

Chlorine, Total

Phương pháp 8167

Powder Pillows hay AccuVac® Ampuls

DPD Method¹
(0 đến 2.00 mg/L)

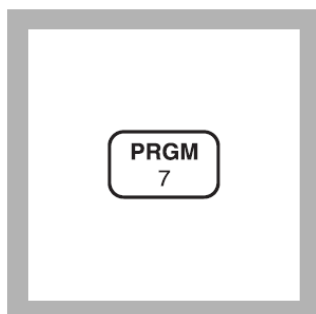
Phạm vi ứng dụng: nước, nước thải và nước biển.

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.

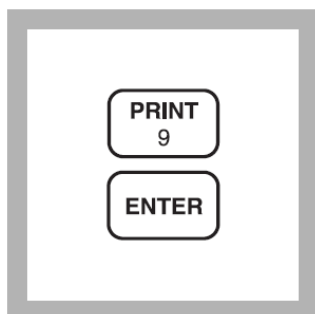
² Quy trình tương đương với phương pháp 330.5 và Standard Method 4500-Cl G dùng cho nước uống và nước thải.

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)

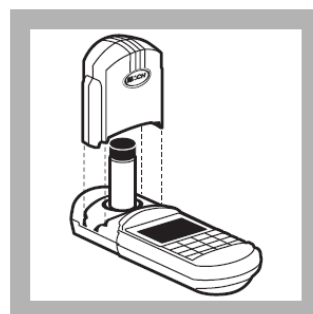


2. Nhấn: **9 ENTER**
Màn hình sẽ hiện **mg/L, Cl2** and biểu tượng **ZERO**

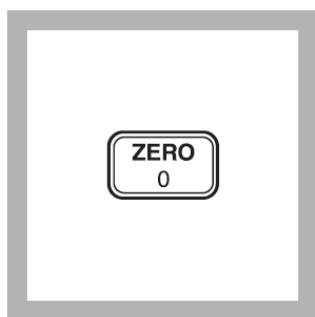


3. Đổ 10mL mẫu vào cell đo (dùng làm mẫu trắng)

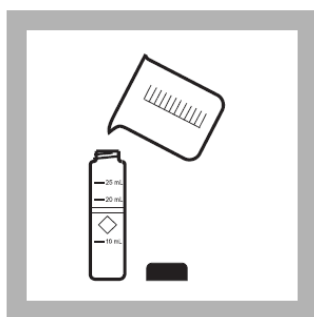
Chú ý: mẫu phải được phân tích tức thì sau khi thu thập và không bảo quản mẫu để phân tích sau.



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**

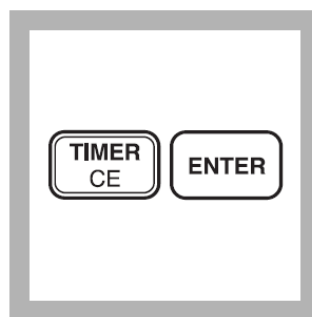


6. Đổ vào cell thứ hai 10mL mẫu.



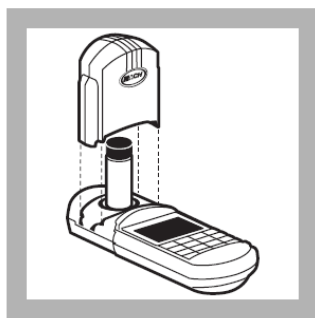
7. Cho một gói bột DPD Total Chlorine vào cell (mẫu chuẩn bị). Đậy nắp và lắc đều thuốc thử xáo trộn đều.

Chú ý: Không nhất thiết thuốc thử phải hòa tan hết hoàn toàn.

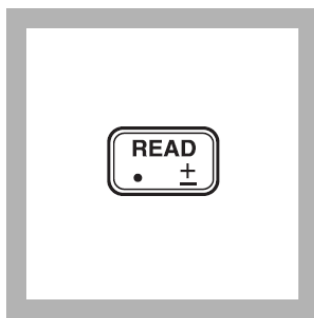


8. Nhấn: **TIMER ENTER**
3 phút phản ứng, bắt đầu. Màu hồng để xuất hiện nếu có clorin trong mẫu.

Chú ý: Có thể dùng dụng cụ SwifTest Dispenser cho test Clorin tổng thay cho gói bột ở bước 7



9. Sau tiếng bíp, đặt cell chứa mẫu phản ứng vào buồng đo. Đậy chặt nắp máy để che sáng.

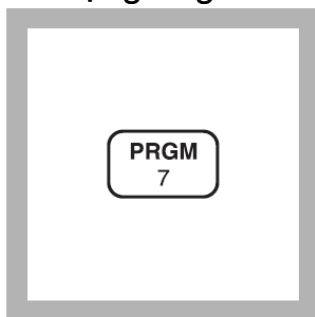


10. Nhấn: **READ**
Con trỏ sẽ di chuyển sang phải, sau đó màn hình hiển thị tổng clorin **mg/L Cl₂**

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.

