10ml mẫu.

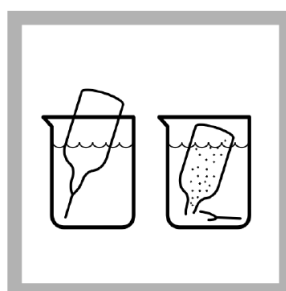


3. Lau bên ngoài cốc và đặt vào buồng đo.

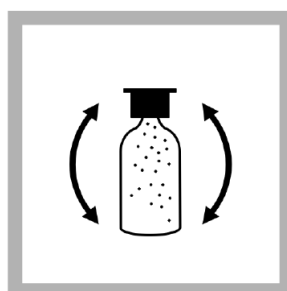
Bấm ZERO, màn hình hiện 0.00mg/L ClO₂



4. **Chuẩn bị mẫu:** đổ 40ml mẫu vào beaker loại 50mL, thêm 16 giọt thuốc thử glycerin. Xoay cốc để xáo trộn đều.



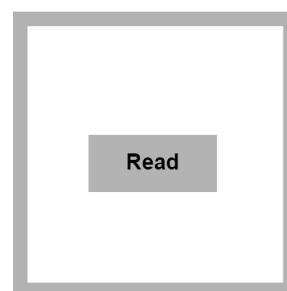
5. Bỏ đầu ống DPD Free Chlorine AccuVac Ampul để hút mẫu chứa trong beaker. Giữ cho đầu ống nhúng ngập hoàn toàn trong mẫu.



6. Nhanh chóng đảo ống nhiều lần. Chờ 30 giây cho các thành phần không tan ổn định



7. Trong một phút sau khi hút mẫu vào ống, lau bên ngoài ống và đặt vào buồng đo.



8. Nhấn READ đọc kết quả với đơn vị là mg/L ClO₂

Chất gây nhiễu

Bảng 2 Các chất gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu
Độ axit	Lớn hơn 150 mg / L CaCO ₃ . Có thể không phát triển đầy đủ màu sắc hoặc màu có thể phai mờ ngay lập tức. Trung hòa đến pH 6-7 với Sodium Hydroxide 1N. Xác định số lượng thêm vào mẫu riêng biệt sau đó thêm cùng một số lượng mẫu được thử nghiệm. Điều chỉnh thể tích bổ sung
Độ kiềm	Lớn hơn 120 mg / L CaCO ₃ . Có thể không phát triển đầy đủ màu sắc hoặc màu có thể phai mờ ngay lập tức. Trung hòa đến pH 6-7 với Sulfuric acid 1N. Xác định số lượng thêm vào mẫu riêng biệt sau đó thêm cùng một số lượng mẫu được thử nghiệm. Điều chỉnh thể tích bổ sung
Brôm, Br ₂	Gây nhiễu ở tất cả mức độ
Chlorine, Cl ₂	Có thể can thiệp ở mức độ lớn hơn 6 mg / L. Các glycine thêm vào có thể bù đắp cho sự này can thiệp.
Chloramines, hữu cơ	Có thể gây nhiễu
Tác nhân tạo bông	Mức cao của hầu hết các tác nhân tạo bông có thể được cho qua. Sự ảnh hưởng sẽ tác động nếu có mặt chlorine. Xem thông tin về kim loại trong bảng này. Trong sự hiện diện của 0.6 mg / L Cl ₂ , Al (SO ₄) ₃ (<500 mg / L) và FeCl ₂ (<200 mg / L) có thể được cho qua
Độ cứng	Không có ảnh hưởng khi ít hơn 1.000 mg / L CaCO ₃ .
I-ốt, I ₂	Gây nhiễu ở tất cả mức độ
Mangan, bị oxy hóa (Mn ⁴⁺ , Mn ⁷⁺) hoặc Chromium, oxy hóa (Cr ⁶⁺)	Oxy hóa mangan ở các mức độ. Oxy hóa crom ở mức độ lớn hơn 2 mg/L. Để loại bỏ các nhiễu chất can thiệp. 1. Điều chỉnh độ pH mẫu 6-7 2. Thêm 3 giọt Kali Iodide 1 (30 g / L) cho một mẫu 25 mL. 3. Trộn và chờ đợi một phút. 4. Thêm 3 giọt Sodium Arsenite 1, 2 (5 g / L) và trộn. 5. Phân tích 10 ml mẫu đã được hướng dẫn như mô tả trong quá trình. 6. Trừ các kết quả của thử nghiệm này từ những phân tích ban đầu để có được nồng độ clo dioxide chính xác
Kim loại	Các kim loại khác nhau có thể can thiệp bằng cách kết hợp với các glycine cần thiết để loại bỏ clo can thiệp. Can thiệp bằng kim loại được hạn chế trừ khi clo. Trong sự hiện diện của 0.6 mg / L Cl ₂ , cả hai đồng (> 10 mg / L) và nickel (> 50 mg / L) can thiệp. Các kim loại khác cũng có thể can thiệp, tùy thuộc vào khả năng của kim loại để ngăn chặn glycine từ phản ứng với bất kỳ Cl ₂ trong mẫu. kim loại có thể là cần thiết để thêm nhiều glycine để vượt qua sự can thiệp này
Monochloramine	Nguyên nhân kết quả đọc cao hơn. Khi đọc trong vòng 1 phút sau khi bổ sung, 3 mg / L monochloramine gây ra ít hơn, 0,1 ClO ₂ mg / L nên kết quả tăng lên trong kết quả đọc.
Peroxit	Có thể gây nhiễu

