

Lò đốt chất thải rắn y tế –

Phương pháp xác định nồng độ cacbon monoxit (CO) trong khí thải

Health care solid waste incinerators –

Determination method of carbon monoxide (CO) concentration in fluegas

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định nồng độ cacbon monoxit (CO) trong khí ống khói lò đốt chất thải rắn y tế, 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.

Sau khi lấy mẫu, dung dịch mẫu được phân tích bằng một trong hai phương pháp sau:

- Phương pháp A: Xác định CO bằng phương pháp tạo màu với kali iodua

Áp dụng trong trường hợp nồng độ CO cao.

Giới hạn xác định của phương pháp là 63 mg cacbon monoxit trong 1 m³ không khí.

- Phương pháp B: Xác định CO bằng phương pháp tạo màu với thuốc thử Folin - Xiocantơ

Áp dụng trong trường hợp nồng độ CO thấp.

Giới hạn xác định của phương pháp là 30 mg cacbon monoxit trong 1 m³ không khí. Sai số cho phép của phương pháp là ± 5 %.

Cản trở:

Các ion phản ứng với ion bạc (như Br⁻, I⁻, CN⁻, S₂⁻, SO₃²⁻, SCN⁻) đều ảnh hưởng việc xác định.

Các chất cản trở của phương pháp là anhydrit sunfurơ (SO₂), hydro sunfua (H₂S).

2 Tiêu chuẩn viện dẫn

TCVN 4851: 1989 (ISO 3696: 1987), Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm. Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

3 Nguyên tắc

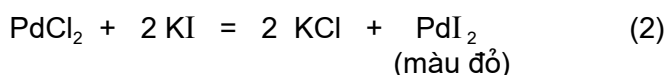
3.1 Nguyên tắc chung cho cả 2 phương pháp

Cacbon monoxit tác dụng với paladi clorua dư tạo thành paladi kim loại



3.2 Phương pháp A

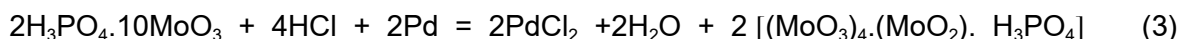
Sau khi cacbon monoxit tác dụng với paladi clorua, tạo thành paladi kim loại, định lượng lượng paladi clorua dư bằng cách cho tác dụng với kali iodua sẽ tạo thành paladi iodua (PdI_2) có màu đỏ



Xác định nồng độ cacbon monoxit trong khí ống khói bằng cách sử dụng máy đo quang phổ để đo độ hấp thụ của dung dịch mẫu đỏ ở bước sóng từ 490 nm đến 530 nm.

3.3 Phương pháp B

Sau khi cacbon monoxit tác dụng với paladi clorua, tạo thành paladi kim loại. Thêm thuốc thử folinxiocantơ (dung dịch photphomolipdic), thuốc thử folinxiocantơ sẽ tác dụng với paladi kim loại vừa tạo thành và bị khử, dung dịch chuyển từ màu vàng sang màu xanh. Phản ứng được thực hiện trong môi trường kiềm (Na_2CO_3)



Xác định nồng độ cacbon monoxit trong khí ống khói bằng cách sử dụng máy đo quang phổ để đo độ hấp thụ của dung dịch mẫu vàng xanh ở bước sóng từ 650 nm đến 680 nm.

4 Thuốc thử

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

Cảnh báo – Khi dùng các thuốc thử phải tuân theo các quy định thích hợp về an toàn sức khỏe.

4.1 Thuốc thử chung cho cả hai phương pháp:

4.1.1 Dung dịch hấp thụ paladi clorua (PdCl₂ 1 ‰, HCl 4 ‰)

Sấy khô paladi clorua tinh khiết ở 105 °C trong 1 h, để nguội. Cân 0,5 g paladi clorua đã sấy khô rồi cho vào bình định mức dung tích 500 ml, thêm 200 ml nước, 2 ml axit clohydric đặc ($\text{HCl} \rho = 1,18$), lắc cho tan hết. Cuối cùng thêm nước vừa đủ 500 ml

Từ phương trình (1), 1 ml dung dịch paladi clorua 1‰ tương đương với 0,157 mg CO.

