

Phương pháp USEPA DPD¹
(0.05 đến 4.00 mg/L) as Cl₂

Phương pháp 10245
Gói dạng bột

Phạm vi ứng dụng: Thí nghiệm Clorin Tự do (acid hypochlorous và ion hypochlorite) trong nước, nước đã qua xử lý, nước ở cửa sông và nước biển. USEPA chấp thuận để báo cáo phân tích nước uống.²

¹ Dựa theo Các phương pháp chuẩn xét nghiệm nước và nước thải.
² Phương pháp tương đồng với USEPA và Phương pháp chuẩn 4500-Cl G áp dụng cho nước uống.

 Chuẩn bị cho 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 cụ thể-dụng cụ thí nghiệm

Thiết bị	Gói dạng bột (Power Pillow)	
	Cốc đựng mẫu	Adapter
DR 5000	2427606	A23618
DR 3800	2427606	LZV584 (C)
DR 2800	2427606	LZV584 (C)
DR 2700	2427606	LZV584 (C)

Trước khi bắt đầu thí nghiệm:

Nếu thí nghiệm vượt quá thang đo hoặc mẫu chuyển thành màu vàng sau khi cho thuốc thử thì cần pha loãng mẫu bằng một thể tích nước có nhu cầu Clorin tự do đã biết trước. Sự mất Clorin có thể sẽ xảy ra do sự pha loãng. Nhân kết quả với hệ số pha loãng. Ngoài ra, mẫu có nồng độ clorin cao có thể phân tích trực tiếp mà không cần pha loãng bằng cách sử dụng Phương pháp 10069, Clorin, Tự do HR.

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

Cốc đựng mẫu được trình bày chỉ là đại diện chung. Tham khảo bảng [Thông tin cụ thể-dụng cụ thí nghiệm](#) để chọn đúng bộ kết hợp Cốc đựng mẫu và adapter.

Không sử dụng cùng cốc đựng mẫu cho Clorin tự do và clorin tổng. Nếu có dấu vết của iodine từ thuốc thử clorin tổng hợp được mang qua xác định clorin tự do, monochloramine sẽ gây nhiễu. Tốt nhất là phân chia rõ ràng, từng cốc đựng mẫu sử dụng riêng cho việc xác định clorin tự do và tổng.

Để có được kết quả tốt nhất, thực hiện Điều chỉnh mẫu trắng thuốc thử bằng cách sử dụng nước khử ion hóa.

Không cần thiết phải để hòa tan hết tất cả các thuốc thử trong gói bột.

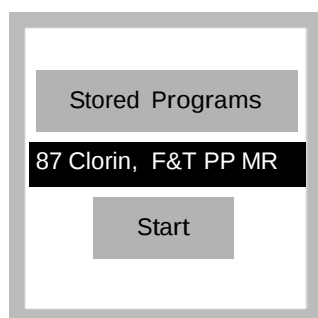
Nước lạnh có thể gây ra ngưng tụ trên cốc đựng mẫu trong suốt quá trình sản sinh ra màu. Kiểm nghiệm cốc đựng mẫu có bị ngưng tụ hay không trước khi tiến hành ghi nhận kết quả.

Thu thập các vật liệu sau:

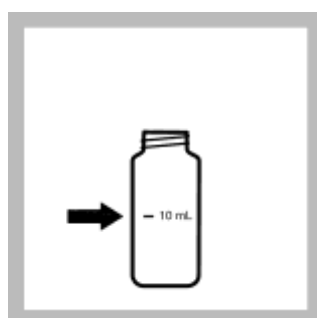
Mô tả	Số lượng
Thí nghiệm gói dạng bột:	
Gói dạng bột Thuốc thử Clorin Tự do DPD, 25-mL	1
Cốc đựng mẫu (xem Thông tin cụ thể-dụng cụ thí nghiệm)	2

Xem [Vật liệu bị tiêu hao và có thể thay thế](#) để biết thêm thông tin.

