

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 7558-1 : 2005

Xuất bản lần 1

**LÒ ĐỐT CHẤT THẢI RẮN –
XÁC ĐỊNH TỔNG NỒNG ĐỘ CÁC HỢP CHẤT HỮU CƠ
TRONG KHÍ THẢI –
PHẦN 1: PHƯƠNG PHÁP QUANG PHÓ**

*Solid waste incinerators –
Determination of total concentration of organic compounds in fluegas –
Part 1: Spectrophotometric method*

Lời nói đầu

TCVN 7558-1 : 2005 do Tiểu Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC146/SC2 "Lò đốt chất thải rắn y tế" biên soạn trên cơ sở dự thảo đề nghị của Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường - Bộ Y tế, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng xét duyệt, Bộ Khoa học và Công nghệ ban hành.

TCVN 7558 : 2005 gồm các tiêu chuẩn sau, với tên chung *Lò đốt chất thải rắn – Xác định tổng nồng độ các hợp chất hữu cơ trong khí thải*.

TCVN 7558-1 : 2005, Phần 1: Phương pháp quang phổ.

TCVN 7558-2 : 2005, Phần 2: Phương pháp đo độ đục.

Lò đốt chất thải rắn –**Xác định tổng nồng độ các hợp chất hữu cơ trong khí thải –****Phần 1: Phương pháp quang phổ***Solid waste incinerators –**Determination method of total concentration of organic compounds in fluegas -**Part 1 : Spectrophotometric method***1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định tổng nồng độ các hợp chất hữu cơ trong khí thải lò đốt chất thải rắn thành phố bằng phương pháp quang phổ, quy về điều kiện nhiệt độ và áp suất tiêu chuẩn.

CHÚ THÍCH: Nhiệt độ và áp suất tiêu chuẩn là nhiệt độ 0 °C và áp suất 101,3 kPa.

Giới hạn phát hiện của phương pháp là 0,03 mg trong dung dịch phân tích.

Cản trở: các chất khử (CO, NO_x, SO₂...), axeton, cồn, một số hydrocacbon.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm ban hành thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất.

TCVN 4851 : 1989 (ISO 3696) Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

TCVN 7244 : 2003 Lò đốt chất thải rắn y tế – Phương pháp xác định nồng độ axit clohydric (HCl) trong khí thải.

3 Nguyên tắc

Sau khi lấy mẫu, dung dịch mẫu được phân tích bằng phương pháp tạo màu với thuốc thử anhydric cromic.

Hydrocacbon không hoà tan trong nước nhưng hoà tan trong axit axetic, axeton, và một số dung môi hữu cơ khác. Khi cho không khí chứa các hydrocacbon đi qua ống hấp thụ có chứa axit axetic, các hydrocacbon này được axit axetic hấp thụ và giữ lại trong bình lấy mẫu.

Khi anhydric cromic (CrO_3) tác dụng với hỗn hợp axit axetic và hydrocacbon (HC) sẽ bị khử và tạo thành crom oxit (Cr_2O_3) theo phương trình 1:



Dung dịch anhydric cromic có màu vàng, khi bị khử thành crom oxit sẽ chuyển thành màu xanh lục.

Xác định tổng nồng độ các hợp chất hữu cơ trong khí thải bằng cách sử dụng máy quang phổ để đo độ hấp thụ của dung dịch mẫu xanh lục ở bước sóng 600 nm.

4 Thuốc thử

Trong phân tích, trừ khi có những quy định khác, chỉ sử dụng thuốc thử có độ tinh khiết được thừa nhận, nước cất hoặc nước đã loại khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương theo TCVN 4851 :1989 (ISO 3696).

Cảnh báo - Dùng các thuốc thử tuân theo các quy định thích hợp về an toàn sức khỏe.

4.1 Dung dịch hấp thụ axit axetic ($\text{CH}_3\text{-COOH}$) đặc

4.2 Dung dịch chuẩn hydrocacbon trong axit axetic 1 mg/ml

Trong một bình định mức dung tích 50 ml (đã ngâm, rửa bằng dung dịch sunfocromic và tráng kỹ bằng nước), cho từ 10 ml đến 15 ml axit axetic đậm đặc rồi đậy nút và đem cân, ghi khối lượng của bình chứa axit axetic (nếu cân bằng cân điện tử thì lấy điểm "0"). Cho 0,2 ml xăng trắng vào bình định mức trên, đậy nút và đem cân. Lấy khối lượng cân bình lần thứ hai trừ đi khối lượng cân bình lần thứ nhất sẽ được khối lượng xăng (nếu dùng cân điện tử thì số hiện trên mặt cân chính là khối lượng xăng).

Tính toán và pha loãng để thu được dung dịch làm việc hydrocacbon có nồng độ 1 mg/1ml.

