

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 5975:2010

ISO 7934:1989

WITH AMENDMENT 1 1998

Xuất bản lần 2

**PHÁT THẢI NGUỒN TĨNH –
XÁC ĐỊNH NỒNG ĐỘ KHỐI LƯỢNG LƯU HUỖNH DIOXIT –
PHƯƠNG PHÁP HYDRO PEROXYT/BARI
PERCLORAT/THORIN**

*Stationary source emissions –
Determination of the mass concentration of sulfur dioxide –
Hydrogen peroxide/barium perchlorat/Thorin method*

HÀ NỘI – 2010

Lời nói đầu

TCVN 5975:2010 thay thế cho TCVN 5975:1995.

TCVN 5975:2010 hoàn toàn tương đương với ISO 7934:1989 và Sửa đổi 1:1998

TCVN 5975:2010 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 146 *Chất lượng không khí* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lời giới thiệu

Phép đo so sánh nồng độ khối lượng lưu huỳnh dioxit (cả trong phòng thí nghiệm và dưới điều kiện hiện trường) sử dụng ISO 7934, phương pháp mô tả trong ISO 11632 và phương pháp sử dụng thiết bị UV trong ISO 7935 cho thấy giá trị thấp hơn một cách đáng kể trong khoảng từ 5 % đến 10 % có thể thu được bằng phương pháp ISO 7934.

Điều tra nghiên cứu đã cho thấy sự mất màu khác nhau khi sử dụng kali hydroxyt thay cho natri hydroxyt để điều chỉnh pH của dung dịch hấp thụ trước khi phân tích. Do vậy, điều 4.4 và 6.7 mới thay thế cho các điều này trong ISO 7934:1989. Vì lý do thực tiễn, các khớp nối bên trong và ngoài của bộ lọc bụi minh họa ở Hình 1 cũng được thay đổi.

Sự phát thải của nguồn tĩnh –

Xác định nồng độ khối lượng lưu huỳnh dioxide – Phương pháp hydro peroxy/bari perchlorat/Thorin

Stationary source emissions –

Determination of the mass concentration of sulfur dioxide – Hydrogen peroxide/barium perchlorate/Thorin method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp hydro peroxy/bari perchlorat/Thorin để xác định nồng độ khối lượng lưu huỳnh dioxide phát ra từ các nguồn cháy và từ các quá trình kỹ thuật với lượng không đáng kể của lưu huỳnh trioxit và axit sunfuric. Phương pháp này áp dụng cho nồng độ lưu huỳnh dioxide tối thiểu là 30 mg/m^3 với khoảng thời gian lấy mẫu thông thường là 30 min.

Ở những nồng độ khối lượng lưu huỳnh dioxide lớn hơn 2000 mg/m^3 thì thể tích khí thải đang khảo sát đi qua dây lấy mẫu là 30 lit.

Những chất có trong khí thải đang khảo sát và do đó có mặt trong mẫu khí thải mà được biết đến là có ảnh hưởng tới chỉ số chuẩn độ dung dịch, được nêu trong 7.4. Thông tin về những đặc trưng tính năng được nêu trong 8.2.

Ở những nồng độ khối lượng của lưu huỳnh dioxide nhỏ hơn 30 mg/m^3 thì khoảng thời gian lấy mẫu lớn hơn so với khoảng thời gian được quy định trong tiêu chuẩn này.

Tất cả các nồng độ đều tính theo khí khô ở nhiệt độ 273.1 K và áp suất 101.3 kPa

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có)

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

TCVN 5975:2010

TCVN 6500:1999 (ISO 6879:1995) Chất lượng không khí – Các đặc tính và các khái niệm liên quan trong các phương pháp đo chất lượng không khí

3 Nguyên tắc

Sự hấp thụ lưu huỳnh dioxit có trong mẫu khí thải khi qua dung dịch hydro peroxyt trong một khoảng thời gian nhất định, kết quả tạo thành dung dịch axit sunfuric.

Điều chỉnh độ pH của dung dịch mẫu đạt tới 3,5 bằng dung dịch natri hydroxit hoặc dung dịch axit perchloric. Xác định nồng độ khối lượng các ion sunfat có trong dung dịch mẫu đã xử lý bằng cách chuẩn độ với dung dịch bari perchlorat khi dùng Thorin làm chất chỉ thị và tính toán nồng độ khối lượng lưu huỳnh dioxit

4 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích chỉ dùng các thuốc thử có độ tinh khiết phân tích đã được công nhận và chỉ dùng nước tinh khiết tối thiểu là loại 3 theo TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987).

CẢNH BÁO – Dùng các thuốc thử tuân theo các quy định thích hợp về an toàn và sức khỏe.