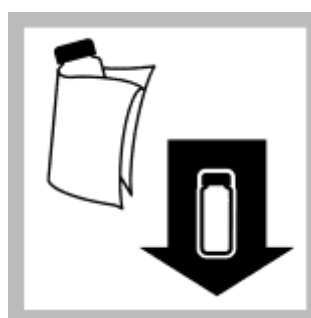
Quy trình thực hiện



1. Chọn thí nghiệm.
Gắn thêm adapter nếu cần (xem [Thông tin cụ thể-dụng cụ thí nghiệm](#)).
Tham khảo sách hướng dẫn sử dụng để định hướng thí nghiệm.



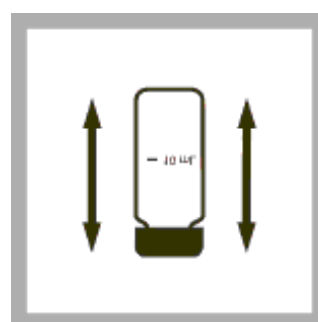
2. Chuẩn bị mẫu trắng:
Đổ vào cốc đựng mẫu 10 mL mẫu.



3. Lau cốc đựng mẫu trắng và đưa vào trong buồng đo.
Thiết lập cho thiết bị về ZERO. Màn hình sẽ hiển thị: 0.00 mg/L Cl₂



4. Mẫu được chuẩn bị:
Đổ 10 mL mẫu vào cốc đựng mẫu thứ 2.
Đổ Gói dạng bột Clorin tự do DPD dành cho 25mL mẫu vào cốc đựng mẫu.



5. Đậy nắp cốc đựng mẫu và đảo bình nhiều lần để trộn đều.
Nếu có clorin, sẽ có màu hồng xuất hiện. Ngay lập tức tiến hành bước 6.



6. Trong vòng 1 phút sau khi ch thuốc thử vào trong mẫu, đưa mẫu đã được chuẩn bị vào trong buồng đo.
Kết quả được hiển thị theo đơn vị mg/L Cl₂.