4.1.2 Dung dịch natri cacbonat ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ 20 %)

Hoà tan 20 g natri cacbonat ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$) trong khoảng 30 ml đến 50 ml nước trong bình định mức 100 ml, thêm nước vừa đủ đến vạch. Lắc đều

4.2 Thuốc thử cho phương pháp A:**4.2.1 Dung dịch alumin sunfat [$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 10 %]**

Cân 10 g alumin sunfat [$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$], hoà tan trong khoảng 30 ml đến 50 ml nước trong bình định mức dung tích 100 ml, thêm nước vừa đủ 100 ml.

4.2.2 Dung dịch kali iodua (KI 20 %)

Cân 20 g kali iodua (KI), hoà tan trong khoảng 30 ml đến 50 ml nước trong bình định mức dung tích 100 ml, thêm nước vừa đủ 100 ml.

4.3 Thuốc thử cho phương pháp B:**4.3.1 Dung dịch Folinxiocantơ (dung dịch photphomolipdic)**

Cho vào một bình định mức 1500 ml:

100 g natri tungstat ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

25 g natri molipdat (Na_2MoO_4)

Lắc cho tan hoàn toàn, sau đó thêm:

100 ml axit clohydric đặc ($\rho = 1,18$)

50 ml dung dịch axit photphoric 85 %

Lắc đều và đun sôi trong 10 h trong một bình cầu có lắp ống sinh hàn ngược (tránh bay hơi). Để nguội đến nhiệt độ phòng, thêm nước vừa đủ 1000 ml. Bảo quản trong chai màu nâu, nút kín.

4.3.2 Axit Focmic đặc (H-COOH)**5 Thiết bị, dụng cụ**

Dụng cụ thông thường ở phòng thí nghiệm, và các thiết bị sau:

5.1 Đầu dò lấy mẫu, làm bằng vật liệu không bị ăn mòn như borosilicat hoặc thủy tinh thạch anh, một đầu nổi nhám hình cầu đường kính trong từ 6 mm đến 10 mm, có chiều dài thích hợp để tới được các điểm đo trong mặt phẳng đo của ống khói và được bọc một lớp vỏ tạo nhiệt có khả năng tạo ra nhiệt độ tối thiểu là 200 °C.

Chú thích:

1. Lớp vỏ tạo nhiệt này đồng thời đóng vai trò bảo vệ cho ống lấy mẫu khí, vì vậy ống lấy mẫu khí luôn được bọc lớp vỏ tạo nhiệt;
2. Một van ngắt được đặt trước bộ hấp thụ thứ nhất để ngăn ngừa sự thất thoát các tác nhân phản ứng khi lấy mẫu khí ống khói ở các điều kiện lọc hút.

5.2 Bộ lọc bụi, để lọc bụi khỏi khí, làm bằng borosilicat hoặc thủy tinh thạch anh có các đầu nối nhám hình cầu. Bộ lọc này có thể kết hợp với đầu dò lấy mẫu hoặc để riêng, và có thể để trong hoặc ngoài ống dẫn khí thải. Thí dụ bộ lọc lắp ngoài được chỉ ra trên hình 1. Dùng bông thủy tinh thạch anh làm vật liệu lọc trung tính đốt nóng nếu cần.

5.3 Thanh đốt nóng, thí dụ thanh đốt nóng điều khiển bằng thyristor (để sấy nóng thiết bị lấy mẫu ở bên ngoài ống khói).

5.4 Ống hình chữ T, thí dụ bằng borosilicat hoặc thủy tinh thạch anh, sấy nóng nếu cần.

5.5 Bình lấy mẫu khí (bình hấp thụ), dùng bình dung tích 200 ml, 500 ml hoặc 1000 ml (tùy chọn), có hai khoá [xem hình 2]. Dung tích bình được xác định bằng phương pháp dùng nước để đo thể tích.

