

★ 方法 8021

DPD 方法¹

粉包或 AccuVac® 安瓿瓶

(0.02 到 2.00 mg/L)

范围和应用: 用于在水、水处理、江河口以及海水中对自由余氯 (次氯酸和次氯酸盐离子) 进行测试。美国环境保护署 (USEPA) 批准用于饮用水的分析报告。²

¹ 根据用于水和废水检查的标准方法改编。

² 程序与美国环境保护署 (USEPA) 方法 330.5 以及用于饮用水的标准方法 4500-Cl G 等同。



试验准备

开始试验前:

如果测试超出了范围, 请用已知容积的优质不含氯的水进行稀释, 并重复测试。通过稀释会产生一些氯的损失。所得结果乘以稀释因子。作为替代选择, 可通过方法1006, 在不对自由高量程的氯进行稀释的条件下, 直接对余氯浓度高的样品进行分析。

收集下列物品:

数量

收集下列物品:	数量
粉包试验:	
DPD 自由余氯粉包	1
样品试管, 1 英寸, 方型, 10 mL	2
AccuVac测试:	
DPD 自由余氯 AccuVac 安瓿瓶	1
烧杯, 50 mL	1
样品试管, 10 mL, 圆形	1

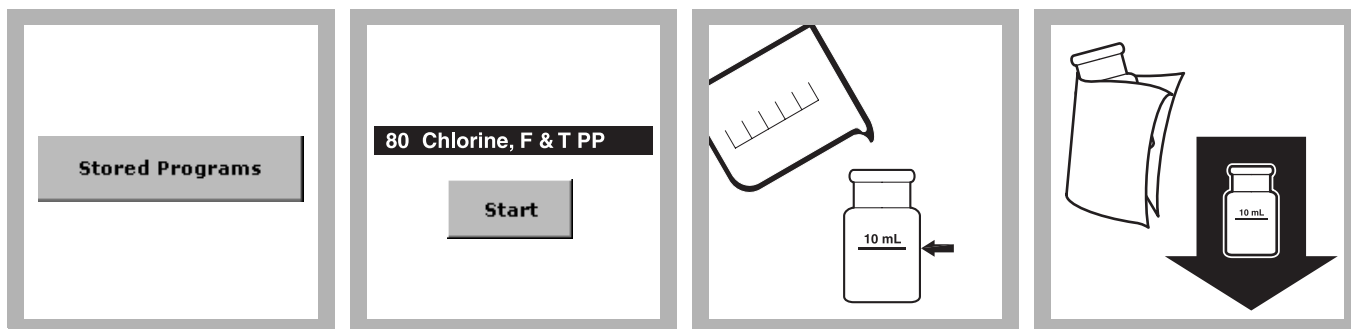
注: 消耗品和替代件的分类信息请参见第 5 页。

注: 用于自由余氯的 SwifTest 分配器可在步骤 6 中替代分包使用。

重要说明: 立即进行样品分析。不要存储用于以后的分析。

粉包

方法 8021

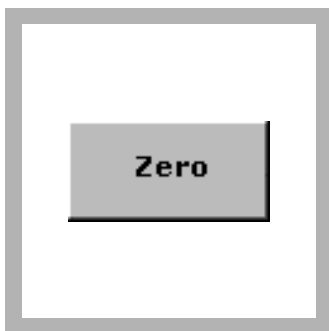


1. 按存储程序。

2. 选择测试。

3. **空白值准备:** 将 10 mL 样品灌装到一支方形样品试管中。

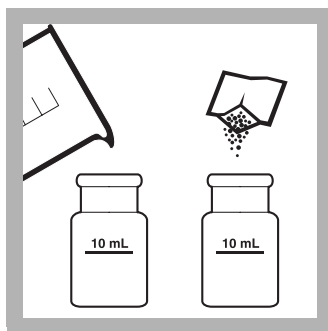
4. 擦干空白试管, 将其插入试管固定架, 灌装线朝右。



5. 按零归零。

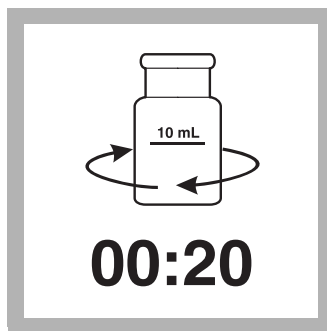
显示屏显示:

0.00 mg/L 浓度的 Cl₂



6. 准备样品: 用 10 mL 的样品灌装一第二方形试管。

将一个DPD自由余氯粉包中的内容添加到样品试管中。



7. 摇晃样品试管 20 秒以进行混合。

如果有氯存在, 会呈粉红色。立即进行步骤 8。



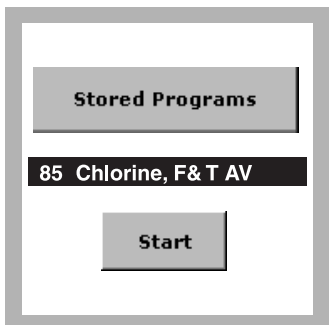
8. 添加试剂的一分钟之内, 将准备好的样品试管插入试管固定架中, 灌装线面朝右面。

按识读。

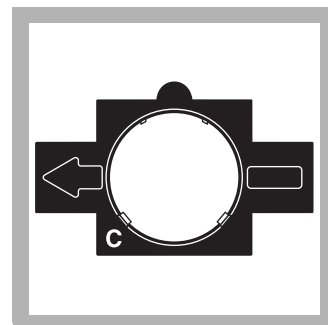
结果以 mg/L 浓度的 Cl₂ 为单位。

AccuVac 安瓿瓶

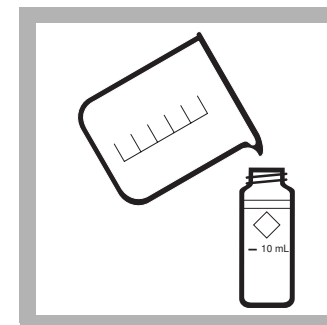
方法 8021



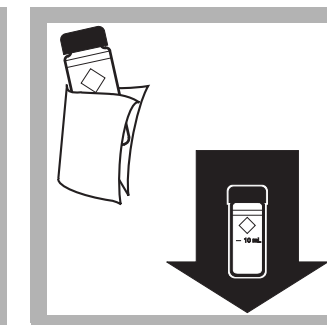
1. 选择测试。



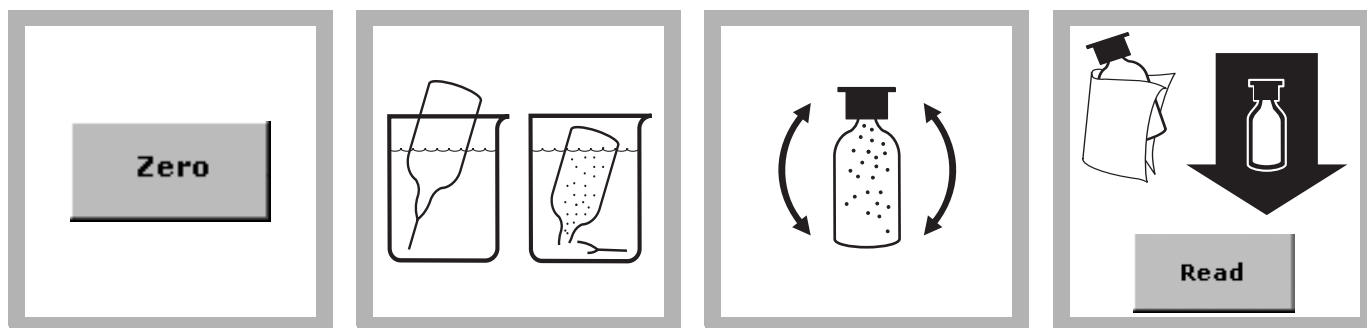
2. 插入适配器 C。



3. 空白值准备: 用 10 mL 的样品灌装一个圆形样品试管。



4. 擦干空白试管并将其插入试管固定架。



5. 按零归零。显示屏显示 0.00 mg/L 浓度的 Cl_2

6. **样品准备**：在一个 50 mL 烧杯中至少收集 40 mL 的样品。

用样品灌装一个 DPD 自由余氯试剂 AccuVac 安瓿瓶。一直到安瓿瓶完全灌满时，始终让吸头呈浸入状态。

7. 将安瓿瓶快速晃动几次以进行混合。擦去任何液体或手印。

8. 样品添加后的一分钟之内，擦干 AccuVac 安瓿瓶并将其插入试管固定架。

按识读。

结果以 mg/L 浓度的 Cl_2 为单位。

干扰

表 1 干扰成分和水平

干扰成分	干扰水平和处理
酸性	大于 150 mg/L 浓度的 CaCO_3 。不能生成完整的颜色或者颜色会立即褪去。用 1 N 的氢氧化钠 ¹ 将 pH 值中和到 6-7。确定添加在各样品整分的量，然后添加与需要测试的样品相同的量。用于容积添加的修正。
碱性	大于 250 mg/L 浓度的 CaCO_3 。不能生成完整的颜色或者颜色会立即褪去。用 1 N 的硫酸将 pH 值中和到 6-7。 ¹ 确定添加在各样品整分的量，然后添加与需要测试的样品相同的量。用于容积添加的修正。