4.1 Propan-2-ol [$\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$].

4.2 Dung dịch hấp thụ

Đổ 100 ml dung dịch hydroperoxyt (H_2O_2) từ 27 % (khối lượng/khối lượng) đến 30 % (khối lượng/khối lượng) vào một bình định mức một vạch 1000 ml. Thêm nước tới vạch mức rồi lắc đều

Chuẩn bị dung dịch này trong ngày sử dụng

4.3 Bari perchlorat, dung dịch chuẩn thể tích $c[\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2] = 0,005 \text{ mol/l}$.

Sử dụng dung dịch bari perchlorat thương phẩm sẵn có với nồng độ nhất định, hoặc nếu không có thì chuẩn bị dung dịch như sau:

Hoà tan 1,7 g bari perchlorat khan [$\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$] vào trong khoảng 200 ml nước trong bình định mức 1000 ml. Thêm propan-2-ol (4.1) vào tới vạch mức rồi lắc đều.

Chuẩn độ chính xác nồng độ dung dịch này bằng phương pháp chuẩn độ dựa vào dung dịch axit sunfuric thể tích tiêu chuẩn 0,005 mol/l.

1 ml dung dịch bari perchlorat có nồng độ chính xác 0,005 mol/l tương đương với khối lượng lưu huỳnh dioxit là 0,32033 mg.

4.4 Kali hydroxit, dung dịch chuẩn thể tích, $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$

4.5 Axit perchloric, dung dịch chuẩn thể tích, $c(\text{HClO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$.

4.6 Thorin, dung dịch 2 g/l (muối axít dinatri 4-[2-aronophenyl)-azo]-3-hydroxy-2,7-naphthalen-disulfonic).

Hoà tan 0,2 g Thorin với nước trong bình định mức 100 ml. Thêm nước vào cho tới vạch mức và lắc đều.

Bảo quản dung dịch này trong chai làm bằng thủy tinh thạch anh hoặc bằng polyetylen

5 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ bao gồm các thiết bị, dụng cụ phòng thí nghiệm thông thường và các thiết bị sau:

5.1 Thiết bị lấy mẫu qui định trong 5.1.1 đến 5.1.13.

5.1.1 Đầu lấy mẫu

Ống thủy tinh bosilicat hoặc làm bằng thủy tinh thạch anh, một đầu nổi nhám dạng hình cầu, có chiều dài thích hợp để có thể đo được mọi điểm trong mặt phẳng đo của ống khi thái và được bọc một lớp vỏ tạo nhiệt có khả năng tạo ra nhiệt độ ít nhất là 200 °C

CHÚ THÍCH:

1 Lớp vỏ tạo nhiệt này đồng thời đóng vai trò bảo vệ cho ống lấy mẫu khi, vì vậy ống lấy mẫu khi luôn luôn được bọc bởi lớp vỏ tạo nhiệt.

2 Một van ngắt đặt trước bộ hấp thụ thứ nhất là cần thiết để ngăn ngừa sự thất thoát các tác nhân phản ứng khi lấy mẫu trong các ống thái ở các điều kiện lọc hút.

5.1.2 Bộ lọc bụi

Ống thủy tinh bosilicat hoặc thủy tinh thạch anh, thủy tinh thường có các đầu nổi nhám dạng hình cầu. Phần thân ống được nhồi đầy sợi thạch anh tinh khiết hoá học. Ví dụ, một bộ lọc bụi thích hợp được nêu trong Hình 1.

5.1.3 Các bình hấp thụ

Các bình hấp thụ kiểu Drechsel có dung tích danh định 100 ml hoặc 250 ml (xem Bảng 1) được cắm một ống có một màng xốp (xem Hình 2); độ xốp của màng cần phải đủ nhỏ để có thể đạt được hiệu suất hấp thụ tối thiểu là 0,95. Các màng xốp có đường kính lỗ từ 40 µm đến 90 µm là thích hợp.

Hiệu suất hấp thụ của mỗi bình riêng biệt cần được kiểm tra hai lần một năm như quy định ở 7.1

CHÚ THÍCH: Có thể dùng các bình hấp thụ kiểu tạo bọt, nếu như đạt được hiệu suất hấp thụ tối thiểu là 0,95.

5.1.4 Vỏ tạo nhiệt. Vỏ này có khả năng tạo ra nhiệt độ thấp nhất là 200 °C.

5.1.5 Bộ điều chỉnh điện thế

5.1.6 Bộ gom (bẫy)

Bình hấp thụ kiểu Drechsel có cắm một ống không có màng xốp

TCVN 5975:2010

5.1.7 Bơm lấy mẫu, bơm này có khả năng hút khí thải với lưu lượng từ $0,02 \text{ m}^3/\text{h}$ đến khoảng $0,2 \text{ m}^3/\text{h}$ trong khoảng thời gian lấy mẫu, với áp lực từ -10 kPa đến -30 kPa .

5.1.8 Van điều chỉnh

Van kim có khả năng điều chỉnh lưu lượng dòng khí thải từ $0,02 \text{ m}^3/\text{h}$ đến $0,2 \text{ m}^3/\text{h}$.