Chú thích - Ngoài bình lấy mẫu có thể tích đã biết chính xác, có thể dùng bơm tiêm (thể tích 200 ml hoặc 500 ml). Trường hợp này, hiệu quả đã định có thể không đạt được.

5.6 Bình rửa, để loại hơi axit (thí dụ SO_2 , HCl) để bảo vệ bơm hút. Bình này chỉ dùng khi có nhiều hơi axit trong mẫu khí.

5.7 Ống làm khô, để bảo vệ bơm. Dùng hạt silica gel hoặc canxi clorua làm chất hút ẩm.

5.8 Bơm hút

Bơm này có khả năng hút khí với lưu lượng từ 0,3 l/min đến 3 l/min trong khoảng thời gian lấy mẫu với áp lực từ -10 kPa đến -30 kPa.

5.9 Thiết bị đo áp suất, để đo áp suất trước và sau khi lấy mẫu khí; thiết bị đo áp suất thủy ngân hoặc dụng cụ đo áp suất tương đương.

5.10 Ống sinh hàn

5.11 Bình định mức, dung tích: 1500 ml, 500 ml, 100 ml, 25 ml.

5.12 Van điều chỉnh

Van kim có khả năng điều chỉnh lưu lượng khí ống khói từ 0,02 m³/h đến 0,2 m³/h.

5.13 Thiết bị đo lưu lượng không khí

Thiết bị đo lưu lượng khí ẩm (hoặc thiết bị đo lưu lượng khí khô với một ống làm khô ở đầu dòng khí) có khả năng sử dụng ở mức lưu lượng khí ống khói trong khoảng từ 0,02 m³/h đến 0,2 m³/h. Giới hạn sai số nhỏ hơn 2 %.

Cần kiểm tra giới hạn sai số hai lần trong một năm bằng một dụng cụ đo dùng bong bóng xà phòng thích hợp.

5.14 Nhiệt kế

Nhiệt kế đo được trong phạm vi từ – 5 °C đến + 50 °C, sai số của phép đo nhỏ hơn ± 0,2 °C.

5.15 Áp kế

Áp kế có khả năng đo áp suất khí quyển nơi lấy mẫu, sai số của phép đo nhỏ hơn ± 1 %.

5.16 Đồng hồ bấm giây

5.17 Vòi lấy mẫu, là một ống thủy tinh nhỏ, có đường kính ngoài 6 mm đường kính trong 1 mm, và chiều dài khoảng 60 mm, một đầu được vuốt nhọn.

Đặc điểm của vòi lấy mẫu phải đảm bảo sao cho khi nối với bình lấy mẫu dung tích 1 l, sự tăng áp suất đều đặn sẽ xảy ra trong vòng từ 5 min đến 12 min.

Để thử vòi lấy mẫu, một khoá của bình lấy mẫu nối với dụng cụ đo áp suất, khoá kia nối với vòi lấy mẫu. Khi mở các khoá, áp suất sẽ tăng từ từ.

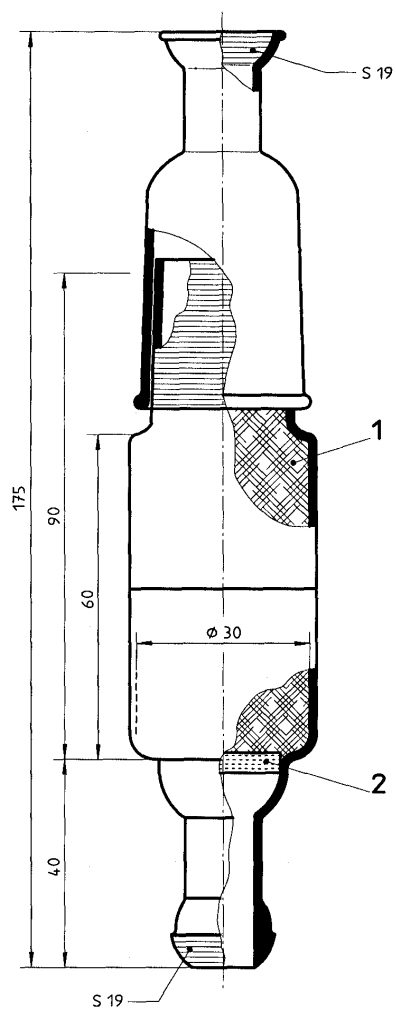
5.18 Nhiệt kế, để đo nhiệt độ xung quanh khi lấy mẫu khí.