Các chất gây nhiễu

Bảng 2 Các chất và mức độ gây nhiễu

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu và cách khắc phục																									
Tính axit	Nhiều hơn 150 mg/L CaCO ₃ . Làm cho màu không tạo thành hoàn toàn hoặc tan ngay lập tức. Trung hòa thành pH 6–7 bằng 1 N Sodium Hydroxide. Xác định lượng đưa vào lượng mẫu xác định riêng biệt, sau đó thêm 1 lượng tương đương vào mẫu đang được thí nghiệm. Chỉnh sửa cho bổ sung thể tích.																									
Tính kiềm	Nhiều hơn 250 mg/L CaCO ₃ . Làm cho màu không tạo thành hoàn toàn hoặc tan ngay lập tức. Trung hòa thành pH 6–7 bằng 1 N Acid Sulfuric. Xác định lượng đưa vào lượng mẫu xác định riêng biệt, sau đó thêm 1 lượng tương đương vào mẫu đang được thí nghiệm. Chỉnh sửa cho bổ sung thể tích.																									
Bromine, Br ₂	Gây nhiễu ở mọi mức độ																									
Clorin Dioxide, ClO ₂	Gây nhiễu ở mọi mức độ																									
Chloramines, hữu cơ	Có thể gây nhiễu. Ngoài ra, để xác định Clorin Tự do mà không bị chloramines hữu cơ gây nhiễu, sử dụng Phương pháp 10241 đối với Clorin Tự do. Để biết thêm thông tin về thuốc thử và cách thức được sử dụng trong phương pháp, truy cập www.hach.com và tìm kiếm Phương pháp 10241.																									
Độ cứng	Không có ảnh hưởng ở mức độ thấp hơn 1000 mg/L as CaCO ₃																									
Iodine, I ₂	Gây nhiễu ở mọi mức độ																									
Manganese, Oxy hóa (Mn ⁴⁺ , Mn ⁷⁺) hoặc Chromium, Oxy hóa (Cr ⁶⁺)	1. Điều chỉnh độ pH của mẫu thành 6–7. 2. Thêm 3 giọt Potassium Iodide (30-g/L) vào 10-mL mẫu. 3. Trộn đều và chờ trong 1 phút. 4. Thêm 3 giọt Sodium Arsenite ¹ (5-g/L) trộn đều. 5. Phân tích 10 mL mẫu đã được xử lý theo mô tả của tiến trình bên trên. 6. Trừ các kết quả thí nghiệm này từ những phân tích ban đầu để có được nồng độ clorin chuẩn xác. Ngoài ra, để xác định Clorin Tự do mà không bị manganese gây nhiễu, sử dụng Phương pháp 10241 đối với Clorin Tự do. Để biết thêm thông tin về thuốc thử và cách thức được sử dụng trong phương pháp, truy cập www.hach.com và tìm kiếm Phương pháp 10241.																									
Monochloramine	Đối với việc khử Clorin Tự do thông thường(ngoài các điểm dừng), nồng độ monochloramine rất thấp. Nếu có monochloramine trong mẫu, sự gây nhiễu trong thí nghiệm Clorin Tự do sẽ thay đổi theo nhiệt độ, lượng tương đối của monochloramine và thời gian cần để phân tích. Mức độ gây nhiễu xấp xỉ của monochloramine trong thí nghiệm Clorin Tự do được liệt kê ở bảng dưới (đơn vị: mg/L Cl₂). <table><tr><th>NH₂Cl</th><th colspan="4">Sample Temperature °C (°F)</th></tr><tr><th>(as Cl₂)</th><th>5 (40)</th><th>10 (50)</th><th>20 (68)</th><th>30 (83)</th></tr><tr><td>1.2</td><td>0.2</td><td>0.2</td><td>0.3</td><td>0.3</td></tr><tr><td>2.5</td><td>0.4</td><td>0.5</td><td>0.6</td><td>0.6</td></tr><tr><td>3.5</td><td>0.5</td><td>0.6</td><td>0.7</td><td>0.8</td></tr></table> Ngoài ra, để xác định Clorin Tự do mà không bị monochloramine gây nhiễu, sử dụng Phương pháp 10241 đối với Clorin Tự do. Để biết thêm thông tin về thuốc thử và quá trình được sử dụng trong phương pháp, truy cập www.hach.com và tìm Phương pháp 10241.	NH ₂ Cl	Sample Temperature °C (°F)				(as Cl ₂)	5 (40)	10 (50)	20 (68)	30 (83)	1.2	0.2	0.2	0.3	0.3	2.5	0.4	0.5	0.6	0.6	3.5	0.5	0.6	0.7	0.8
NH ₂ Cl	Sample Temperature °C (°F)																									
(as Cl ₂)	5 (40)	10 (50)	20 (68)	30 (83)																						
1.2	0.2	0.2	0.3	0.3																						
2.5	0.4	0.5	0.6	0.6																						
3.5	0.5	0.6	0.7	0.8																						
Ozone	Gây nhiễu ở mọi mức độ																									
Peroxides	Có thể gây nhiễu																									

Bảng 2 Các chất và mức độ gây nhiễu (tiếp theo)

Chất gây nhiễu	Mức độ gây nhiễu và cách khắc phục
Mẫu có độ đậm cao hoặc độ pH cực cao	Điều chỉnh pH thành 6–7 bằng cách sử dụng acid (Sulfuric Acid, 1.000 N) hoặc base (Sodium Hydroxide, 1.00 N).

¹ Mẫu được xử lý bằng sodium arsenite để tránh gây nhiễu sẽ thải ra chất thải gây nguy hại theo quy định của Federal RCRA đối với arsenic (D004). Xem MSDS hiện tại để biết thêm thông tin về việc xử lý thích hợp các vật liệu gây hại.

