

Chlorine, Free

Phương pháp 8021

Powder Pillows hay AccuVac® Ampuls

DPD Method¹
(0 đến 2.00 mg/L)

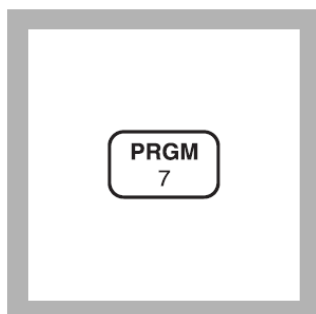
Phạm vi ứng dụng: nước, nước thải và nước biển.

USEPA chấp nhận dùng trong báo cáo phân tích cho nước uống và nước thải²

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

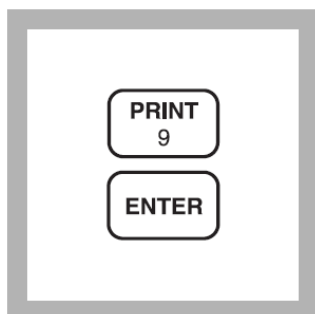
² Quy trình tương đương với phương pháp 330.5 và Standard Method 4500-Cl G dùng cho nước uống và nước thải.

Sử dụng gói bột Powder Pillows



1. Chọn chương trình phân tích clorin tổng đã cài đặt sẵn trong máy, sử dụng gói bột.
Nhấn phím: **PRGM**
Màn hình sẽ hiện: **PRGM ?**

Chú ý: Để có kết quả chính xác, thực hiện điều chỉnh mẫu trắng thuốc thử sử dụng nước khử ion (xem phần 1 của tài liệu)



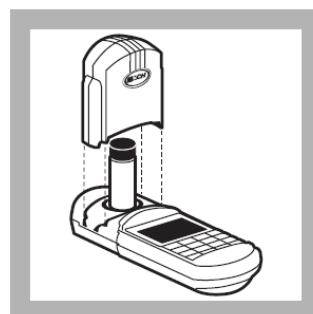
2. Nhấn: **9 ENTER**
Màn hình sẽ hiện **mg/L, Cl2** and biểu tượng **ZERO**



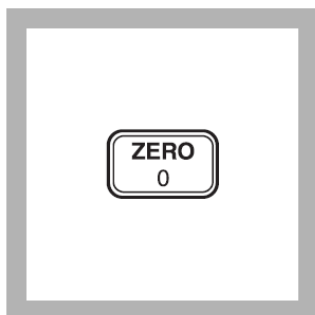
3. Đổ 10mL mẫu vào cell đo (dùng làm mẫu trắng)

Chú ý: mẫu phải được phân tích tức thì sau khi thu thập và không bảo quản mẫu để phân tích sau.

Chú ý: Có thể dùng dụng cụ SwiftTest Dispenser cho test Clorin tự do thay cho gói bột ở bước 7



4. Đặt mẫu trắng vào trong buồng chứa cell. Đậy nắp máy chặt để che sáng.

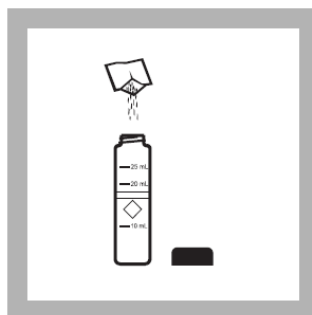


- 5. Nhấn ZERO**
Con trỏ sẽ di chuyển sang phải, sau đó màn hình hiển thị **0.00 mg/L Cl₂**

Chú ý: Nếu bật chức năng điều chỉnh mẫu trắng thuốc thử thì màn hình sẽ nhấp nháy. Xem phần 1