Bảo quản nơi mát. Dung dịch này để được 45 ngày.

4.3 Axit sunfuric (H_2SO_4) đặc ($\rho = 1,84$)

4.4 Thuốc thử anhydric cromic trong axit sunfuaric đặc

Cân 0,4 g anhydric cromic (CrO_3) trong cốc thuỷ tinh có mỏ, thêm 10 ml axit sunfuaric (H_2SO_4) đặc và khuấy cho tan. Có thể thay dung dịch anhydric cromic trong axit sunfuaric bằng dung dịch kali dicromat 3 % trong axit sunfuaric.

4.5 Xăng trắng: Có bán sẵn trên thị trường.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Thiết bị lấy mẫu đẳng tốc: Theo TCVN 7244 : 2003.

5.2 Máy đo quang phổ: đo ở bước sóng 600 nm và có bể đầy cuvet từ 1,0 cm đến 5,0 cm.

Cảnh báo: Để bảo vệ da ngón tay khỏi bị tác động của dung dịch axit, nên dùng găng cao su mỏng. Không nên dùng găng polyvinylclorua vì chúng dễ bám vào bể mặt thuỷ tinh.

5.3 Vật liệu chế tạo thiết bị

Các bộ phận của thiết bị lấy mẫu ở trước và sau bình hấp thụ, kẽ cản đầu lấy mẫu, các điểm nối cần phải chống gỉ và chịu được nhiệt độ cao, không hấp phụ hoặc phản ứng với H_2SO_4 , $\text{CH}_3 - \text{COOH}$ và các hợp chất khí khác trong khí lấy mẫu.

CHÚ THÍCH: Vật liệu chế tạo các bộ phận của thiết bị là thạch anh, thuỷ tinh borosilicat, titan, polytetrafluoréthan (PTFE) đều dùng được.

6 Lấy mẫu

6.1 Nguyên tắc chung

Theo 6.1.1 TCVN 7244

6.2 Chương trình lấy mẫu

Theo 6.1.2 TCVN 7244

6.3 Phương pháp lấy mẫu

6.3.1 Lấy mẫu đại diện

Trong một số trường hợp, khí thải cần phải phân tích có thể chưa bão hòa hoặc bão hòa hơi nước. Như vậy, các giọt nước này sẽ hoà tan vào trong axit cùng với hơi hydrocacbon và ở một chừng mực nào đó sẽ ảnh hưởng đến kết quả phân tích. Trong trường hợp đó, độ lặp lại của phương pháp sẽ tốt hơn nếu lấy mẫu đẳng tốc bằng đầu lấy mẫu làm lạnh.

CHÚ THÍCH: Có thể tham khảo B.6 (Phương pháp đầu lấy mẫu làm lạnh - Kiểu 1) và B.7 (Phương pháp đầu lấy mẫu làm lạnh - Kiểu 2) của TCVN 7556-1 : 2005.

TCVN 7558-1 : 2005

6.3.2 Lấy mẫu bằng tốc

Theo 6.1.3.2 TCVN 7244.

6.3.3 Lấy mẫu không bằng tốc

Theo 6.1.3.3 TCVN 7244.

6.4 Quy trình lấy mẫu

6.4.1 Chuẩn bị

- Cần chú ý đến nồng độ cần đo và giới hạn phát hiện của phương pháp phân tích; tính thể tích mẫu cần lấy và thời gian lấy mẫu. Có thể tính các thông số lấy mẫu cần thiết (tốc độ dòng theo thể tích hoặc thời gian lấy mẫu) cho mỗi điểm lấy mẫu trong ống khói;
- Trước mỗi loạt đo, cần để toàn bộ hệ thống lấy mẫu thích nghi với điều kiện làm việc ít nhất 10 min để đảm bảo máy hoạt động tốt;
- Dung dịch ở bình hấp thụ trong giai đoạn chạy thử phải được loại bỏ;
- Rửa cẩn thận đường nối và bình hấp thụ;
- Nạp vào bình hấp thụ một lượng dung dịch hấp thụ như khi kiểm tra hiệu quả hấp thụ;
- Bảo đảm máy lắp đúng và kín.

6.4.2 Lấy mẫu

Theo 6.1.4.2 TCVN 7244.

6.4.3 Ghi các thông số khác trong lấy mẫu

Theo 6.1.4.3 TCVN 7244.

6.5 Tính đúng đắn của việc lấy mẫu

Theo 6.5.1 TCVN 7244.

6.6 Thời gian lấy mẫu

Thể tích mẫu lấy từ bình hấp thụ, thời gian lấy mẫu phụ thuộc vào nồng độ cần đo và giới hạn phát hiện của phương pháp phân tích.