5.19 Máy đo quang phổ, có khả năng đo ở các dải bước sóng từ 490 nm đến 530 nm và từ 650 nm đến 680 nm và cuvet có bề dày từ 1,0 cm đến 5,0 cm.

Chú thích - Để bảo vệ da ngón tay khỏi bị tác động của dung dịch kiềm nên dùng găng cao su mỏng. Găng polyvinylclorua không nên dùng vì chúng dễ bám vào bề mặt thủy tinh.

5.20 Bơm tiêm (tuỳ chọn) như mô tả trên hình 3. Bơm tiêm dùng để đưa dung dịch hấp thụ vào bình lấy mẫu.

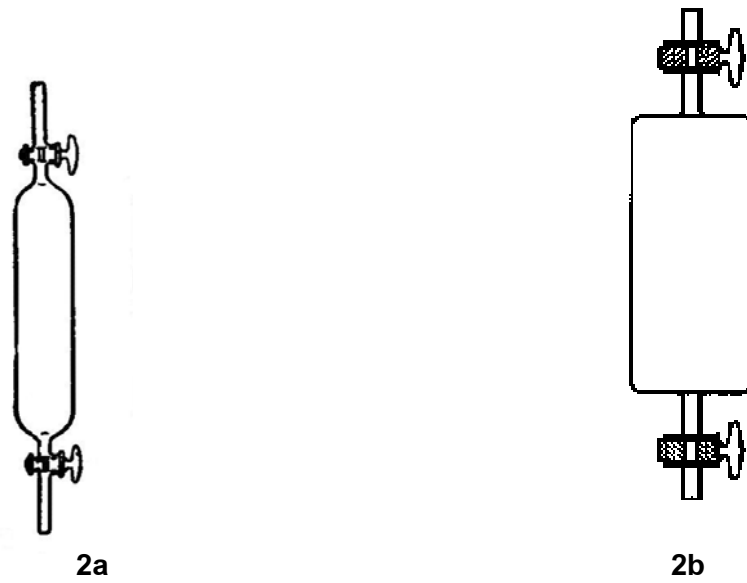
5.21 Máy lắc



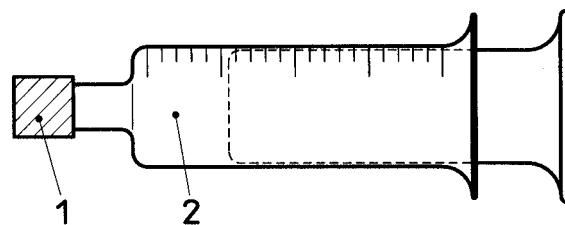
1 Bông thạch anh, khoảng 0,5 g đến 0,8 g, nhồi đầy.

2 Tấm đục lỗ hoặc bộ lọc bằng gốm.

Hình 1 – Thí dụ về bộ lọc bụi lắp ngoài ống dẫn khí thải



Hình 2 – Thí dụ về các bình lấy mẫu khí hai khoá



- 1 Ống cao su silicon
- 2 Dung dịch hấp thụ

Hình 3 – Bơm tiêm để đưa dung dịch hấp thụ vào bình lấy mẫu

6 Kỹ thuật lấy mẫu

6.1 Khái quát

Lắp đặt hệ thống thiết bị lấy mẫu phù hợp với sơ đồ trình bày ở hình 4.

Phải đảm bảo không có rò rỉ trong hệ thống thiết bị lấy mẫu.

Khi lấy mẫu cần tránh không để bụi vào bình lấy mẫu làm hỏng thuốc thử.