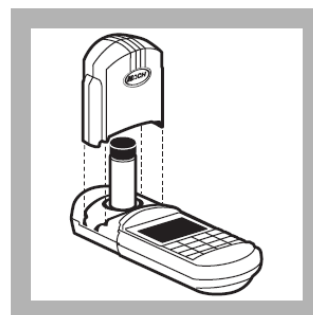


- 6. Đổ vào cell thứ hai 10mL mẫu.**



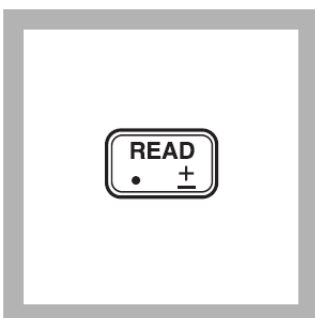
- 7. Cho một gói bột DPD Free Chlorine vào cell (mẫu chuẩn bị). Đậy nắp và lắc để thuốc thử xáo trộn đều.**

Chú ý: Màu hồng sẽ xuất hiện nếu có clorin tự do trong mẫu.



- 8. Đặt cell chứa mẫu phản ứng vào buồng đo ngay lập tức. Đậy chặt nắp máy để che sáng.**

Chú ý: Thực hiện bước 9 trong vòng 1 phút sau khi cho thuốc thử vào.



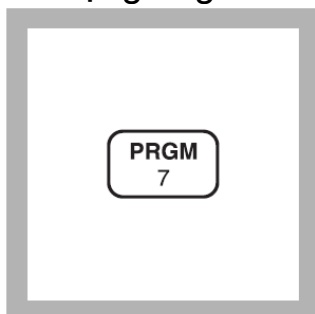
- 9. Nhấn: READ**

Con trỏ sẽ di chuyển sang phải, sau đó màn hình hiển thị tổng clorin **mg/L Cl₂**

Chú ý: Điều chỉnh đường chuẩn có thể thực hiện với dung dịch chuẩn được chuẩn bị (xem phần Điều chỉnh đường chuẩn ở phần 1 của tài liệu)

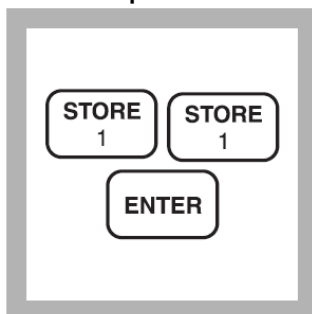
Chú ý: Nếu mẫu có màu vàng tạm thời sau khi bổ sung mẫu vào hoặc màn hình nhấp nháy "limit" thì cho biết nồng độ clorin cao. Pha loãng mẫu mới và lặp lại thí nghiệm. Một lượng nhỏ clorin có thể bị thất thoát trong quá trình pha loãng. Nhân kết quả cho hệ số pha loãng. Có thể đổi sử dụng chương trình # 8 để test clorin thang đo cao.

Sử dụng ống AccuVac® Ampuls

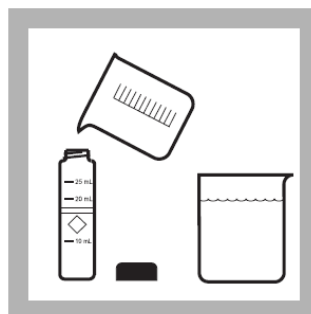


1. Chọn chương trình phân tích clorin tổng đã cài đặt sẵn trong máy, sử dụng AccuVac Ampul. Nhấn phím: **PRGM**. Màn hình sẽ hiện: **PRGM ?**

Chú ý: Để có kết quả chính xác, thực hiện điều chỉnh mẫu trắng thuốc thử sử dụng nước khử ion (xem phần 1 của tài liệu)