5.1.9 Đồng hồ đo lưu lượng khí

Đồng hồ đo lưu lượng khí ẩm (hoặc đồng hồ đo lưu lượng khí khô với một ống làm khô ở đầu dòng khí) có khả năng sử dụng ở mức lưu lượng khí thải trong khoảng từ $0,02 \text{ m}^3/\text{h}$ đến chừng $0,2 \text{ m}^3/\text{h}$, giới hạn sai số $< 2 \%$, có trang bị một nhiệt kế (5.1.11)

Kiểm tra giới hạn sai số một năm hai lần, ví dụ bằng một dụng cụ đo dùng bong bóng xà phòng thích hợp.

5.1.10 Ống nối có chiều dài và đường kính trong khác nhau làm bằng polyetylen, cao su silicon hoặc polytetra-floetylen.

5.1.11 Nhiệt kế, đo được trong phạm vi từ $-5 \text{ }^\circ\text{C}$ đến $+50 \text{ }^\circ\text{C}$, giới hạn sai số $< \pm 0,2 \text{ }^\circ\text{C}$

5.1.12 Áp kế có khả năng đo áp suất khí quyển ở nơi lấy mẫu, giới hạn sai số xấp xỉ $\pm 1 \%$ giới hạn trên của phép đo.

5.1.13 Đồng hồ bấm giây

5.2 pH mét đọc trực tiếp, nên dùng loại pH mét có bộ chỉnh nhiệt độ, phạm vi đo từ 0 đến 14, giới hạn sai số xung quanh độ pH 3,5 : $< 0,2$.

Hiệu chuẩn pH mét đọc trực tiếp theo chỉ dẫn của hãng chế tạo bằng cách dùng một dung dịch đệm thích hợp, có pH biết chính xác ở một nhiệt độ đã cho. Sau khi hiệu chuẩn cần rửa sạch cẩn thận các điện cực trước khi dùng.

6 Lấy mẫu

6.1 Tùy theo nồng độ khối lượng dự kiến của lưu huỳnh dioxide nằm trong khoảng nào ở Bảng 1 mà dùng một pipet hay một bộ chia dung dịch tự động để lấy hoặc 40 ml dung dịch hấp thụ (4.2) cho vào mỗi bình trong hai bình hấp thụ có dung tích 100 ml (5.1.3), hoặc 80 ml dung dịch hấp thụ cho vào mỗi bình trong hai bình hấp thụ có dung tích 250 ml (5.1.3). Nối ghép hai bình hấp thụ cùng loại với các thiết bị đã nêu từ 5.1.1 đến 5.1.2 và từ 5.1.6 đến 5.1.11, có được một dãy thiết bị lấy mẫu theo sơ đồ biểu diễn trên Hình 3. Sử dụng các đầu nối nhám từ phía đầu dòng khí đến bình hấp thụ thứ hai.

6.2 Nút kín đầu vào của đầu lấy mẫu (5.1.1), mở bơm hút (5.1.7) rồi kiểm tra sự rò khí ở cả dãy lấy mẫu theo cách thông thường ở phòng thí nghiệm.

Nơi dẫn nút đầu vào của đầu lấy mẫu và tắt bơm hút

6.3 Đưa đầu lấy mẫu vào lỗ tiếp cận trên thành ống dẫn khí thải và đặt mũi đầu lấy mẫu vào điểm cần đo trong mặt phẳng đo của ống dẫn khí thải. Bịt kín khoảng không gian giữa đầu lấy mẫu và lỗ trên thành ống dẫn khí thải bằng loại vật liệu thích hợp sao cho không khí xung quanh không xâm nhập vào điểm đo cũng như không cho khí thải rò lọt đáng kể ra ngoài.

6.4 Tiến hành các biện pháp cần thiết để ngăn chặn không khí xung quanh xâm nhập vào ống khí thải qua khoảng trống giữa đầu lấy mẫu và lớp vỏ tạo nhiệt, vì nếu không sẽ gây ra hiện tượng nguội cục bộ ở đầu lấy mẫu và làm thay đổi thành phần của mẫu khí thải.

Bọc cuộn bộ lọc bụi (5.1.2) vào vỏ tạo nhiệt (5.1.4) Mở hệ thống tạo nhiệt và điều chỉnh điện thế (5.1.5) để tạo ra nhiệt độ ở mỗi điểm trong vùng được gia nhiệt, ở đó trong khoảng thời gian lấy mẫu không để xảy ra hiện tượng ngưng tụ.

CHÚ THÍCH: Có thể dùng cặp nhiệt điện để kiểm tra nhiệt độ ở vỏ tạo nhiệt.

Vào cuối giai đoạn tạo nhiệt (khoảng nửa giờ), ghi lại số chỉ trên đồng hồ đo lưu lượng khí (5.1.9) và thời gian, rồi khởi động bơm hút lấy mẫu và điều chỉnh van (5.1.8) để cho lưu lượng thể tích khí thải nằm trong khoảng từ 0,03 m³/h đến 0,2 m³/h.

