

DPD Method¹

Phương pháp 8016

0.05 đến 4.50 mg/L Br₂

Dạng gói bột hoặc ống AccuVac®

Phạm vi ứng dụng: Dùng để kiểm tra brom tồn dư (bao gồm hypobromite, hypobromous acid và bromamines) được sử dụng như là chất diệt khuẩn trong nước quy trình, nước đã xử lý, nước cửa sông và nước biển.

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



Chuẩn bị thí nghiệm

Thông tin thiết bị thí nghiệm

Bảng 1 cung cấp thông tin cốc đo và yêu cầu hướng đặt cho các test thuốc thử bỏ vào mẫu như test gói dạng bột hoặc test thuốc thử pha chế. Bảng 2 cung cấp thông tin cốc đo và adapter yêu cầu cho test AccuVac Ampul. Bảng này cũng cho thông tin của tất cả thiết bị có chương trình cho test này.

Để sử dụng bảng này, chọn thiết bị thí nghiệm sau đó đối chiếu sang hàng ngang để tìm thông tin tương ứng cần thiết để thực hiện thí nghiệm.

Bảng 1 Thông tin thiết bị thí nghiệm

Thiết bị	Hướng đặt cell đo	Cell đo
DR 6000 DR 3800 DR 2800 DR 2700 DR 1900	Đường vạch định mức hướng phải	2495402 
DR 5000 DR 3900	Đường vạch định mức hướng về phía người sử dụng	
DR 900	Dấu vạch định mức hướng về phía người sử dụng	2401906 

Bảng 2 Thông tin thiết bị thí nghiệm cho test AccuVac Ampul

Thiết bị	Hướng đặt cell đo	Cell đo
DR 6000 DR 5000 DR 900	-	2427606 
DR 3900	LZV846 (A)	
DR 1900	9609900 or 9609800 (C)	
DR 3800 DR 2800 DR 2700	LZV584 (C)	2122800 

Trước khi bắt đầu thí nghiệm:

Mẫu phải được phân tích tức thì sau khi thu thập và không được bảo quản để phân tích sau
Đậy nắp che buồng đo trên máy DR900 trước khi nhấn ZERO hoặc READ
Để cho kết quả tốt nhất, thực hiện xác định mẫu trắng thuốc thử cho từng lô thuốc thử mới. Thay thế mẫu bằng nước khử ion trong các bước thí nghiệm để xác định giá trị mẫu trắng thuốc thử. Trừ giá trị này vào kết quả của mẫu tự động với chức năng điều chỉnh mẫu trắng thuốc thử.
Xem qua Bảng thông tin an toàn hóa chất (MSDS/SDS) đối với các hóa chất sử dụng. Khuyến cáo nên sử dụng dụng cụ bảo hộ cá nhân.
Thải bỏ các dung dịch đã phản ứng theo quy định của địa phương, bang và liên bang. Tham khảo Bảng thông tin an toàn hóa chất để có thông tin về thải bỏ đối với các thuốc thử không sử dụng. Tham khảo từ nhân viên phụ trách về Môi trường, An toàn và Sức khỏe của công ty và các cơ quan quản lý địa phương để có thông tin thêm về việc thải bỏ hóa chất.

Thu thập các dụng cụ, hóa chất sau:

Gói dạng bột

Mô tả	Số lượng
DPD Total Chlorine Reagent Powder Pillow, 10-mL	1
Cốc đo (xem Thông tin thiết bị thí nghiệm)	2

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

AccuVac Ampul

Mô tả	Số lượng
DPD Total Chlorine Reagent AccuVac® Ampul	1
Beaker, 50-mL	1
Cốc đo (xem Thông tin thiết bị thí nghiệm)	1
Nút chặn cho ống 18mm và AccuVac ampul	1