6.2 Lấy mẫu khí bằng phương pháp thể tích

6.2.1 Nối bình lấy mẫu khô (6) với thiết bị lấy mẫu như ở hình 4. Khởi động bơm hút (5), thổi sạch đường lấy mẫu và bình đến khi thể tích khí đi qua bằng 10 lần thể tích bình lấy mẫu. Sau đó đóng hai khoá của bình lấy mẫu sao cho tạo ra sự quá áp nhẹ trong bình. Khi nhiệt độ đã cân bằng (thường trong 3 min) bình được dội nước, đo nhiệt độ và áp suất không khí bên ngoài và đưa dung dịch hấp thụ vào bằng bơm tiêm (xem 5.20).

6.2.2 Tháo bình

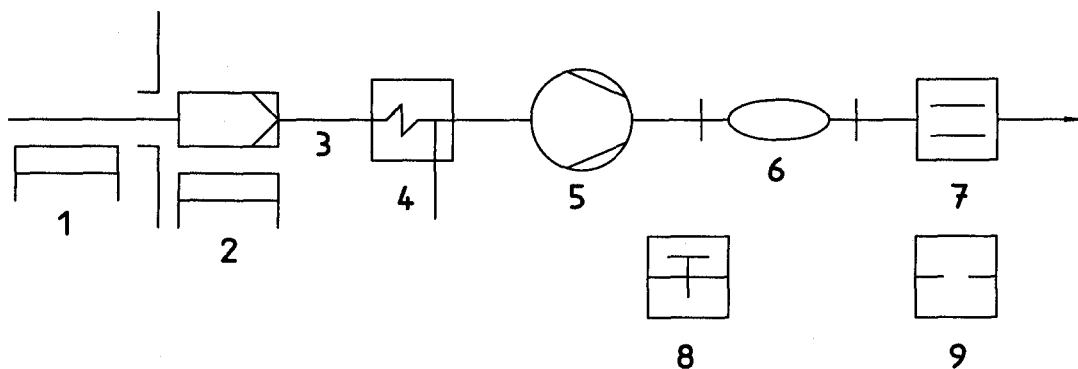
Đóng khoá của bình lấy mẫu. Tháo bình ra khỏi thiết bị lấy mẫu.

6.2.3 Đưa dung dịch hấp thụ vào bình

Dùng ống cao su silicon để nối đầu khoá của bình lấy mẫu với bơm tiêm (5.20) chứa sẵn dung dịch hấp thụ paladi clorua 1 ‰ (4.1.1): 3 ml (nếu xác định CO bằng phương pháp A), 1 ml (nếu xác định CO bằng phương pháp B). Sau đó mở khoá và đưa dung dịch hấp thụ vào bình. Đóng khoá bình và tháo bơm tiêm khỏi bình. Để tiếp xúc ít nhất 4 h.

6.2.4 Lắc bình

Lắc mạnh bình, thỉnh thoảng ngừng trong vòng 3 min hoặc sau khi lắc mạnh bình 1 min rồi đặt bình vào máy lắc và lắc thêm 2 min.



- 1 Đầu dò lấy mẫu, làm nóng nếu cần
- 2 Bộ lọc bụi, làm nóng nếu cần
- 3 Đường lấy mẫu (càng ngắn càng tốt)
làm nóng, nếu cần
- 4 Bộ phận ngưng tụ
- 5 Bơm hút
- 6 Bình lấy mẫu khí
- 7 Thiết bị đo lưu lượng khí
- 8 Nhiệt kế
- 9 Áp kế

Hình 4 - Sơ đồ hệ thống lấy mẫu ngưng tụ, bình lấy mẫu hai khoá

7 Cách tiến hành

7.1 Phương pháp A : Xác định CO bằng cách tạo màu với kali iodua

7.1.1 Phân tích

Sau 4 h dung dịch paladi trong chai bị khử hết, dung dịch sẽ không màu và có váng đen trên bề mặt thì cho thêm paladi clorua rồi tiếp tục để thêm 4 h nữa. Nếu dung dịch hấp thụ trong chai có màu vàng thì chứng tỏ còn dư paladi clorua, do đó không cần cho thêm.