6.5 Thông thường, khoảng thời gian lấy mẫu là 30 min. Ghi lại chỉ số trên nhiệt kế (5.1.11) của đồng hồ lưu lượng khí, (θ_1), và số chỉ trên áp kế (5.1.12). Lưu lượng khí thải đã chọn cần được giữ gần như không thay đổi.

CHÚ THÍCH: Tốc độ dòng mẫu biết được từ lượng thể tích mẫu khí thải cho trong Bảng 1 và khoảng thời gian lấy mẫu thông thường (tức là 30 min)

6.6 Vào lúc cuối giai đoạn lấy mẫu, tắt bơm lấy mẫu, ghi lại thời gian và số chỉ trên đồng hồ đo lưu lượng khí. Lấy các bình hấp thụ ra khỏi dây thiết bị lấy mẫu rồi chuyển một cách định lượng cả hai dung dịch mẫu vào một bình mẫu chung có dung tích thích hợp. Tráng rửa bình hấp thụ kể cả ống cắm trong bình, bằng nước và dùng quả bóp áp lực để đẩy nước rửa qua các màng xốp. Gộp nước rửa vào dung dịch lấy mẫu hỗn hợp đựng trong bình.

6.7 Sử dụng pH mét (5.2), điều chỉnh pH của dung dịch mẫu hỗn hợp tới pH 3,5 bằng cách thêm một thể tích thích hợp dung dịch chuẩn thể tích kali hydroxit (4.4) hoặc dung dịch chuẩn thể tích axit perchloric (4.5) như yêu cầu vào dung dịch mẫu hỗn hợp. Chuyển dung dịch mẫu hỗn hợp thu được vào bình định mức có dung tích danh định thích hợp (xem Bảng 1)

CHÚ THÍCH: Thể tích của hỗn hợp dung dịch mẫu đã xử lý được nêu trong Bảng 1 có thể vượt quá trong trường hợp khí thải có chứa hàm lượng ẩm cao. Trong những trường hợp như vậy, cần sử dụng bình định mức có dung tích lớn hơn

Thêm nước đến vạch mức rồi lắc đều.

TCVN 5975:2010

6.8 Để tiếp tục lấy mẫu khí thải, lại cho một thể tích thích hợp dung dịch hấp thụ vào từng bình hấp thụ, đặt các bình hấp thụ vào hệ thống lấy mẫu rồi tiến hành như đã nêu ở trên. Trong những trường hợp như vậy cần đảm bảo chắc chắn không để lượng lớn không khí bên ngoài xâm nhập vào bộ lọc bụi hoặc vào đầu lấy mẫu khi các bình hấp thụ bị tháo rời khỏi hệ thống lấy mẫu.

CHÚ THÍCH.

- 1 Thực nghiệm chỉ ra rằng, nhiệt độ ở bộ lọc bụi nằm trong khoảng từ 150 °C đến 200 °C là đủ.
- 2 Nếu dùng đồng hồ đo lưu lượng khí ướt trước khi lấy mẫu cần cho một lượng khí thải đang khảo sát đi qua thiết bị lấy mẫu có chứa một khối lượng carbon dioxide (CO₂) lớn hơn so với yêu cầu để làm bão hoà chất lỏng làm kín trong đồng hồ đo lưu lượng khí ướt bằng carbon dioxide. Thực nghiệm cho thấy rằng thể tích khí thải đang khảo sát nằm trong khoảng từ 0,05 m³ đến 0,1 m³ là đủ. Hơn nữa, nhiệt độ của chất lỏng làm kín trong đồng hồ đo lưu lượng khí ướt không được chênh lệch đáng kể so với nhiệt độ của khí đi qua.

Bảng 1 - Sự thay đổi thể tích khí thải đi qua thiết bị lấy mẫu, phản dung dịch mẫu hỗn hợp đã xử lý cần được chuẩn độ và thể tích dung dịch Ba(ClO₃)₂ tiêu tốn liên quan tới khoảng nồng độ khối lượng lưu huỳnh dioxide

Nồng độ khối lượng dự kiến của lưu huỳnh dioxide	Dung tích của các bình hấp thụ	Thể tích dung dịch hấp thụ cần cho vào mỗi bình hấp thụ	Thể tích khí thải đi qua thiết bị lấy mẫu	Thể tích dung dịch mẫu hỗn hợp đã được xử lý	Phản dung dịch mẫu hỗn hợp đã xử lý dùng để chuẩn độ	Thể tích dung dịch Ba(ClO ₃) ₂ dùng để chuẩn độ
mg/m	ml	ml	m ³	ml	ml	ml
30 đến 100	100	40	0,100	100	20	1,875 đến 6,25
Trên 100 đến 500	100	40	0,060	100	20	3,75 đến 18,75
Trên 500 đến 1000	250	80	0,060	250	20	7,5 đến 15,0
Trên 1000 đến 2000	250	80	0,030	250	20	7,5 đến 15,0
Trên 2000 đến 5000	250	80	0,030	250	20	15 đến 37,5
Trên 2000 đến 5100	250	80	0,030	250	10 ¹¹	7,5 đến 18,75

1) Phản dung dịch mẫu hỗn hợp để chuẩn độ được pha loãng thành 20 ml bằng nước cất.