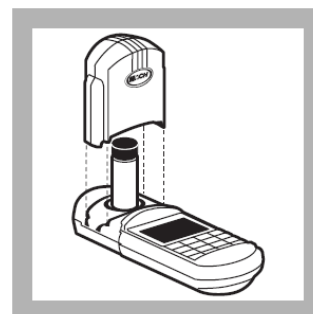


2. Nhấn: **11 ENTER**. Màn hình sẽ hiện **mg/L, Cl2** and biểu tượng **ZERO**

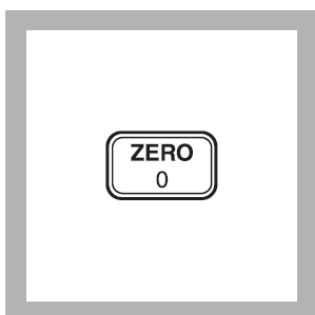


3. Đổ 10mL mẫu vào cell đo (dùng làm mẫu trắng). Lấy 40 mL mẫu đổ vào beaker 50mL.

Chú ý: mẫu phải được phân tích tức thì sau khi thu thập và không bảo quản mẫu để phân tích sau.

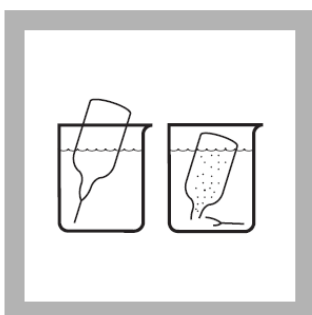


4. Đặt mẫu trắng vào trong buồng chứa cell. Đậy nắp máy chặt để che sáng.



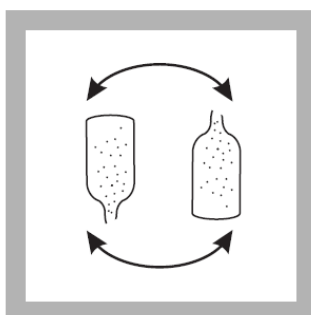
1. Nhấn **ZERO**. Con trỏ sẽ di chuyển sang phải, sau đó màn hình hiển thị **0.00 mg/L Cl2**

Chú ý: Nếu bật chức năng điều chỉnh mẫu trắng thuốc thử thì màn hình sẽ nhấp nháy "limit". Xem phần 1



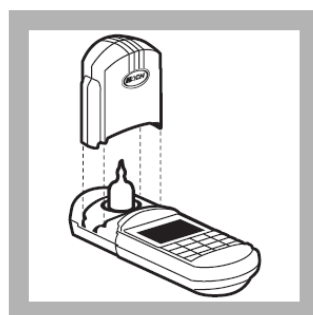
2. Làm đầy ống AccuVac DPD Free Chlorine bằng mẫu.

Chú ý: Giữ cho đầu ống nhúng chìm trong mẫu trong khi hút mẫu hoàn toàn.



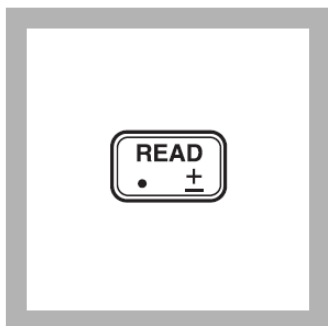
3. Đảo ống nhanh nhiều lần để xáo trộn đều với thuốc thử. Lau sạch đầu tay bên ngoài ống

Chú ý: Màu hồng sẽ xuất hiện nếu có clorin trong mẫu.



4. Đặt AccuVac Ampul chứa mẫu phản ứng vào buồng đo ngay lập tức. Đậy chặt nắp máy để che sáng.

Chú ý: Thực hiện bước 9 trong vòng 1 phút sau khi cho phản ứng thuốc thử.



10. Nhấn: READ

Con trỏ sẽ di chuyển sang phải, sau đó màn hình hiển thị tổng clorin **mg/L Cl₂**

Chú ý: Điều chỉnh đường chuẩn có thể thực hiện với dung dịch chuẩn được chuẩn bị (xem Phần 1 của tài liệu)

Chú ý: Nếu mẫu có màu vàng tạm thời sau khi bổ sung mẫu vào hoặc màn hình nhấp nháy “limit” thì cho biết nồng độ clorin cao. Pha loãng mẫu mới và lặp lại thí nghiệm. Một lượng nhỏ clorin có thể bị thất thoát trong quá trình pha loãng. Nhân kết quả cho hệ số pha loãng; xem phần 1.

