

★ 方法 8167

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、废水、河口水以及海水中测试残留的余氯和氯胺；美国环境保护署 (USEPA) 批准用于饮用水和废水的分析报告。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以及用于饮用水和废水分析的标准方法4500-Cl G等同。



试验准备

开始试验前:

样品必须立即分析，不能保存用于以后的分析。

如果测试超出了范围，请用已知容积的高质量、不含余氯的水进行稀释，并重复测试。通过稀释会产生一些余氯的损失。所有的结果乘以稀释因子。或者直接用高浓度的余氯直接进行样品分析，不采用总氯，高量程的方法10070进行稀释。

对氯胺的消毒控制，请使用方法10172，单氯胺，低量程（程序编号66）或高量程（程序编号67）。

用于总氯的SwifTest分配器¹可在步骤4中替代粉包使用。

¹ 供选择的试剂和仪器 参见页码 6.

收集下列物品:

数量

收集下列物品:	数量
粉包试验:	
DPD 总氯试剂粉包, 10 mL	1
样品试管, 1 英寸, 方型, 10 mL	2
AccuVac测试:	
在一个 50 mL 烧杯中至少收集 40 mL 的样品。	40 mL
DPD 总氯试剂 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 6 页。

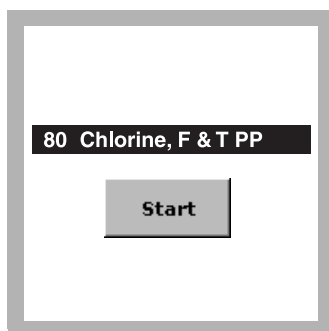
注: 添加试剂后，如果有氯存在，会呈粉红色。

粉包

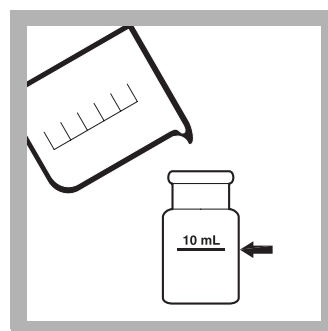
方法 8167



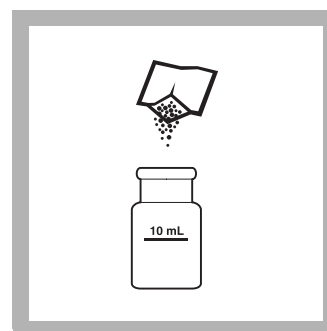
1. 按存储程序。



2. 选择测试。

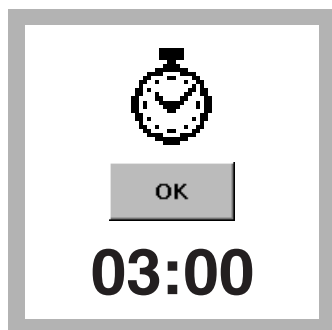


3. 用 10 mL 的样品灌装到一支方形样品试管中。

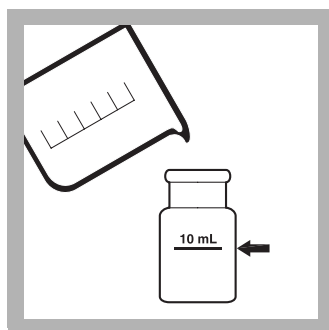


4. **样品准备**：将一个 DPD 总氯粉包中的内容添加到样品试管中。

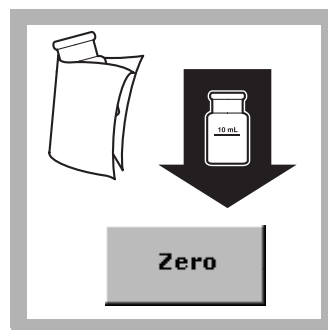
摇晃样品试管 20 秒以进行混合。



5. 按 **定时器** > 好。
一个三分钟的反应周期开始。在此时间周期执行步骤 6 和 7。

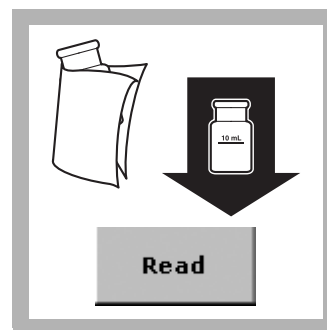


6. **空白值准备**：将 10 mL 样品灌装到一个第二方形样品试管中。



7. 擦干空白样品试管，将其插入试管固定架，灌装线朝右。

按 **零** 归零。显示屏显示：
0.00 mg/L 浓度的 Cl_2

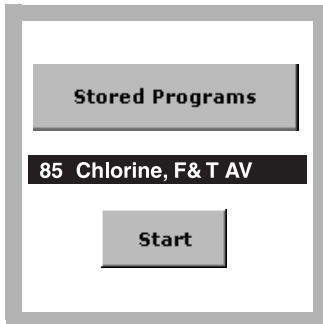


8. 定时器运行结束后的三分钟之内，擦干准备好的样品试管，并将它放入试管架中，灌装线朝右。

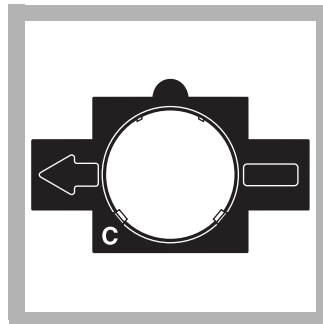
按 **识读**。结果以 mg/L 浓度的 Cl_2 为单位。

AccuVac® 安瓿瓶

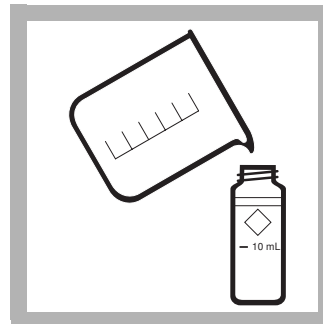
方法 8167



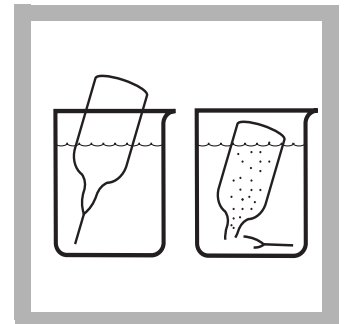
1. 选择测试。



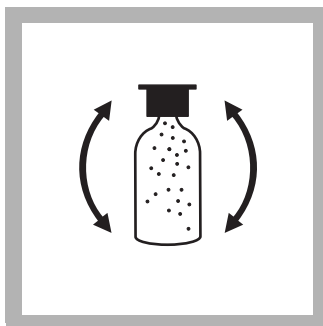
2. 插入适配器 C。



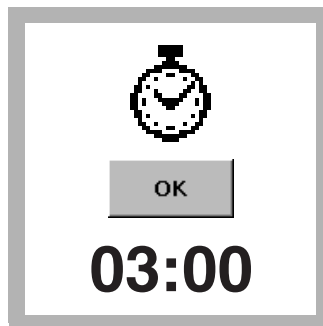
3. 空白值准备：用 10 mL 的样品灌装一个圆形样品试管。



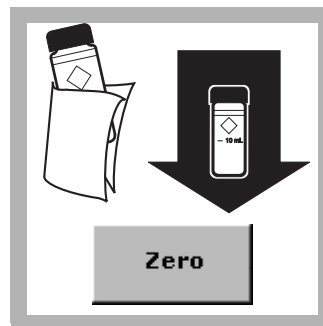
4. 样品准备：用样品灌装一个DPD总氯试剂AccuVac®安瓿瓶。一直到安瓿瓶完全灌满时，始终让吸头呈浸入状态。



5. 将安瓿瓶快速晃动几次以进行混合。擦去任何液体或手印。



6. 按 **定时器** > 好。
一个三分钟的反应周期开始。在此时间周期执行步骤 7 和 8。



7. 擦干空白试管并将其插入试管固定架。
按**零**归零。显示屏显示：0.00 mg/L 浓度的 Cl₂



8. 定时器到达规定时间后的三分钟之内，擦干 AccuVac 安瓿瓶并将其插入试管架。