溴, Br_2	所有水平下均干扰
二氧化氯, ClO_2	所有水平下均干扰
氯胺, 有机	可能干扰
硬度	浓度低于 1000 mg/L 的 CaCO_3 没效果。
碘, I_2	所有水平下均干扰
锰, 氧化 (Mn^{4+} , Mn^{7+}) 或 铬, 氧化 (Cr^{6+})	将样品的 pH 值调节到 6-7。 加 3 滴碘化钾 ¹ (30 g/L) 到一个 10 mL 的样品中。 混合并等待一分钟。 加 3 滴亚砷酸钠 ^{1, 2} (5 g/L) 并混合。 按照程序中的 说明对 10 mL 经过处理的样品进行分析。 从原始分析结果中减去该测试的结果，得到正确的氯的浓度。
单氯胺	分级漂移会引起较高的测量读数。如果在试剂添加后的 1 分钟之内进行测量读数，3 mg/L 的单氯胺会在测量读数时增加小于 0.1 mg/L 的量。
臭氧	所有水平下均干扰
过氧化物	可能干扰
极端样品的 pH 值或高缓冲样品	调节 pH 值到 6-7，方法是使用酸 (硫酸 ¹ , 1.000 N) 或碱 (氢氧化钠 ¹ , 1.00 N)。

¹ 请参见 供选择的试剂和仪器 参见页码 5。

² 针对干扰而用亚砷酸钠对样品进行的处理会形成美国联邦危险废物鉴别程序 (RCRA) 规定的、含砷的危险性废物 (D004)。请参见现行的材料安全性数据表 (MSDS)，适当处理危险性材料。

样品收集、存储和保存

收集后立即对样品中的余氯进行分析。自由余氯是一种强氧化剂，它在天然水中不稳定。自由余氯会与不同的无机成分迅速反应，慢慢地氧化成有机成分。许多因子，包括反应浓度、阳光、pH值、温度以及盐度都会影响水中自由余氯的分解。

请避免使用塑料容器，因为这类容器对余氯会有很大需求，大量消耗余氯。请对玻璃样品容器进行预处理，将玻璃容器至少浸入一种稀释的漂白溶液（将1 mL商用漂白剂稀释于1升的去离子水中制成）1小时，以除去任何消耗余氯的成分。用去离子水或蒸馏水彻底清洗。如果使用，样品容器经过去离子水或蒸馏水的彻底清洗，只需要偶尔进行预处理。

不要将相同的样品试管用于自由余氯和全氯。如果总氯试剂中的碘化物残留被传输到自由余氯的测定中，会对单氯胺产生干扰。对自由余氯和总氯的测定最好使用单独的、专门的规定样品试管。