Chuyển toàn bộ mẫu vào bình định mức dung tích 100 ml, tráng bình lấy mẫu nhiều lần bằng nước rồi nhập nước rửa này vào dung dịch mẫu, thêm dung dịch kali iodua và thêm nước đến vạch, lắc đều. Dung dịch sẽ chuyển thành màu đỏ. Song song làm đồng thời một mẫu trắng.

Sau 15 phút, xác định nồng độ cacbon monoxit trong khí ống khói bằng cách dùng máy đo quang phổ đo độ hấp thụ của dung dịch mẫu đỏ ở bước sóng λ từ 490 nm đến 530 nm.

7.1.2 Xây dựng đường chuẩn cacbon monoxit (CO)

Lấy năm bình hấp thụ, dung tích 500 ml đã rửa và ngâm bằng dung dịch sunfo cromic, tráng rửa kỹ bằng nước và đánh số từ 0 đến 4. Dùng pipét hút lần lượt 0,0 ml; 0,4 ml; 0,8 ml; 1,2 ml và 1,6 ml dung dịch hấp thụ paladi clorua 1 ‰ (4.1.1) vào dãy bình trên. Thêm vào mỗi bình 5 ml dung dịch kali iodua (4.2.2) và 50 ml nước. Sau 15 min, sử dụng máy đo quang phổ đo mật độ quang ở bước sóng λ từ 490 nm đến 530 nm.

Bảng 1 - Hàm lượng CO tương ứng trong các bình

Bình số	0	1	2	3	4
Thuốc thử (ml)					
Dung dịch paladi clorua 1 ‰ (4.1.1)	0,0	0,4	0,8	1,2	1,6
Hàm lượng CO (mg)	0	0,0628	0,1256	0,1884	0,2512

7.2 Phương pháp B: Xác định CO bằng phương pháp tạo màu với thuốc thử Folin - Xiocantơ

7.2.1 Phân tích

Chuyển toàn bộ mẫu vào bình định mức dung tích 25 ml (thể tích V_1), tráng bình lấy mẫu nhiều lần bằng nước rồi nhập nước rửa này vào dung dịch mẫu và định mức đến vạch, lắc đều. Song song làm đồng thời một mẫu trắng.

Hút 10 ml dung dịch trên chuyển vào một bình khác. Thêm 1,5 ml thuốc thử Folinxiocantơ 1 % (4.3.1), đun cách thủy 30 phút. Trên miệng bình đặt một phễu nhỏ ($\phi = 5$ cm) giữ cho dung dịch khỏi bị cạn. Thỉnh thoảng lắc cho tan kết tủa. Để nguội. Chuyển dung dịch sang bình định mức dung tích 25 ml, tráng bình cách thủy bằng nước. Thêm 10 ml dung dịch natri cacbonat (Na_2CO_3) 20 % (4.1.2) và thêm nước đến vạch, lắc đều.

Sau 15 phút, sử dụng máy đo quang phổ đo mật độ quang ở bước sóng λ từ 650 nm đến 680 nm.

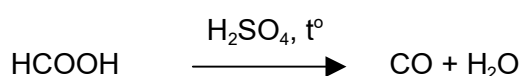
7.2.2 Xây dựng đường chuẩn cacbon monoxit (CO)

Lấy năm bình hấp thụ, dung tích 500 ml đã rửa và ngâm bằng dung dịch sunfo cromic, tráng rửa kỹ bằng nước và đánh số từ 0 đến 4. Cho lần lượt dung dịch paladi clorua 1 ‰ (4.1.1) vào từng bình theo thứ tự: 0,0 ml; 0,2 ml; 0,6 ml; 0,8 ml và 1,0 ml. Sục một lượng khí CO dư để khử hết lượng paladi clorua trong các bình.

