

Clo, tự do

DOC316.53.01023

USEPA DPD Method¹

Phương pháp 8021

0.02 đến 2.00 mg/L Cl₂

Dạng gói bột hoặc ống AccuVac®

Phạm vi ứng dụng: Dùng để kiểm tra clo tự do (bao gồm axit hypochlorous và ion hypochlorine) trong nước, nước đã xử lý, nước cửa sông và nước biển. USEPA chấp nhận dùng trong báo cáo phân tích cho nước ăn uống². Phương pháp này chưa được đánh giá kiểm nghiệm clo và cloramin trong các ứng dụng y khoa ở Mỹ.

¹ Được chấp nhận bởi 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.



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 dùng 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
Không dùng cùng cốc chứa đo chung mẫu clo và clo tổng. Nếu có lượng iot dạng vết từ thuốc thử tổng clo sẽ bị nhiễm vào cốc đo xác định clo tự do vì monochloramin sẽ gây nhiễu. Tốt nhất là sử dụng riêng cốc đo cho test clo tự do và đo clo tổng số.
Nếu kết quả phân tích vượt quá thang đo, hoặc nếu mẫu tạm thời chuyển sang màu vàng sau khi cho thuốc thử vào thì pha loãng mẫu với nước chất lượng cao ở thể tích xác định, không có nhu cầu clo trong nước pha loãng và thực hiện lại test. Có thể bị thất thoát một lượng clo do sự pha loãng. Nhân kết quả với hệ số pha loãng. Có thể tham khảo các phương pháp bổ sung để xác định clo mà không cần pha loãng mẫu.
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.
Một ống AccuVac để làm mẫu trắng có thể được sử dụng để zero máy trong quy trình phân tích với AccuVac
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.
Dụng cụ phân phối SwifTest dùng cho clo tự do có thể được sử dụng thay cho gói bột trong quy trình test

Thu thập các dụng cụ, hóa chất sau:

Gói dạng bột

Mô tả	Số lượng
DPD Free 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 Free 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

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

Thu thập mẫu

Phân tích mẫu ngay sau khi thu thập. Mẫu không thể bảo quản để phân tích sau.

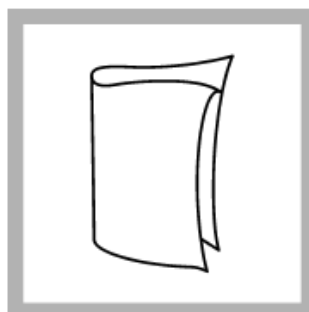
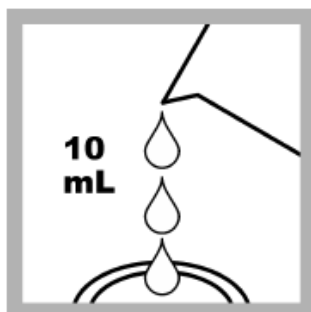
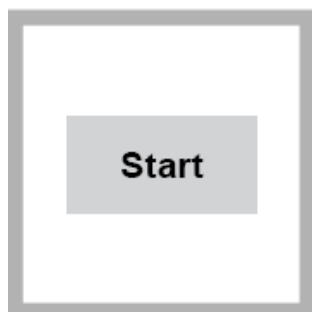
Clo tự do là tác nhân oxy hóa mạnh và không bền trong nước tự nhiên. Clo phản ứng nhanh chóng với nhiều hợp chất vô cơ khác nhau và oxy hóa chậm với các hợp chất hữu cơ. Có nhiều yếu tố như nồng độ chất phản ứng, ánh sáng mặt trời, pH, nhiệt độ và độ muối ảnh hưởng lên sự phân hủy clo tự do trong nước.

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 clo. 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 lại với nước khử ion hoặc nước cất. Nếu bình đựng mẫu được rửa kỹ bằng nước khử ion hoặc nước cất sau khi sử dụng thì 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



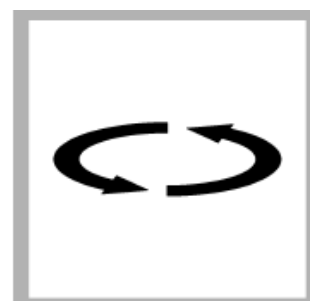
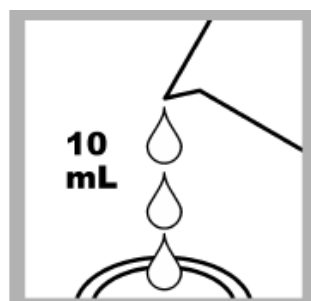
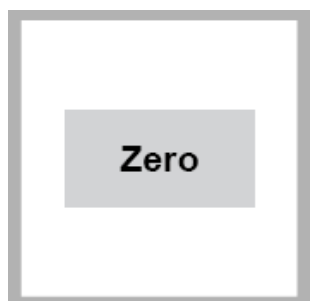
1. Chọn khởi động chương trình **80, Chlorine F&T PP**. Để có thông tin cốc đo, adapter hoặc miếng chặn sáng, tham khảo thông tin thiết bị ở trang 1.