在余氯测试中，一个代表性的样品中不包含通常的错误。如果从水龙头中取样，至少让水流流淌5分钟，以确保样品具有代表性。让容器中的样品溢出几次，然后盖上盖子，要确保容器中样品上方没有顶空空间（空气存储空间）。如果用样品试管取样，请用样品清洗试管几次，然后小心地灌装到10 mL的标志。立即执行余氯分析。

精度检查

标准添加方法 (样品添加)

1. 读取测试结果后,让样品试管 (未添加样品) 留在仪器中。
2. 按选项 > 更多。按标准添加。会显示一个小键盘。输入包含在余氯 Voluette®* 安瓿瓶所附证书上的平均余氯浓度。按好。
3. 一个标准添加程序的综述会被显示。按好接受所显示的标准浓度、样品容积和添加容积值。按编辑更改这些值。这些值被接受后，未添加的样品读数会显示在顶上一列。更详细的信息请参见用户手册
4. 折断一个低量程余氯 Voluette 安瓿瓶标准的细瓶颈，瓶中浓度为 25-30 mg/L 的 Cl₂。
5. 准备三种样品添加。用 10 mL 的样品灌装三个混合量筒。使用 TenSette® 吸管分别将 0.1 mL、0.2 mL 以及 0.3 mL 的标准添加到各样品中并彻底混合。

注：对 AccuVac® 安瓿瓶，请用 50 mL 的样品添加到三个混合量筒中，并添加 0.4 mL、0.8 mL 以及 1.2 mL 的标准。分别从三个混合量筒中将 40 mL 溶剂转输到三个 50 mL 的烧杯中。如上程序所述，对各标准添加样品进行分析。通过按测量读数接受各标准添加测量值。每次添加应反应出大约 100% 的活化。

6. 如程序所述，开始对各样品添加进行分析，从 0.1 mL 样品添加开始。通过按测量读数接受各标准添加测量值。每次添加应反应出大约 100% 的活化。

* 请参见供选择的试剂和仪器 参见页码 5。

7. 完成执行顺序后，按图像显示通过标准添加数据点的最适宜曲线，用来说明基体干扰。按理想曲线显示样品添加和“理想曲线”100%活化之间的关系。

方法综述

样品中的余氯作为次氯酸或次氯酸盐离子(自由余氯或可自由的余氯)立即与DPD(N,N-二乙基对苯二胺)指示剂反应，形成一种粉红色颜色，这种颜色的浓度与余氯的浓度成比例。试验结果是在530 nm条件下量取的。

消耗品和替代件

所要求的试剂

说明	数量 / 试验	单位	产品目录号:
DPD自由余氯试剂粉末, 10 mL	1	100/pkg	21055-69
收集下列物品:			
	数量		
DPD自由余氯试剂AccuVac® 安瓿瓶	1		25020-25

要求的仪器 (粉包)

说明	数量 / 试验	单位	产品目录号:
样品试管, 1英寸, 方型, 10 mL, 配对	2	2/pkg	24954-02

要求的仪器 (AccuVac)

说明	数量 / 试验	单位	产品目录号:
适配器, 1英寸, 圆形, 用于AccuVac安瓿瓶	1	每一个	LZV584
烧杯, 50 mL	1	每一个	500-41H
样本试管, 10 mL, 带盖	1	每一个	21228-00

推荐标准

说明	单位	产品目录号:
余氯标准溶液, 2 mL的Voluette安瓿瓶, 浓度为25 mg/L	20/pkg	26300-20

供选择的试剂和仪器

说明	单位	产品目录号:
需氯量游离水	—	26415-49
量筒, 用于搅拌混合	25 mL	20886-40
量筒, 用于搅拌混合	50 mL	1896-41
氢氧化钠, 1 N	100 mL	1045-32
硫酸, 1 N	100 mL	1270-32
碘化钾, 30 g/L	100 mL	343-32
亚砷酸钠, 5 g/L	100 mL	1047-32
用于自由余氯的SwifTest分配器	—	28023-00



FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:

In the U.S.A. – Call toll-free 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