Bảng 2 - Hàm lượng CO tương ứng trong các bình

Thuốc thử (ml)	Bình số				
	0	1	2	3	4
Dung dịch paladi clorua 1 ‰ (4.1.1)	0,0	0,2	0,6	0,8	1,0
Hàm lượng CO (mg)	0	0,0314	0,0942	0,1256	0,157

Khí CO được điều chế như sau:



Đậy nút kín, để tiếp xúc ít nhất trong 4 h, thỉnh thoảng lắc, cẩn thận tránh để kết tủa đen dính lên thành bình. Đun cách thủy 30 phút. Bơm không khí sạch để đuổi hết cacbon monoxit (CO) dư. Cho thêm lần lượt dung dịch paladi clorua 1 ‰ (4.1.1) vừa đủ 1 ml (1,0 ml; 0,9 ml; 0,8 ml; 0,7 ml; 0,6 ml; 0,5 ml). Cho tiếp vào mỗi bình 1 ml thuốc thử Folinxiocantơ (4.3.1), lắc đều. Đun cách thủy 30 phút, lắc đều. Sau đó chuyển lần lượt các dung dịch trên sang các ống đong dung tích 25 ml, rửa, tráng bằng nước và định mức đến vạch. Hút 10 ml dung dịch trên chuyển vào bình khác. Thêm 1,5 ml thuốc thử Folinxiocantơ 1 ‰ (4.3.1), đun cách thủy 30 phút. Trên miệng bình đặt một phễu con giữ cho dung dịch khỏi bị cạn. Thỉnh thoảng lắc cho tan kết tủa. Để nguội. Chuyển dung dịch sang bình định mức dung tích 25 ml, tráng bình cách thủy bằng nước. Thêm 10 ml dung dịch natri cacbonat (Na₂CO₃) 20 ‰ (4.1.2) và định mức bằng nước đến vạch, lắc đều. Sau 15 phút, đo mật độ quang ở bước sóng λ từ 650 nm đến 680 nm.

8 Tính kết quả

8.1 Tính lượng mẫu khí đã lấy

Tính lượng mẫu khí đã lấy, qui về điều kiện nhiệt độ và áp suất tiêu chuẩn (0 °C và 101,3 kPa) bằng công thức (4):

$$V_s = V_a \times \frac{273}{101,3} \times \left(\frac{p_1 - p_{w1}}{273 + t_1} - \frac{p_0}{273 + t_0} \right) \quad (4)$$

trong đó

V_s là lượng mẫu khí đã lấy, tính bằng lit;

V_a là dung tích bình lấy mẫu (5.5), tính bằng lit;

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

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

TCVN 7242 : 2003

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 kilopascal.

$t_1 = t_0$ và công thức (4) được giản lược thành công thức (5)

$$V_S = V_a \times \frac{273}{101,3} \times \left(\frac{p_1 - p_{w1} - p_0}{273 + t_1} \right) \quad (5)$$

Các ký hiệu như ở công thức (4).

8.2 Tính nồng độ cacbon monoxit

Tính nồng độ cacbon monoxit trong mẫu khí thải theo công thức:

$$c = f \times A \times \frac{V_t}{V_s} \times 10^3 \quad (6)$$

Trong đó

c là nồng độ cacbon monoxit trong mẫu khí thải, tính bằng miligam trên mét khối;

f là hệ số hiệu chuẩn, tính bằng miligam trên lít dung dịch;

Chú thích - Giá trị của f phải phù hợp với bề dày cuvet, nếu thay cuvet phải dựng lại đường chuẩn.

A là độ hấp thụ;

V_t là thể tích của dung dịch mẫu tổng, tính bằng lít;

V_s là thể tích của mẫu khí ở điều kiện tiêu chuẩn như tính ở 8.1, tính bằng lít.

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 thử;
- Mô tả lò đốt chất thải và quá trình hoạt động (công nghệ);
- Điều kiện vận hành của lò đốt;
- Vị trí mặt phẳng đo;
- Vị trí điểm đo trong mặt phẳng đo;
- Những thay đổi trong các hoạt động của lò đốt 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 tùy ý;
 - i) Kết quả phân tích;
 - j) Ngày tháng và thời gian lấy mẫu.
-