按**识读**。结果以 mg/L 浓度的 Cl₂ 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。
碱性	大于300 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	所有水平下均干扰
氯胺, 有机	可能干扰
硬度	浓度低于为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25 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，得到正确的余氯浓度。
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 6](#)。

² 针对锰或铬的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)。请参照当前材料安全性数据表 (MSDS) 以获取合理处理这类材料的更详细信息。

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。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，样品容器过去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总氯。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。最好对自由余氯和总氯的测定使用单独的、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，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用量筒*。使用TenSette® 吸管分别将0.1 mL、0.2 mL以及0.3 mL的标准添加到三个10-mL样品中并分别进行彻底混合。

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。分别从三个混合用量筒中将40 mL溶剂转移到三个 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。
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

在水中余氯可以自由余氯和复合余氯的形式存在。两种形式可存在于相同的水中, 并一起作为总氯被加以确定。自由余氯是作为次氯酸或次氯酸盐离子的形式存在的。组合余氯是以单氯胺、二氯胺、三氯化氮以及其它的氯衍生物形式存在的。复合余氯将试剂中的碘化物氧化成碘。碘和自由余氯与DPD (N,N--二乙基对苯二胺)反应形成一种与总氯浓度成比例的红色 要确定复合余氯的浓度, 请运行自由余氯测试。从总氯测试中减去自由余氯测试的结果, 可得到组合余氯浓度。试验结果是在530 nm条件下量取的。

* 请参见 供选择的试剂和仪器 参见页码 6。

总氯 (0.02到2.00 mg/L)

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总氯试剂粉包, 10 mL	1	100/pkg	21056-69
或			
DPD总氯试剂AccuVac® 安瓿瓶	1	25/pkg	25030-25
去离子水	可变	4 L	272-56

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
样品试管, 10 mL, 圆形, 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25-30 mg/L	20/pkg	26300-20

供选择的试剂和仪器

说明	单位	产品目录号:
烧杯, 50 mL	—	500-41H
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
碘化钾 (30 g/L)	10 mL	343-32
亚砷酸钠 (5 g/L)	10 mL	1047-32
氢氧化钠, 1 N	10 mL	1045-32
硫酸, 1 N	10 mL	1270-32
用于总氯的SwifTest分配器	—	28024-00



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