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

3. Lau sạch bên ngoài cốc đo

4. Đặt cốc chứa mẫu trắng vào buồng đo

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



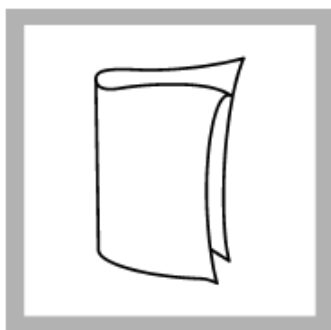
5. Nhấn Zero. Màn hình hiển thị 0.00mg/L

6. **Chuẩn bị mẫu:** Đổ 10mL mẫu vào cốc đo thứ hai

7. Cho 01 gói bột vào cốc mẫu

8. Lắc để xáo trộn đều trong 20 giây.

Màu hồng sẽ xuất hiện nếu có clo. Thực hiện các bước tiếp theo



9. Lau sạch bên ngoài cốc mẫu



10. Trong vòng 60 giây sau khi cho thuốc thử vào, đặt cốc mẫu vào buồng đo.

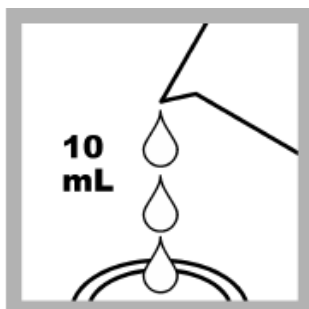


11. Nhấn READ. Kết quả hiển thị mg/L Cl₂

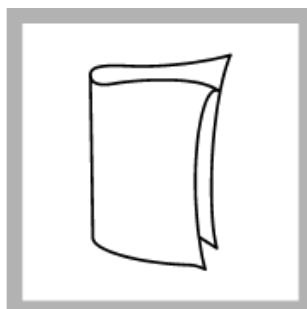
Quy trình dành cho ống AccuVac



1. Chọn khởi động chương trình **85, Chlorine F & T AV**. Để có thông tin cốc đo, adapter hoặc miếng chặn sáng, tham khảo thông tin thiết bị ở trang 1.



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

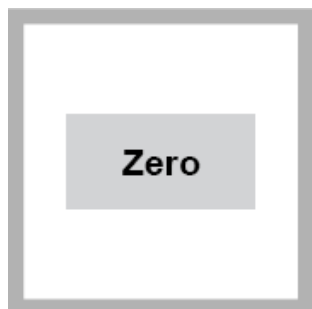


3. Lau sạch bên ngoài cốc mẫu trắng



4. Đặt mẫu trắng vào buồng đo

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



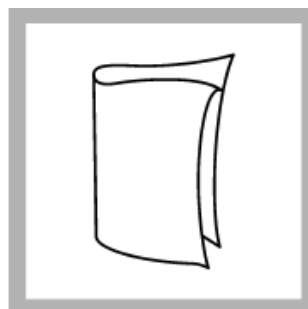
5. Nhấn ZERO. Màn hình hiển thị 0.00 mg/L



6. **Chuẩn bị mẫu:** Lấy 40mL mẫu cho vào beaker 50mL. Làm đầy ống AccuVac với mẫu. Giữ cho đầu hút ngập trong mẫu đến khi AccuVac hút mẫu đầy hoàn toàn.



7. Đảo nhanh ống AccuVac nhiều lần để xáo trộn.