Thu thập mẫu, bảo quản và lưu trữ

- Phân tích mẫu để tìm ra clorin ngay sau khi thu được. Clorin tự do là một tác nhân oxy hóa rất mạnh và không ổn định trong nước tự nhiên, phản ứng nhanh chóng với các hợp chất vô cơ khác nhau và oxy hóa chậm hơn với các hợp chất hữu cơ. Nhiều yếu tố ảnh hưởng tới sự phân hủy của Clorin tự do trong nước bao gồm nồng độ chất phản ứng, ánh sáng mặt trời, độ pH, nhiệt độ và độ mặn.
- Tránh sử dụng bình đựng plastic vì các bình này có thể hao clorin.
- Xử lý trước các bình thủy tinh đựng mẫu để loại bỏ nhu cầu clorin bằng cách ngâm trong dung dịch thuốc tẩy pha loãng (1 mL thuốc tẩy công nghiệp trong 1 lít nước khử ion hóa) trong ít nhất 1 giờ đồng hồ. Rửa kỹ với nước khử ion hóa hoặc nước cất. Nếu bình đựng mẫu được rửa kỹ bằng nước khử ion hóa hoặc nước cất, không cần thường xuyên xử lý trước các bình đựng.
- Một lỗi thường gặp trong kiểm tra sự có mặt của clorin là không có được mẫu đại diện. Nếu lấy mẫu từ vòi nước, để nước chảy trong vòng ít nhất 5 phút để đảm bảo có được mẫu đại diện chính xác. Để cho mẫu chảy tràn bình đựng nhiều lần, sau đó đậy nắp các bình đựng để không có không khí phía trên mẫu. Nếu lấy mẫu bằng cốc đựng mẫu, rửa sạch nhiều lần trước khi lấy mẫu, sau đó đổ vào cốc cẩn thận, cho tới mức 10-mL. Tiến hành phân tích clorin ngay lập tức.

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp bổ sung dung dịch chuẩn (mẫu được thêm chất chuẩn – sample spike)
Cần phải kiểm tra độ chuẩn xác:

- Ống Ampule dung dịch chuẩn Clorin, 25-30 mg/L Cl_2 hoặc 50-75 mg/L Cl_2
 - Bộ bình đựng, Voluette Ampules
 - Pipet nhỏ giọt, TenSette®, 0.1–1.0 mL
- Sau khi ghi nhận kết quả, bỏ cốc đựng mẫu (mẫu chưa được spike) vào trong thiết bị.
 - Lựa chọn bổ sung dung dịch chuẩn từ menu thiết bị:

Thiết bị	Điều hướng:
DR 5000	OPTIONS>MORE>STANDARD ADDITIONS
DR 3800	OPTIONS>MORE>STANDARD ADDITIONS
DR 2800	OPTIONS>MORE>STANDARD ADDITIONS
DR 2700	OPTIONS>MORE>STANDARD ADDITIONS

- Nhập vào giá trị nồng độ clorin được ghi trên các chứng nhận đi kèm theo ống Voluette ampules.
- Màn hình sẽ hiển thị tóm tắt quá trình bổ sung dung dịch chuẩn. Nhấn **OK** để chấp nhận giá trị mặc định nồng độ của dung dịch chuẩn, thể tích mẫu và thể tích mẫu spike. Sau khi chấp nhận các giá trị, giá trị ghi nhận được của mẫu chưa spike sẽ được hiển thị ở hàng đầu.

5. Mở một ống ampule Voluette chứa dung dịch chuẩn.
6. Chuẩn bị mẫu spike : thêm 0.1 mL, 0.2 mL và 0.3 mL dung dịch chuẩn vào 3 bình 10-mL mẫu sạch.
7. Thực hiện theo tiến trình đối với từng mẫu spike bắt đầu bằng mẫu spike 0.1 mL. Đo lường từng mẫu spike bằng thiết bị.
8. Chọn **GRAPH** để xem kết quả. Chọn **IDEAL LINE** (hoặc best-fit) để so sánh kết quả thêm vào dung dịch chuẩn với 100% độ phục hồi lý thuyết

Lưu ý: Nếu kết quả không nằm trong giới hạn chấp nhận được ($\pm 10\%$), đảm bảo rằng thể tích mẫu và mẫu spike được đo lường chính xác. Thể tích mẫu và mẫu spike được sử dụng phải phù hợp với các lựa chọn trong menu bổ sung dung dịch chuẩn. Nếu theo đúng tất cả tiến trình nhưng kết quả quá trình bổ sung dung dịch chuẩn không nằm trong giới hạn chấp nhận, mẫu thử có thể chứa chất gây nhiễu.