7 Cách tiến hành

7.1 Kiểm tra hiệu suất hấp thụ

Cho một thể tích thích hợp dung dịch hấp thụ (xem Bảng 1) vào mỗi trong hai bình hấp thụ. Hai bình hấp thụ này là đồng nhất. Nối các bộ phận đã nêu trong 5.1 thành một thiết bị lấy mẫu. Dùng các khớp nối thủy tinh nhám hình cầu vào phía trước bình hấp thụ thứ hai.

Tham khảo Bảng 1 để chọn khoảng thời gian lấy mẫu sao cho lượng hấp thụ vào khoảng 0.5 mg lưu huỳnh dioxit trong 1 ml dung dịch hấp thụ ở bình hấp thụ thứ nhất. Tiến hành lấy mẫu như đã chỉ ra trong Điều 6.

Tính toán hiệu suất hấp thụ bằng cách chia thể tích dung dịch bari perchlorat tiêu chuẩn (4.3) dùng để chuẩn độ dung dịch mẫu trong bình hấp thụ thứ nhất cho tổng các thể tích dung dịch bari perchlorat (4.3) dùng để chuẩn độ các dung dịch mẫu trong các bình hấp thụ thứ nhất và thứ hai.

Hiệu suất hấp thụ cần đạt tối thiểu là 0,95. Những bình hấp thụ không đáp ứng yêu cầu này cần được loại bỏ.

7.2 Xác định

Chuyển phần dung dịch mẫu hỗn hợp đã xử lý nêu trong Bảng 1 vào một bình nón có dung tích thích hợp, thêm 80 ml propan-2-ol (4.1) cùng với 4 giọt dung dịch Thorin (4.6) vào khuấy đều. Ghi lại tỷ số, V_1 , giữa thể tích của dung dịch mẫu hỗn hợp đã xử lý và thể tích của phần đã lấy.

Chuẩn độ bằng dung dịch bari perchlorat chuẩn (4.3) đến khi chuyển màu từ vàng da cam sang màu hồng nhạt bền bằng sử dụng một burret có khoá hoặc một bộ chuẩn độ tự động, rồi ghi lại thể tích thuốc thử tiêu tốn. Lặp lại quy trình này và nếu hai kết quả không trùng lặp thì lặp lại lần thứ ba rồi tính giá trị trung bình, V_1 , của các giá trị đó.

CHÚ THÍCH Trong một số loại ánh sáng thì sự chuyển màu từ vàng da cam sang hồng nhạt bền là rất khó thấy, chẳng hạn trong ánh sáng huỳnh quang và ánh sáng mặt trời trực tiếp, việc chuẩn độ cần tiến hành dưới đèn ánh sáng ngày hoặc tốt hơn là dùng một quang kế với một bộ dẫn ánh sáng sợi thủy tinh quang học có khả năng đo độ truyền quang của các chất lỏng ở bước sóng 520 nm, và một bộ chuẩn độ tự động.

7.3 Chuẩn bị dung dịch trắng

Chuẩn bị một dung dịch trắng bằng cách thêm 80 ml propan-2-ol (4.1) và 4 giọt dung dịch Thorin (4.6) vào một phần của dung dịch hấp thụ; thể tích của nó bằng với thể tích của phần dung dịch mẫu hỗn hợp được xử lý, rồi tiến hành như đã nêu trên. Giá trị trắng, V_2 , thường được đánh giá cho mỗi lần pha dung dịch hấp thụ.

CHÚ THÍCH Nếu nồng độ khối lượng SO_2 có trong khí thải đang khảo sát là lớn hơn nhiều so với giới hạn phát hiện của phương pháp (xem 8.2.1) thì việc đánh giá các giá trị trắng có thể là không cần thiết nữa.

7.4 Chất gây nhiễu

7.4.1 Lưu huỳnh trioxit

Lưu huỳnh trioxit (SO_3) bị hấp thụ trong dung dịch tạo thành axit sunfuric. Tuy nhiên trong nhiều loại khí thải, lưu huỳnh trioxit chỉ có một lượng nhỏ và trong các trường hợp như vậy, ảnh hưởng của lưu huỳnh trioxit đến chỉ số chuẩn độ có thể bỏ qua. Ví dụ trong các khí thải từ các cơ sở đốt nhiên liệu, nồng độ khối lượng lưu huỳnh trioxit là nhỏ hơn 0,05 lần nồng độ khối lượng lưu huỳnh dioxit được xác định một cách riêng rẽ khỏi nồng độ khối lượng lưu huỳnh dioxit có trong các khí thải đang khảo sát, thì cần dùng phương pháp khác với phương pháp đã nêu trong tiêu chuẩn này

7.4.2 Sunfat dễ bay hơi

Các sunfat dễ bay hơi mà trong các điều kiện lấy mẫu tạo thành các ion sunfat trong dung dịch hấp thụ có thể gây cản trở.