8. Lau sạch bên ngoài ống AccuVac



9. Trong vòng 60 giây sau khi hút mẫu, đặt ống AccVac vào buồng đo.



10. Nhấn READ. Kết quả hiển thị mg/L Cl₂

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.
Bromine, Br ₂	Gây nhiễu ở tất cả mức độ
Chlorine Dioxide, ClO ₂	Gây nhiễu ở tất cả mức độ
Chloramines, vô cơ	Gây nhiễu ở tất cả mức độ
Chloramines, hữu cơ	Có thể gây nhiễu
Độ cứng	Không có ảnh hưởng nếu dưới 1000 mg/L CaCO ₃
Manganese, Oxidized (Mn ⁴⁺ , Mn ⁷⁺) hoặc Chromium, Oxidized (Cr ⁶⁺)	Tiền xử lý mẫu theo các bước sau: 1. Điều chỉnh mẫu để có pH 6–7. 2. Cho 3 giọt KI (30-g/L) vào 25-mL mẫu. 3. Xáo trộn đều và đợi trong 1 phút. 4. Cho 3 giọt NaAsO ₂ (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 clo 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. Có thể cần tiền xử lý mẫu. Điều chỉnh pH 6–7 bằng axit (H ₂ SO ₄ , 1.000 N) hay bazơ(NaOH, 1.00 N).

Kiểm tra độ chuẩn xác

Phương pháp bổ sung dung dịch chuẩn (Sample Spike)

Sử dụng dung dịch chuẩn để kiểm định là quy trình phân tích, thuốc thử và thiết bị và để xác định có chất gây nhiễu hiện diện trong mẫu hay không.

Cần chuẩn bị:

- Chlorine Standard Solution, 2-mL PourRite® Ampule, 25–30 mg/L (sử dụng mg/L ghi trên nhãn)
 - Pipet, TenSette®, 0.1–1.0 mL và đầu hút
 - Beaker, Pourite Ampules
1. Thực hiện theo các bước của phương pháp để xác định nồng độ của mẫu, sau đó giữ lại mẫu (chưa spike) này trong máy
 2. Vào mục Standard Addition trong menu máy
 3. Chọn các giá trị cho nồng độ dung dịch chuẩn, thể tích mẫu và thể tích bổ sung
 4. Chuẩn bị 3 mẫu bổ sung (spiked sample): sử dụng TenSette pipet cho lần lượt 0.1 mL, 0.2 mL, 0.3 mL dung dịch chuẩn đã chuẩn bị vào 3 phần mẫu mới. Xáo trộn đều.

Chú ý: Đối với AccuVac Ampul, cho 0.4mL, 0.8mL và 1.2mL dung dịch chuẩn vào 3 beaker chứa 50mL mẫu mới.

5. Thực hiện theo các bước của phương pháp để xác định nồng độ của 3 mẫu đã được bổ sung. Bắt đầu từ mẫu có lượng bổ sung thấp nhất. Đọc kết quả của từng mẫu trên máy.

7. Chọn **Graph** để so sánh kết quả thực tế với kết quả dự kiến.

Chú ý: Nếu kết quả thực tế khác biệt lớn với kết quả dự kiến, kiểm tra lại thể tích mẫu, thể tích bổ sung có được đo đúng. Thể tích mẫu và bổ sung phải tương ứng với giá trị nồng độ chọn trong menu. Nếu kết quả không nằm trong mức cho phép thì mẫu có thể chứa chất gây nhiễu nào đó.

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
80	1.25 mg/L Cl ₂	1.23–1.27 mg/L Cl ₂	0.02 mg/L Cl ₂
85	1.25 mg/L Cl ₂	1.21–1.29 mg/L Cl ₂	0.02 mg/L Cl ₂

Tóm tắt phương pháp

Clo trong mẫu ở dạng hypochlorous acid hay hypochlorite ion (chlorine tự do hay chlorine sẵn có) sẽ phản ứng tức thì với chất chỉ thị DPD (N,N-diethyl-p-phenylenediamine) tạo màu hồng, cường độ màu sẽ tỉ lệ thuận với nồng độ clo. Kết quả thí nghiệm được đo tại bước sóng 530 nm trên máy quang phổ hoặc 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 Free Chlorine Reagent Powder Pillow, 10-mL	1	100/pkg	2105569
OR			
DPD Free Chlorine Reagent AccuVac® Ampul	1	25/pkg	2502025

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

Dung dịch chuẩn khuyến khích sử dụng

Description	Unit	Item no.
Chlorine Standard Solution, 2-mL PourRite® Ampules, 25–30 mg/L	20/pkg	2630020

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
Water, Chlorine-demand Free	500 mL	2641549
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
DPD Free Chlorine Reagent Powder Pillows, 10-mL	1000/pkg	2105528
DPD Free Chlorine Reagent Powder Pillows, 10-mL	300/pkg	2105503
DPD Free Chlorine Reagent, 10-mL, SwifTest™ Dispenser refill vial	250 tests	2105560
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
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