7 Cách tiến hành

7.1 Xây dựng đường chuẩn

Lấy 8 ống nghiệm dung tích 20 ml đã ngâm và rửa bằng dung dịch sunfocromic, tráng rửa kỹ bằng nước và đánh số từ 0 đến 7, cho lần lượt thuốc thử vào các ống theo Bảng 1, lắc đều nhẹ nhàng. Sau đó buộc chặt các ống nghiệm lại, đun cách thuỷ đúng 4 min.

Làm lạnh các ống dung dịch chuẩn dưới vòi nước.

Sau 10 min, xác định tổng nồng độ các hợp chất hữu cơ bằng máy đo quang phổ để đo độ hấp thụ của dung dịch ở bước sóng $\lambda_{\text{max}} = 600 \text{ nm}$

Xây dựng đường chuẩn tương quan giữa độ hấp thụ và nồng độ hydrocacbon.

Bảng 1 - Hàm lượng các chất hữu cơ tương ứng trong các ống

Bình số Thuốc thử (ml)	0	1	2	3	4	5	6	7
Dung dịch chuẩn hydrocacbon 1 mg/1 ml (4.2)	0	0,25	0,50	0,75	1,00	1,25	1,50	2,00
Dung dịch hấp thụ axit axetic đậm đặc (4.1)	2	1,75	1,50	1,25	1,00	0,75	0,50	0
Thuốc thử anhydric cromic (4.4)	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Hàm lượng chất hữu cơ (mg)	0	0,25	0,50	0,75	1,00	1,25	1,50	2,00

7.2 Xác định

Chuyển 2 ml dung dịch mẫu cần phân tích vào ống nghiệm dung tích 20 ml, thêm lần lượt dung dịch hấp thụ axit axetic đậm đặc (4.1) và dung dịch thuốc thử anhydric cromic (4.4) theo Bảng 1 và tiến hành các bước tiếp theo như 7.1.

Tra đồ thị để biết lượng các hợp chất hữu cơ tương ứng và tính kết quả.

8 Tính kết quả

8.1 Tính lượng mẫu khí đã lấy

Tính lượng mẫu khí đã lấy, quy về điều kiện tiêu chuẩn (0°C và $101,3 \text{ kPa}$) bằng công thức (2):

$$V_0 = V_a \times \frac{273}{101,3} \times \left(\frac{p_1 - p_m}{273 + t_1} - \frac{p_0}{273 + t_0} \right) \quad (2)$$

trong đó:

V_0 là thể tích mẫu khí đã lấy, tính bằng lit;

V_a là dung tích bình lấy mẫu, tính bằng lit;

TCVN 7558-1 : 2005

p_0 là áp suất trong bình trước khi lấy mẫu, tính bằng kilopascan;

p_1 là áp suất trong bình sau khi lấy mẫu, tính bằng kilopascan;

t_0 nhiệt độ trong bình trước khi lấy mẫu, tính bằng độ Celsius (độ C);

t_1 nhiệt độ trong bình sau khi lấy mẫu, tính bằng độ Celsius (độ C);

p_{w1} là áp suất hơi nước ở t_1 , (bằng 0 nếu khí khô), tính bằng kilopascan.

Nói chung $t_1 = t_0$ và công thức (2) được giản lược thành công thức (3)

$$V_o = V_a \times \frac{273}{101,3} \times \left(\frac{p_1 - p_{w1} - p_0}{273 + t_1} \right) \quad (3)$$

Các ký hiệu như ở công thức (2).

8.2 Tính nồng độ các chất hữu cơ trong khí thải

Tổng nồng độ các chất hữu cơ, C trong khí thải tính bằng miligam trên mét khối được tính theo công thức (4):

$$C = \frac{a \times b \times 1000}{v \times V_o} \quad (4)$$

Trong đó

a là lượng các chất hữu cơ được xác định theo bảng tương ứng (Bảng 1);

b là tổng thể tích dung dịch hấp thụ, tính bằng mililit;

v là thể tích dung dịch mẫu lấy ra phân tích, tính bằng mililit;

V_o là thể tích không khí đã lấy được quy về điều kiện nhiệt độ và áp suất tiêu chuẩn.

9 Báo cáo kết quả

Trong báo cáo kết quả, cần thiết phải có các thông tin sau:

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Nhận biết mẫu;
- Mô tả nhà máy và quá trình hoạt động (công nghệ);
- Điều kiện vận hành của nhà máy;
- Vị trí mặt phẳng đo;
- Vị trí điểm đo trong mặt phẳng đo;

- g) Những thay đổi trong các hoạt động của nhà máy trong khi lấy mẫu, chẳng hạn những thay đổi bộ phận đốt nhiên liệu;
 - h) Nêu ra bất kỳ thao tác nào không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được coi là thao tác tuỳ ý;
 - i) Kết quả phân tích;
 - j) Ngày tháng và thời gian lấy mẫu.
-