Mẫu có pH cao	Điều chỉnh độ pH 6-7
Mẫu có tính đệm cao	Điều chỉnh độ pH 6-7

Thu thập, chuẩn bị và bảo quản mẫu

Phân tích mẫu chlorine dioxide ngay lập tức sau khi thu thập mẫu. Chlorine dioxide là một tác nhân oxy hóa mạnh và không ổn định trong vùng nước tự nhiên. Chất này phản ứng nhanh chóng với hợp chất vô cơ khác nhau, nhưng oxy hóa các hợp chất hữu cơ thì chậm hơn. Nhiều yếu tố, bao gồm cả nồng độ chất phản ứng, ánh sáng mặt trời, độ pH, nhiệt độ và độ mặn ảnh hưởng đến sự phân hủy Chlorine dioxide trong nước.

Tránh các đồ đựng bằng nhựa bởi vì vật liệu này có thể bị chlorine dioxide phân hủy. Trước khi sử dụng hãy đựng mẫu trong chai thủy tinh, chai thủy tinh phải loại bỏ clo hoặc chlorine dioxide bằng cách ngâm trong thuốc tẩy pha loãng (1 ml thuốc tẩy thương mại vào 1 lít nước khử ion) cho ít nhất một giờ. Rửa thật sạch bằng nước cất hoặc nước khử ion. Nếu vật chứa mẫu đã được rửa kỹ bằng nước khử ion hoặc nước cất sau khi sử dụng, thì chỉ cần xử lý lại khi cần thiết.

Một lỗi phổ biến trong thử nghiệm với chlorine dioxide là không thu thập đúng mẫu đại diện. Nếu lấy mẫu từ vòi nước, để cho dòng nước chảy trong ít nhất 5 phút để đảm bảo có mẫu đại diện. Hãy để cho nước chảy tràn qua chai chứa mẫu nhiều lần, sau đó đậy nắp các chai chứa mẫu để không có khoảng không phía trên. Nếu lấy mẫu vào cốc mẫu, rửa sạch các cốc nhiều lần với mẫu, sau đó cẩn thận đổ 10 ml mẫu đến vạch định mức. Thực hiện các phân tích chlorine dioxide ngay lập tức.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp dung dịch chuẩn

Chuẩn bị chlorinedioxide chuẩn rất khó khăn và nguy hiểm. Ngoài ra, dung dịch chuẩn này dễ bay hơi và dễ gây nổ! Chỉ có nhà hóa học được đào tạo sử dụng thiết bị an toàn thích hợp và các biện pháp phòng ngừa mới thực hiện. Nhà sản xuất khuyên bạn không nên chuẩn bị chlorine dioxide chuẩn. Nếu sự chuẩn bị là cần thiết, xin vui lòng xem các hướng dẫn trong Những phương pháp tiêu chuẩn cho kiểm tra nước và nước thải, 4500-CLO₂ Chlorine Dioxide, ở phần "Dung dịch stock chlorine dioxide" và "Dung dịch chuẩn chlorine dioxide". Chuẩn bị 500mg/L Chlorine dioxide dung dịch chuẩn.