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)

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)

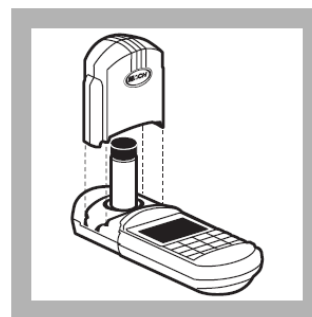


2. Nhấn: **11 ENTER**. Màn hình sẽ hiện **mg/L, Cl2** and biểu tượng **ZERO**

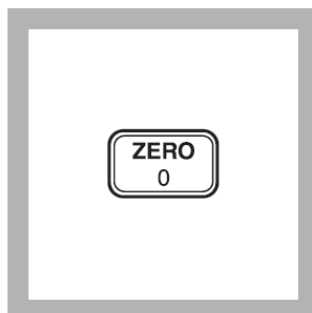


3. Đổ 10mL mẫu vào cell đo (dùng làm mẫu trắng). Lấy 40 mL mẫu đổ vào beaker 50mL.

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

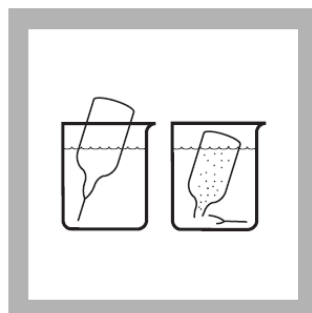


4. Đặt mẫu trắng vào trong buồng chứa cell. Đậy nắp máy chặt để che sáng.



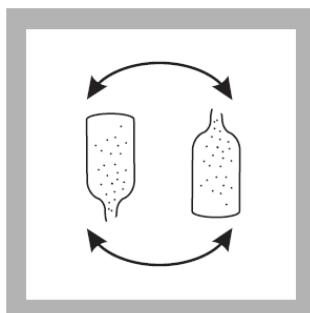
1. Nhấn ZERO. Con trỏ sẽ di chuyển sang phải, sau đó màn hình hiển thị **0.00 mg/L Cl2**

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



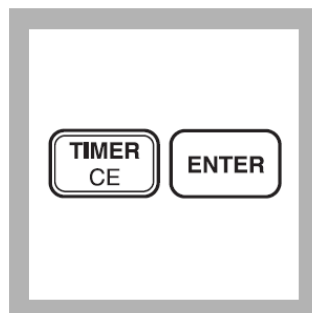
2. Làm đầy ống AccuVac DPD Total Chlorine bằng mẫu.

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 bên ngoài ống

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

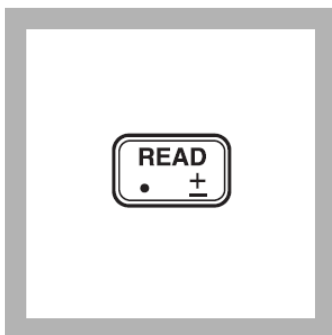


4. Nhấn: **TIMER ENTER**. 3 phút phản ứng, bắt đầu.

"limit". Xem phần 1



9. Sau tiếng bíp, đặt AccVac Ampul chứa mẫu phản ứng vào buồng đo. Đậy chặt nắp máy để che sáng.



10. Nhấn: READ
Con trỏ sẽ di chuyển sang phải, sau đó màn hình hiển thị tổng clorin mg/L Cl_2

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. Nhận kết quả cho hệ số pha loãng.

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

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 Total 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

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.

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 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.
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

Clorin có thể hiện diện trong nước ở dạng chlorine tự do hay chlorine kết hợp. Cả hai thể có thể cùng tồn tại trong nước và có thể xác định qua tổng chlorine. Chlorine tự do tồn tại dưới dạng axit hypochlorous hoặc ion hypochloride. Chlorine kết hợp tồn tại ở dạng monochloramine, dichloramine, nitrogen trichloride và các dẫn xuất chloro khác. Các chlorine kết hợp oxy hóa iodide trong thuốc thử thành iodine. Iodine và 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 Clorin tổng. Để xác định nồng độ của chlorine kết hợp, chạy thí nghiệm xác định chlorine tự do riêng. Lấy giá trị chlorine tổng trừ đi giá trị chlorine tự do sẽ biết được nồng độ của chlorine kết hợp.

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.

Danh mục thay thế và tiêu thụ

Thuốc thử cần thiết (sử dụng gói bột)

Description	Qty/Test	Unit	Cat. No.
DPD Total Chlorine Reagent Powder Pillows	1 pillow	100/pkg.....	21056-69
Sample Cell, 10-20-25 mL, w/caps	2	6/pkg.....	24019-06

Thuốc thử cần thiết (sử dụng AccuVac)

DPD Total Chlorine Reagent AccuVac Ampuls	1 ampul	25/pkg.....	25030-25
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 Cl ₂	20/pkg.....	26300-20
DPD Total Chlorine Reagent, SwifTest	250 tests.....	28024-00
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 N	100 mL* MDB.....	1045-32
Sulfuric Acid Standard Solution, 1 N	100 mL* MDB.....	1270-32
Water, deionized.....	4 L.....	272-56

Dụng cụ tùy chọn

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