Thu thập và bảo quản mẫu

Phân tích mẫu để xác định bromine phải thực hiện tức thì sau khi lấy mẫu

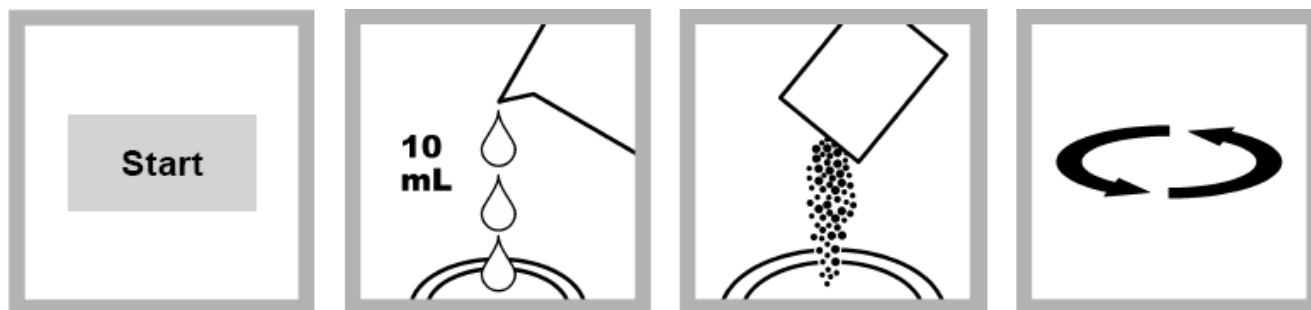
Bromine là một tác nhân oxy hóa rất mạnh và không ổn định trong nước tự nhiên. Bromine phản ứng nhanh chóng với các hợp chất vô cơ khác nhau và oxy hóa chậm hơn với các hợp chất hữu cơ. Nhiều yếu tố ảnh hưởng tới sự phân hủy của Bromine trong nước bao gồm nồng độ chất phản ứng, ánh sáng mặt trời, độ pH, nhiệt độ và độ mặn.

Thu thập mẫu trong bình thủy tinh sạch. Không dùng bình nhựa vì các bình này có thể có nhu cầu Bromine lớn.

Tiền xử lý trước các bình thủy tinh đựng mẫu để loại bỏ nhu cầu bromine. Ngâm bình trong dung dịch thuốc tẩy pha loãng (1 mL thuốc tẩy thương mại trong 1 lít nước khử ion) trong ít nhất 1 giờ đồng hồ. Rửa kỹ với nước khử ion hoặc nước cất. Nếu bình đựng mẫu được rửa kỹ bằng nước khử ion hoặc nước cất, không cần thường xuyên xử lý trước các bình đựng.

Đảm bảo lấy 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 trong bình đựng nhiều lần, sau đó đậy nắp các bình đựng để không có không khí phía trên mẫu.

Quy trình dành cho gói dạng bột



1. Chọn khởi động chương trình **50, Bromine**. Để có thông tin cốc đo, adapter hoặc miếng chặn sáng, tham khảo thông tin thiết bị ở trang 1.

2. Đổ 10mL mẫu vào cốc đo

3. Chuẩn bị mẫu:
Cho 1 gói bột vào cốc mẫu

4. Đảo cốc đo để xáo trộn đều.

Màu hồng sẽ xuất hiện nếu có Bromine trong mẫu.

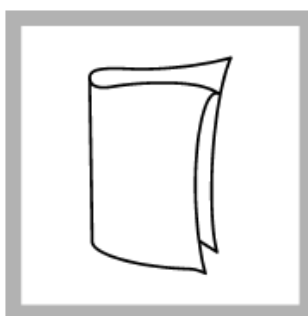
Chú ý: Mặc dù tên chương trình có thể khác nhau giữa các thiết bị nhưng số của chương trình là không thay đổi.



5. Khởi động đồng hồ đếm ngược. Ba phút phản ứng bắt đầu. Máy có thể được đọc zero với cốc đo chứa mẫu trắng trong khi chờ phản ứng kết thúc.



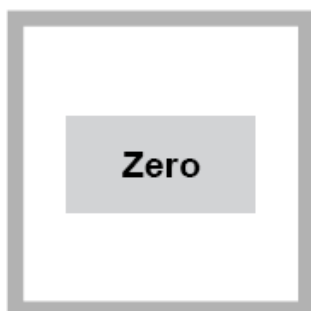
6. **Chuẩn bị mẫu trắng:**
Đổ 10mL nước khử ion vào cốc đo



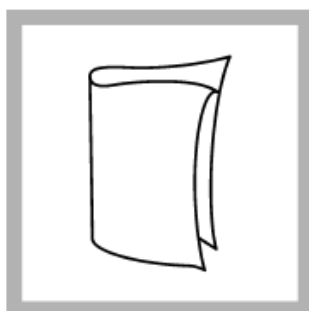
7. Lau sạch bên ngoài cốc



8. Đặt mẫu trắng vào buồng đo



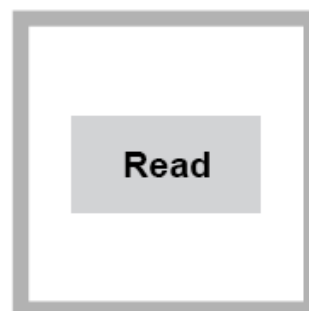
9. ZERO máy. Màn hình hiển thị: 0.00 mg/L Br₂



10. Lau sạch bên ngoài cốc chứa mẫu

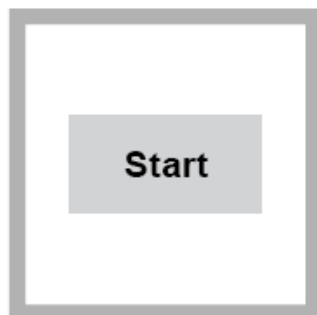


11. Trong vòng 3 phút sau khi hết thời gian phản ứng, đặt cốc đo vào buồng đo



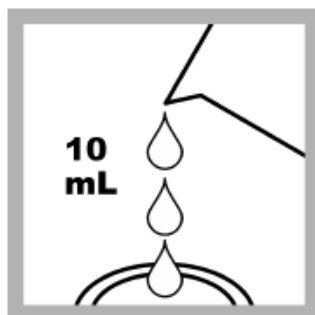
12. Nhấn READ. Kết quả hiển thị là mg/L Br₂.