Thu thập mẫu và bảo quản

Phân tích mẫu ngay sau khi thu thập. Clorin 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 Clorin tự do trong nước.

Tránh dùng thùng chứa bằng nhựa vì nhựa 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 clo tự do. Nếu có vết iodide từ thuốc thử tổng clorin thì sẽ làm cản trở khi đo clorin tự do bởi monochloramine. Tốt nhất là sử dụng riêng trong xác định clorin tự do và clorin tổng.

Sai số thường gặp khi thí nghiệm clorin 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)

- a) Bể đầu ống ampul dung dịch chuẩn Clorin thang đo thấp
- b) Sử dụng TenSette Pipet để lấy 0.1mL dung dịch chuẩn cho vào mẫu đã phản ứng (mẫu spike). Lắc đều để xáo trộn
- c) Zero lại máy bằng mẫu nguyên thủy (mẫu trắng)
- d) Đặt mẫu spike vào trong buồng chứa cell và nhấn READ. Ghi lại kết quả.
- e) Tính nồng độ của clorin bổ sung vào mẫu:

$$\text{mg/L Clorin bổ sung} = \frac{0.1 (\text{thể tích dung dịch chuẩn bổ sung}) \times \text{giá trị dung dịch chuẩn} (\frac{\text{mg}}{\text{L}} \text{Cl}_2)}{10.1 (\text{thể tích mẫu} + \text{thể tích dung dịch chuẩn})}$$

- f) Kết quả mẫu spike (bước d) phải phản ánh kết quả là tổng giá trị của mẫu và giá trị tính ở bước e.
- g) Nếu độ tăng không đúng, xem phần Bổ sung dung dịch chuẩn ở phần 1 của tài liệu để có thêm thông tin.

Phương pháp dung dịch chuẩn (sử dụng AccuVac Ampul)

- a) Bể đầu ống ampul dung dịch chuẩn Clorin thang đo thấp
- b) Sử dụng bình đong định mức để lấy 25 mL mẫu cho vào hai beaker.
- c) Sử dụng TenSette Pipet để lấy 0.2mL dung dịch chuẩn cho vào mỗi beaker (đây là mẫu spike). Lắc đều để xáo trộn
- d) Hút đầy mẫu spike vào DPD Free Chlorine AccuVac từ mỗi beaker
- e) Đo mẫu spike và mẫu chưa spike theo các bước phân tích ở trên.
- e) Tính nồng độ của clorin bổ sung vào mẫu:

$$\text{mg/L Clorin bổ sung} = \frac{0.2 (\text{thể tích dung dịch chuẩn bổ sung}) \times \text{giá trị dung dịch chuẩn} (\frac{\text{mg}}{\text{L}} \text{Cl}_2)}{25.2 (\text{thể tích mẫu} + \text{thể tích dung dịch chuẩn})}$$

- f) Kết quả mẫu spike phải phản ánh kết quả là tổng giá trị của mẫu và giá trị tính ở bước f
- g) Nếu độ tăng không đúng, xem phần Bổ sung dung dịch chuẩn ở phần 1 của tài liệu để có thêm thông tin.

Hiệu quả phương pháp

Độ chính xác

Trong một phòng thí nghiệm độc lập, sử dụng dung dịch chuẩn 1.00 mg/L Cl_2 và lấy đại diện từ hai lô thuốc thử để phân tích, người thực hiện độc lập thu được độ lệch chuẩn là ± 0.01 mg/L Cl_2 .

Trong một phòng thí nghiệm độc lập, sử dụng dung dịch chuẩn 1.00 mg/L Cl_2 và lấy đại diện từ hai lô thuốc thử AccuVac để phân tích, người thực hiện độc lập thu được độ lệch chuẩn là ± 0.01 mg/L Cl_2 .