Kiểm chuẩn máy phân tích Clorin on-line

Tiến trình này có thể được sử dụng để đáp ứng các nhu cầu của Phương pháp 334.0 USEPA – Xác định Clorin dư trong nước uống bằng cách sử dụng Máy phân tích Clorin On-line. Tiến trình thực hiện và các yêu cầu tuân thủ theo Phương pháp 334.0EPA có thể tải về trực tiếp từ www.hach.com/method334

Hiệu năng phương pháp

Chương trình	Thiết bị	Dung dịch chuẩn	Độ chính xác 95% Giới hạn độ tin cậy của phân phối	Thay đổi độ nhạy nồng độ trên mỗi thay đổi với giá trị 0.010 Abs
87	DR 5000	2.07 mg/L Cl_2	2.03–2.11 mg/L Cl_2	0.02 mg/L Cl_2
	DR 3800	2.07 mg/L Cl_2	2.03–2.11 mg/L Cl_2	0.02 mg/L Cl_2
	DR 2800	2.07 mg/L Cl_2	2.03–2.11 mg/L Cl_2	0.02 mg/L Cl_2
	DR 2700	2.07 mg/L Cl_2	2.03–2.11 mg/L Cl_2	0.02 mg/L Cl_2

Tổng kết phương pháp

Clorin trong mẫu tồn tại dưới dạng acid hypochlorous hoặc ion hypochlorite (Clorin tự do hoặc clorin tự do có sẵn) sẽ lập tức phản ứng với chất chỉ thị DPD (N,N-diethyl-p-phenylenediamine) để tạo thành màu hồng, cường độ của màu hồng tỉ lệ thuận với nồng độ clorin. Kết quả thử nghiệm được đo tại 530 nm

Vật liệu bị tiêu hao và có thể thay thế

Thuốc thử cần thiết

Mô tả	Số lượng/kiểm tra	Đơn vị	Mã trong catalog
Gói dạng bột Thuốc thử Clorin Tự do DPD, 25-mL	1	100/pkg	1407099

Chất chuẩn đề xuất

Mô tả	Đơn vị	Mã trong catalog
Dung dịch chuẩn Clorin, 2-mL PourRite® Ampule, 25–30 mg/L	20/pkg	2630020
Voluette Ampule Breaker, 10-mL	/mỗi	2196800
PourRite Ampule breaker, 2-mL	/mỗi	2484600
Dung dịch chuẩn Clorin 2 mL PourRite Ampules 50-75 mg/L Cl ₂	20/pkg	1426820
Dung dịch chuẩn Clorin 10 mL Voluette Ampules 50-75 mg/L Cl ₂	16/pkg	1426810

Thuốc thử và thiết bị tùy chọn

Mô tả	Đơn vị	Mã trong catalog
Sodium Hydroxide, 1 N	100 mL	104532
Acid Sulfuric, 1 N	100 mL	127032
Potassium Iodide, 30-g/L	100 mL	34332
Sodium Arsenite, 5-g/L	100 mL	104732
Ống đo nhỏ giọt, TenSette®, Ống đo nhỏ giọt, 0.1 - 1.0 mL	/mỗi	1970001
Đầu vòi, sử dụng cho Ống đo nhỏ giọt TenSette 1970001 ¹	50/pkg	2185696
Đầu vòi, sử dụng cho Ống đo nhỏ giọt TenSette 1970001 ¹	1000/pkg	2185628
Giấy đo pH, thang đo pH từ 0 - 14 pH	100/pkg	2601300
Gói dạng bột Thuốc thử Clorin Tự do DPD, 25-mL	1000/pkg	1407028
Bộ dung dịch chuẩn trung cấp SpecCheck, Clorin DPD, MR	/mỗi	2980500
Nước, hữu cơ-tự do	500 mL	2641549
Dung dịch thuốc thử freechlor F, SCDB	50 mL	2964926
Gói Thuốc thử dạng bột Monochlor F	100/pkg	2802299

¹ Có sẵn các kích cỡ khác.



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION và ORDERING:
 In the U.S.A. – Call toll-tự do 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