7.4.3 Anion

Các anion bị hấp thụ bởi dung dịch hấp thụ và tạo thành các muối dễ tan với các ion bari ở pH 3,5 cũng có thể gây cản trở.

CHÚ THÍCH Sự cản trở do các hỗn hợp clo vô cơ ở dạng khí và các oxit bền thường xảy ra trong khí ống khói

Trong những trường hợp đặc biệt (nhiệt độ khí ống khói rất cao) thì ảnh hưởng của các sunfat dễ bay hơi và các muối dễ bay hơi của các cation kim loại đa hoá trị có thể xảy ra

7.4.4 Muối dễ bay hơi của các cation kim loại đa hoá trị

Các muối này có các phản ứng với chất chỉ thị Thorin. Tuy nhiên, các cation kim loại có thể bị loại khỏi dung dịch mẫu hỗn hợp đã xử lý bằng nhựa trao đổi cation (xem chú thích ở 7.4.3)

8 Biểu thị kết quả

8.1 Tính toán

Nồng độ khối lượng lưu huỳnh dioxit $\rho(\text{SO}_2)$ tính theo miligam trên mét khối, có trong mẫu khí thải ở điều kiện tiêu chuẩn ($p_0 = 101,3 \text{ kPa}$ và $T_0 = 273,1 \text{ K}$), quy về khí thải khô được tính theo biểu thức sau

$$\rho(\text{SO}_2) = f_A \times f_v \times \frac{V_1 - V_2}{V_1} \times \frac{101,3 \times (273,1 + \theta_1)}{273,1 \times (p - p_{\text{H}_2\text{O}})}$$

Trong đó:

f_A là lượng tương đương với lưu huỳnh dioxit của dung dịch bari perchlorat đem dùng, tính bằng microgam trên mililit;

f_1 là tỷ số thể tích dung dịch mẫu đã xử lý với thể tích của phần dung dịch mẫu, được đem chuẩn độ.

p là áp suất khí quyển, tính bằng kilopascal, ở giai đoạn lấy mẫu.

p_{H_2O} là áp suất riêng phần của hơi nước, tính bằng kilopascal, ở nhiệt độ bách phân θ ; nếu dùng đồng hồ đo lưu lượng khí khô thì áp suất riêng ở phần của hơi nước là bằng 0.

V_1 là giá trị trung bình của các giá trị thể tích dung dịch bari perchlorat chuẩn (4.3) được dùng để chuẩn độ phần dung dịch mẫu hỗn hợp đã xử lý (xem Bảng 1), tính bằng mililit;

V_2 là giá trị trung bình của các giá trị thể tích dung dịch bari perchlorat chuẩn (4.3) được dùng để chuẩn độ các dung dịch trắng, tính bằng mililit;

V_3 là thể tích của mẫu khí thải, tính bằng mét khối;

θ là nhiệt độ của thể tích khí thải đang khảo sát khi đi qua đồng hồ đo lưu lượng khí tính bằng độ Celcius

8.2 Đặc tính của phương pháp

8.2.1 Giới hạn phát hiện ¹⁾

Giới hạn phát hiện của phương pháp này là 0,72 mg/m³ khi cho thể tích 0,09 m³ khí thải đang khảo sát đi qua thiết bị lấy mẫu và khi chọn các phần dung dịch mẫu như đã nêu ở Bảng 1

8.2.2 Độ lệch chuẩn trong những điều kiện lặp lại

Dựa trên các nồng độ khối lượng lưu huỳnh dioxide xác định được trong các thể tích khí thải như nhau, ở cùng một thời điểm và trong một khoảng thời gian giống nhau từ một điểm đo giống nhau, các độ lệch chuẩn trong các điều kiện lặp lại được cho trong Bảng 2 sau đây:

¹⁾ Định nghĩa, xem TCVN 6500 (ISO 6879)