Giới hạn phát hiện (EDL)

EDL đối với chương trình 9 và 11 là 0.02 mg/L Cl_2 . Để có thêm thông tin về cách xác định và sử dụng giới hạn phát hiện của Hach, xem phần 1 của tài liệu.

Ngăn ngừa ô nhiễm và quản lý chất thải

Mẫu được xử lý bằng Sodium Arsenite để hạn chế chất gây nhiễu là mangan và crom sẽ là chất thải nguy hại bị kiểm soát bởi Federal RCRA cho Asenic (D004). Vui lòng xem hướng dẫn việc thải bỏ đúng cách ở Phần 3 của tài liệu Các quy trình phân tích của máy DR890.

Các chất cản trở

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. (Xem phần điều chỉnh thể tích bổ sung ở phần 1)
Độ kiềm	Lớn hơn 300 mg/L CaCO_3 . Có thể không tạo màu hoàn toàn hoặc chỉ có màu nhất thời. Trung hòa bằng 1N H_2SO_4 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. (Xem phần điều chỉnh thể tích bổ sung ở phần 1)
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+}) hoặc	Điều chỉnh mẫu để có pH 6–7. Cho 3 giọt KI ¹ (30-g/L) vào 10-mL mẫu.

Chromium, Oxidized (Cr6+)	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.
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. Xem Chất gây nhiễu ở phần 1

Tóm tắt phương pháp

Chlorine tự do tồn tại dưới dạng axit hypochlorous hoặc ion hypochloride (chlorine tự do) sẽ phản ứng tức thì với chất chỉ thị DPD (N,N-diethyl-p-phenylenediamine) tạo màu đỏ, cường độ màu sẽ tỉ lệ thuận với nồng độ Chlorine.

Danh mục thay thế và tiêu thụ

Thuốc thử và dụng cụ cần thiết (sử dụng gói bột)

Quantity Required			
Description	Per Test	Unit	Cat. No.
DPD Free Chlorine Powder Pillows, 10 mL.....	1 pillow	100/pkg.....	21055-69
Sample Cell, 10, 20, 25 mL, w/ cap.....	2	6/pkg.....	24019-06

Thuốc thử và dụng cụ cần thiết (sử dụng AccuVac)

DPD Free Chlorine Reagent AccuVac Ampuls	1 ampul	25/pkg.....	25020-25
Beaker, 50 mL	1	each.....	500-41H

Các thuốc thử tùy chọn

Description	Unit	Cat. No.
Chlorine Standard Solution, PourRite ampule, 25-30 mg/L, 2 mL	20/pkg.....	26300-20
DPD Free Chlorine Reagent, SwifTest.....	250 tests.....	28023-00
Potassium Iodide Solution, 30 g/L	100 mL* MDB.....	343-32
Sodium Arsenite, 5 g/L	100 mL* MDB	1047-32
Sodium Hydroxide Standard Solution, 1.000 N	100 mL* MDB.....	1045-32
Sulfuric Acid Standard Solution, 1.000 N	100 mL* MDB.....	1270-32
Water, deionized.....	4L	272-56

Dụng cụ tùy chọn

AccuVac Snapper Kit.....	each.....	24052-00
Cylinder, graduated, 25 mL	each.....	508-40
pH Meter, <i>sens^{ion}</i> TM 1, portable, with electrode	each.....	51700-10
pH Paper, 1 to 11 pH units.....	5 rolls/pkg.....	391-33
Pipet, TenSette, 0.1 to 1.0 mL	each.....	19700-01
Pipet Tips, for 19700-01 TenSette Pipet	50/pkg..	21856-96Pipet
Tips, for 19700-01 TenSette Pipet	1000/pkg.....	21856-28
PourRite Ampule Breaker.....	each.....	24846-00