Quy trình dành cho ống AccuVac



1. Chọn khởi động chương trình **55, Bromine AV**. Để có thông tin cốc đo, adapter hoặc miếng chặn sáng, tham khảo thông tin thiết bị ở trang 1.

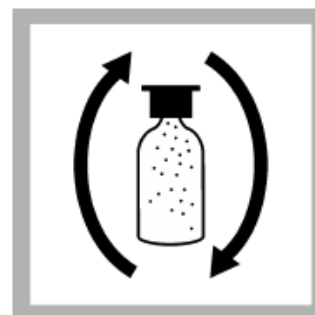
Chú ý: Mặc dù tên chương trình có thể khác nhau giữa các thiết bị nhưng số của chương trình là không thay đổi.



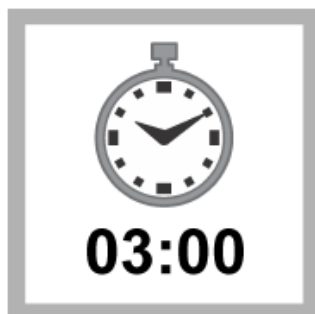
2. **Chuẩn bị mẫu trắng:** Đổ 10mL mẫu vào cốc đo



3. **Chuẩn bị mẫu:** Lấy ít nhất 40mL mẫu vào beaker 50mL. Làm đầy ống AccuVac với mẫu. Giữ đầu ống ngập trong mẫu khi làm đầy ống AccuVac hoàn toàn.

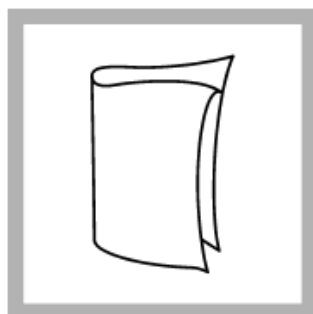


4. Đảo nhanh ống AccuVac nhiều lần để xáo trộn đều. Màu hồng sẽ xuất hiện nếu Bromine có trong mẫu.



5. Khởi động đồng hồ đếm ngược. Ba phút phản ứng bắt đầu.

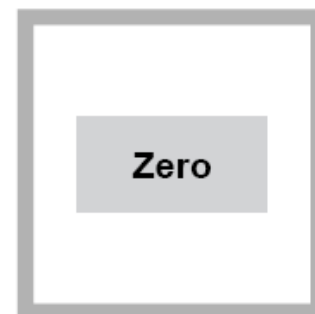
Máy có thể được đọc zero với cốc đo chứa mẫu trắng trong khi chờ phản ứng kết thúc.



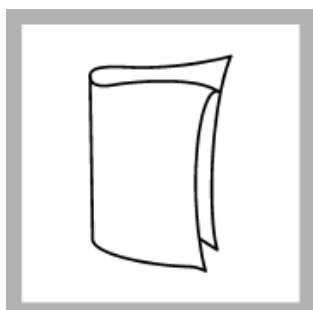
6. Lau sạch bên ngoài cốc chứa mẫu trắng



7. Đặt mẫu trắng vào buồng đo



8. Nhấn ZERO. Màn hình hiển thị 0.00 mg/L Br₂



9. Lau sạch bên ngoài ống AccuVac



10. Trong vòng 3 phút sau khi hết thời gian phản ứng, đặt ống AccuVac vào buồng đo



11. Nhấn READ. Kết quả hiển thị mg/L Br₂

Chất gây nhiễu

Chất cản trở	Mức độ gây nhiễu
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. Điều chỉnh kết quả test nếu có sự pha loãng cho bổ sung thể 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 ₂ SO 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. Điều chỉnh kết quả test nếu có sự pha loãng cho bổ sung thể tích.
Chlorine, Cl ₂	Gây nhiễu dương
Chlorine Dioxide, ClO ₂	Gây nhiễu dương
Chloramines, hữu cơ	Có thể gây nhiễu dương
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	Tiền xử lý mẫu theo các bước sau: 1. Điều chỉnh mẫu để có pH 6–7. 2. Cho 3 giọt KI ¹ (30-g/L) vào 25-mL mẫu.