Hiệu quả phương pháp

Program	Instrument	Standard	Precision 95% Confidence Limits of Distribution	Sensitivity Concentration change per 0.010 Abs change
76	DR 5000	3.00 mg/L ClO ₂	2.89–3.11 mg/L ClO ₂	0.04 mg/L ClO ₂
	DR 2800	3.00 mg/L ClO ₂	2.89–3.11 mg/L ClO ₂	0.04 mg/L ClO ₂
	DR 2700	3.00 mg/L ClO ₂	2.89–3.11 mg/L ClO ₂	0.04 mg/L ClO ₂
	DR/2500	1.00 mg/L ClO ₂	0.95–1.05 mg/L ClO ₂	0.04 mg/L ClO ₂
	DR/2400	1.00 mg/L ClO ₂	0.95–1.05 mg/L ClO ₂	0.04 mg/L ClO ₂

Program	Instrument	Standard	Precision 95% Confidence Limits of Distribution	Sensitivity Concentration change per 0.010 Abs change
77	DR 5000	3.00 mg/L ClO ₂	2.91–3.09 mg/L ClO ₂	0.04 mg/L ClO ₂
	DR 2800	3.00 mg/L ClO ₂	2.91–3.09 mg/L ClO ₂	0.04 mg/L ClO ₂
	DR 2700	3.00 mg/L ClO ₂	2.91–3.09 mg/L ClO ₂	0.04 mg/L ClO ₂
	DR/2500	1.00 mg/L ClO ₂	0.95–1.05 mg/L ClO ₂	0.04 mg/L ClO ₂
	DR/2400	1.00 mg/L ClO ₂	0.95–1.05 mg/L ClO ₂	0.04 mg/L ClO ₂

Tóm tắt phương pháp

Chlorine dioxide phản ứng với DPD (N, N-diethyl-p-phenylenediamine) trong phạm vi của một phần năm tổng Chlorine có sẵn tương ứng sự khử Chlorine dioxide thành Chlorite tạo thành màu. Cường độ màu là tỷ lệ thuận với ClO₂ trong mẫu. Sự gây nhiễu bởi Chlorine được loại bỏ bằng cách thêm glycine, glycine chuyển đổi tự do clo thành acid chloroaminoacetic, nhưng không có ảnh hưởng đến chlorine dioxide ở pH của test. Kết quả được đo ở 530 nm.

Danh mục các thiết bị và hóa chất có thể sử dụng và thay thế

Thuốc thử sử dụng

Description	Quantity/Test	Unit	Catalog number
Chlorine Dioxide DPD/Glycine Reagent Set (100 tests), includes:			2770900
(1) DPD Free Chlorine Reagent Powder Pillows, 10-mL	1	100/pkg	2105569
(1) Glycine Reagent	4 drops	29 mL	2762133
OR			
Chlorine Dioxide DPD/Glycine AccuVac® Ampul Reagent Set (25 tests), includes:			2771000
(1) DPD Free Chlorine Reagent AccuVac® Ampuls	1	25/pkg	2502025
(1) Glycine Reagent	16 drops	29 mL	2762133

Dụng cụ sử dụng (Powder Pillow)

Description	Quantity/Test	Unit	Catalog number
Stopper	2	6/pkg	173106

Dụng cụ sử dụng (AccuVac)

Description	Quantity/Test	Unit	Catalog number
AccuVac Snapper	1	each	2405200
Beaker, 50-mL	1	each	50041H
Stopper	1	6/pkg	173106

Dung dịch chuẩn

Description	Unit	Catalog number
Chlorine Standard Solution, 10-mL Voluette® Ampule, 50–75 mg/L	16/pkg	1426810
Voluette Ampule Breaker, for 10-mL ampules	each	2196800
Water, organic-free	500 mL	2641549

Các hóa chất và dụng cụ tự chọn

Description	Unit	Catalog number
AccuVac Vials, for sample blanks	25/pkg	2677925
DPD Free Chlorine Reagent Powder Pillows, 10-mL	1000/pkg	2105528
DPD Free Chlorine Reagent Powder Pillows, 10-mL	300/pkg	2105503
Potassium Iodide, 30 g/L, 100 mL	each	34332
PourRite Ampule Breaker, for 2-mL ampules	each	2484600
Sodium Arsenite, 5 g/L, 100 mL	each	104732
Sodium Hydroxide, 1 N, 100 mL	each	104532
Standard Methods Book, most current edition	each	2270800
Stopper	25/pkg	173125
Sulfuric Acid, 1 N, 100 mL	each	127032