Bảng 2 – Độ lệch chuẩn trong những điều kiện lặp lại

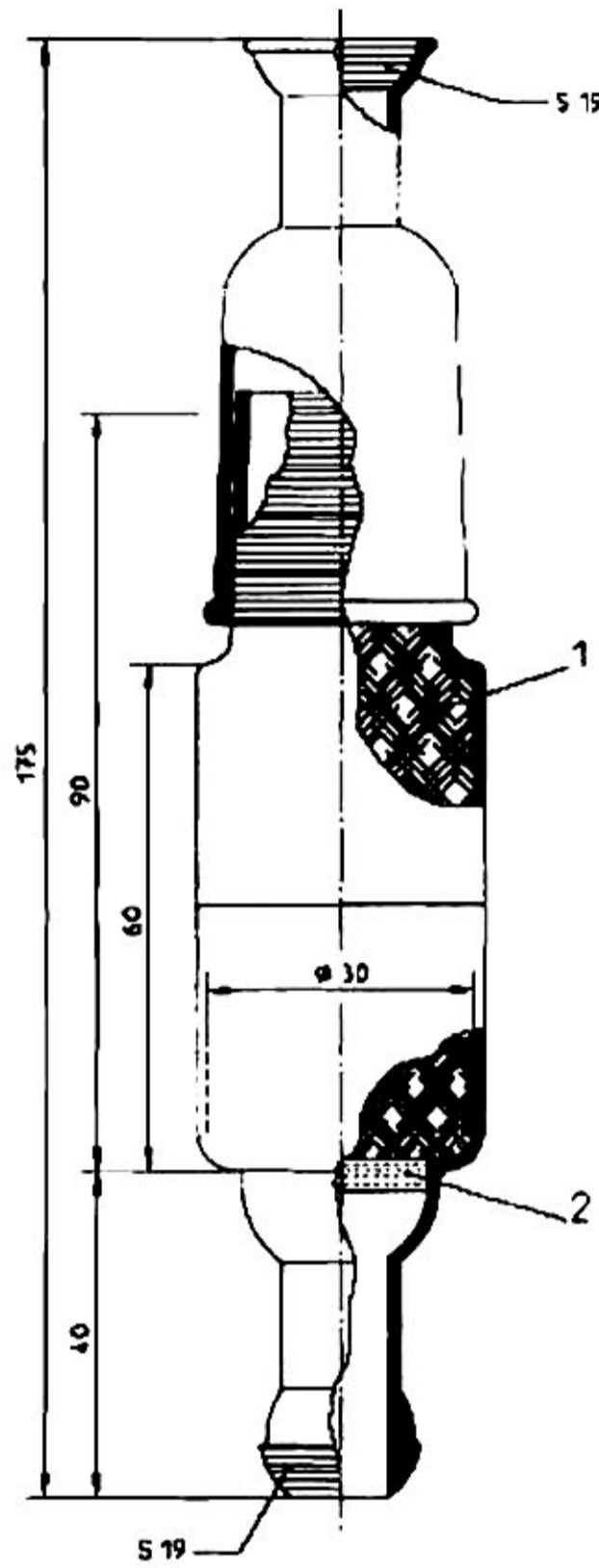
Giá trị trung bình của nồng độ khối lượng lưu huỳnh đioxit mg/m^3	Số cặp giá trị n	Độ lệch chuẩn của dãy phép đo dựa trên n cặp giá trị mg/m^3
16	10	4,4
221	35	7,1
470	10	17
2000	28	74

9 Báo cáo thử

Trong báo cáo thử, ít nhất cần phải có các thông tin sau:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này.
- b) Nhận biết đầy đủ mẫu.
- c) Mô tả nhà máy và quá trình hoạt động (công nghệ).
- d) Điều kiện vận hành của nhà máy.
- e) Vị trí mặt phẳng đo.
- f) Vị trí điểm đo trong mặt phẳng đo.
- g) Những thay đổi trong các hoạt động của nhà máy trong khi lấy mẫu, ví dụ những thay đổi bộ phận đốt nhiên liệu.
- h) Bất kỳ thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được coi là tùy ý.
- i) Kết quả thử.
- j) Ngày tháng và thời gian lấy mẫu.