(Cr6+)	3. Xáo trộn đều và đợi trong 1 phút. 4. Cho 3 giọt NaAsO₂¹ (5-g/L) và trộn đều. 5. Phân tích 10 mL mẫu đã xử lý theo quy trình mô tả ở trên. 6. Lấy kết quả từ thí nghiệm ban đầu trừ đi kết quả này để có nồng độ bromine chính xác.
Monochloramine	Gây nhiễu dương
Ozone	Tất cả mức đều cản trở
Peroxides	Có thể gây nhiễu dương
Mẫu có pH cực thấp hoặc có khả năng đệm cao	Có thể ngăn ngừa bằng điều chỉnh pH của mẫu với thuốc thử. Cần tiền xử lý mẫu. Điều chỉnh pH 6–7 bằng axit (H ₂ SO ₄ ¹ , 1.000 N) hay bazơ (NaOH ¹ , 1.00 N). Điều chỉnh kết quả test nếu có sự pha loãng cho bổ sung thể tích.

¹ 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.

Hiệu quả phương pháp

Dữ liệu hiệu quả của phương pháp theo kết quả thu được từ các kiểm nghiệm phòng thí nghiệm thực hiện trên một máy quang phổ trong điều kiện thí nghiệm lý tưởng. Người sử dụng có thể thu được kết quả khác dưới điều kiện thí nghiệm khác.

Chương trình	Dung dịch chuẩn	Giới hạn phân phối 95% độ tin cậy	Độ nhạy, nồng độ thay đổi trên mỗi 0.010 Abs thay đổi
50	2.80 mg/L Br ₂	2.75–2.85 mg/L Br ₂	0.05 mg/L Br ₂
55	2.80 mg/L Br ₂	2.71–2.89 mg/L Br ₂	0.05 mg/L Br ₂

Tóm tắt phương pháp

Bromine tồn dư trong mẫu sẽ phản ứng với chất chỉ thị DPD (N,N-diethyl-p-phenylenediamine) tạo màu hồng, cường độ màu sẽ tỉ lệ thuận với nồng độ tổng bromine. Kết quả thí nghiệm được đo tại bước sóng 530 nm trên máy quang phổ và ở bước sóng 520nm trên máy so màu.

Vật liệu bị tiêu hao và có thể thay thế

Thuốc thử yêu cầu

Description	Quantity/Test	Unit	Item no.
DPD Total Chlorine Reagent Powder Pillow, 10-mL	1	100/pkg	2105669
OR			
DPD Total Chlorine Reagent AccuVac® Ampul	1	25/pkg	2503025

Dụng cụ yêu cầu

Description	Quantity/Test	Unit	Item no.
AccuVac Snapper	1	each	2405200
Beaker, 50-mL	1	each	50041H
Stoppers for 18-mm tubes and AccuVac Ampuls	2	6/pkg	173106

Thuốc thử và dụng cụ tùy chọn

Description	Unit	Item no.
AccuVac® Ampul vials for sample blanks	25/pkg	2677925
Ampule Breaker, 2-mL PourRite® Ampules	each	2484600
Ampule Breaker, 10-mL Voluette® Ampules	each	2196800
Mixing cylinder, graduated, 25-mL	each	2088640
Mixing cylinder, graduated, 50-mL	each	189641
Chlorine Standard Solution, 2-mL PourRite® Ampules, 50–75 mg/L	20/pkg	1426820
Chlorine Standard Solution, 10-mL Voluette® Ampule, 50–75 mg/L	16/pkg	1426810
Chlorine Standard Solution, 2-mL PourRite® Ampules, 25–30 mg/L	20/pkg	2630020
DPD Total Chlorine Reagent Powder Pillows, 10-mL	1000/pkg	2105628
DPD Total Chlorine Reagent Powder Pillows, 10-mL	300/pkg	2105603
DPD Total Chlorine Reagent, 10-mL, SwifTest™ Dispenser refill vial	250 tests	2105660
Paper, pH, 0–14 pH range	100/pkg	2601300
Pipet, TenSette®, 0.1–1.0 mL	each	1970001
Pipet tips for TenSette® Pipet, 0.1–1.0 mL	50/pkg	2185696

Thuốc thử và dụng cụ tùy chọn (tiếp theo)

Description	Unit	Item no.
Pipet tips for TenSette® Pipet, 0.1–1.0 mL	1000/pkg	2185628
Potassium Iodide, 30-g/L	100 mL	34332
Sodium Arsenite, 5-g/L	100 mL	104732
Sodium Hydroxide Standard Solution, 1.0 N	100 mL MDB	104532
SpecCheck™ Secondary Standard Kit, Chlorine DPD, 0–2.0 mg/L Set	each	2635300
Sulfuric Acid Standard Solution, 1 N	100 mL MDB	127032
Water, Chlorine-demand Free	500 mL	2641549
Water, deionized	4 L	27256