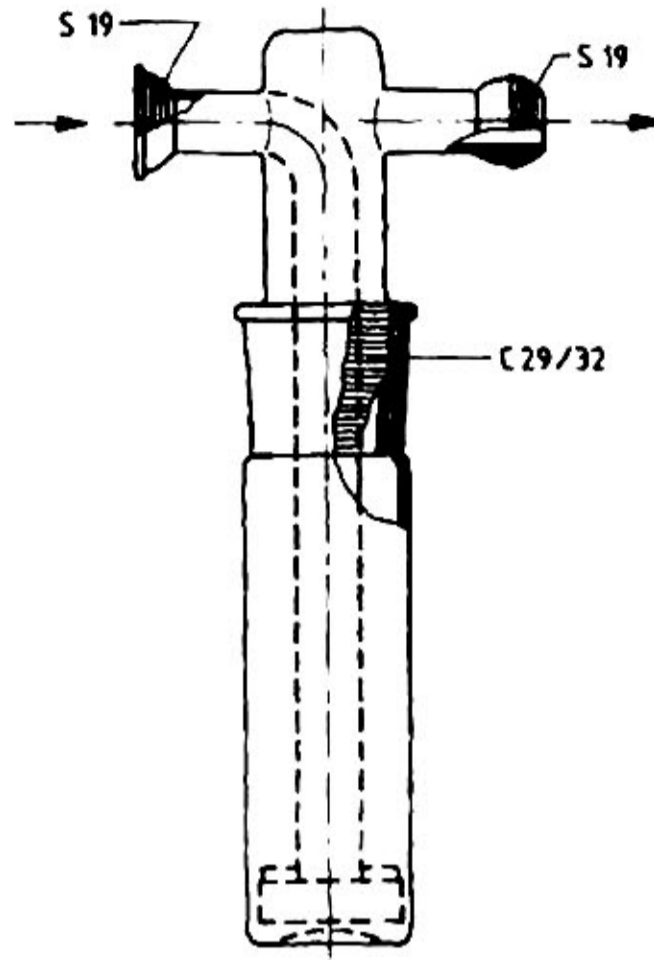
Kích thước tính bằng milimét

**CHÚ DẪN**

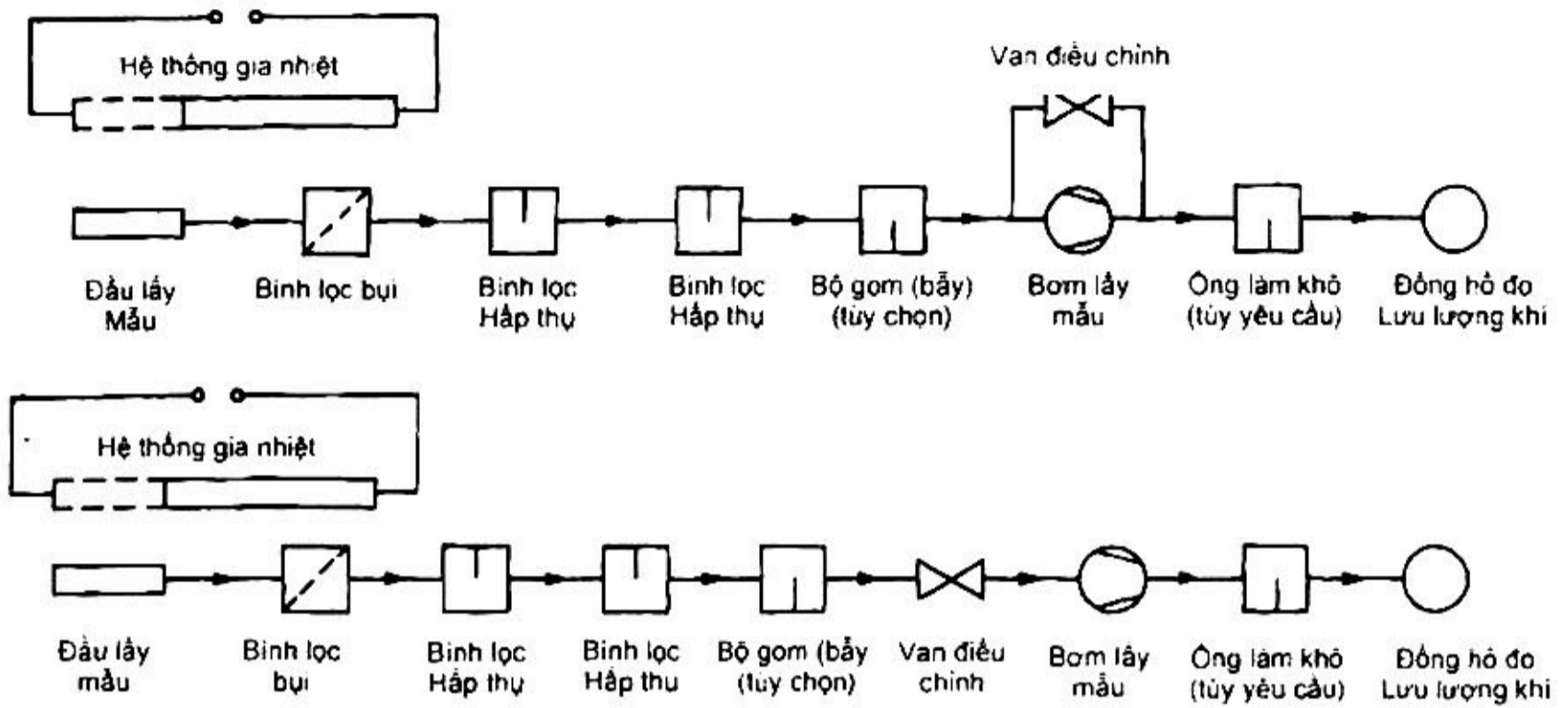
- 1 Bông thạch anh,
khoảng 0,5 g đến 0,8 g,
nhồi lần lượt
- 2 Tấm có lỗ
hoặc màng xếp

Hình 1 - Ví dụ về bộ lọc bụi

Kích thước tính bằng milimét



Hình 2 – Bình hấp thụ



Hình 3 – Sơ đồ các dãy thiết bị lấy mẫu để xác định nồng độ lưu huỳnh dioxide trong các khí thải nguồn tĩnh