

## TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 7987:2018

ISO 11724:2016

### NHIÊN LIỆU KHOÁNG RẮN - XÁC ĐỊNH FLO TỔNG TRONG THAN, CỐC VÀ TRO BAY

*Solid mineral fuels - Determination of total fluorine in coal, coke and fly ash*

#### Lời nói đầu

TCVN 7987:2018 thay thế TCVN 7987:2008.

TCVN 7987:2018 hoàn toàn tương đương với ISO 11724:2016.

TCVN 7987:2018 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC27 *Nhiên liệu khoáng rắn* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

### NHIÊN LIỆU KHOÁNG RẮN - XÁC ĐỊNH FLO TỔNG TRONG THAN, CỐC VÀ TRO BAY

*Solid mineral fuels - Determination of total fluorine in coal, coke and fly ash*

#### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định flo tổng trong than, cốc và tro bay.

Phép xác định flo tổng này, không dùng để đánh giá lượng flo giải phóng ra môi trường khi sử dụng than và cặn tro.

#### 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết khi áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng 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 bản sửa đổi (nếu có).

TCVN 172 (ISO 589), *Than đá - Xác định độ ẩm toàn phần.*

TCVN 4919 (ISO 687), *Cốc - Xác định độ ẩm trong mẫu phân tích.*

TCVN 8620-2 (ISO 5068-2), *Than nâu và than non - Xác định hàm lượng ẩm - Phương pháp khối lượng gián tiếp.*

TCVN 11152 (ISO 11722), *Nhiên liệu khoáng rắn - Than đá - Xác định độ ẩm trong mẫu thử phân tích chung bằng phương pháp sấy trong dòng nitơ.*

ISO 5069-2, *Brown coals and lignites - Principles of sampling - Part 2: Sample preparation for determination of moisture content and for general analysis (Than nâu và than non - Nguyên tắc lấy mẫu - Phần 2: Chuẩn bị mẫu để xác định hàm lượng ẩm và để phân tích chung).*

ISO 13909-4 *Hard coal and coke - Mechanical sampling - Part 4: Coal - Preparation of test samples (Than đá và cốc - Lấy mẫu cơ học - Phần 4: Than - Chuẩn bị mẫu thử).*

ISO 13909-6 *Hard coal and coke - Mechanical sampling - Part 6: Coke - Preparation of test samples (Than đá và cốc - Lấy mẫu cơ học - Phần 6: Cốc - Chuẩn bị mẫu thử).*

#### 3 Thuật ngữ và định nghĩa

Không có thuật ngữ và định nghĩa được liệt kê trong tiêu chuẩn này

#### 4 Nguyên tắc

Trộn mẫu than, cốc hoặc tro bay với silica, và thủy phân nhiệt độ cao trong lò ống ở nhiệt độ khoảng

1 200 °C trong môi trường oxy và hơi nước. Hấp thụ hỗn hợp flo bay hơi bằng dung dịch phù hợp và tiến hành xác định bằng điện cực chọn lọc ion (ISE) hoặc kỹ thuật sắc ký khi ion (IC).

## 5 Thuốc thử

**CẢNH BÁO Phải cẩn thận khi tiếp xúc với thuốc thử, vì nhiều thuốc thử có tính độc và ăn mòn.**

Trong quá trình phân tích, nếu không có quy định khác, chỉ dùng thuốc thử loại tinh khiết phân tích và chỉ dùng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

**5.1 Silica** cỡ hạt lớn nhất 75 µm, nung ở 1 000 °C trong 1 h.

CHÚ Ý Silica mịn có thể gây nguy hiểm đến sức khỏe con người nếu hít phải.

### 5.2 Dung dịch sử dụng cho phép đo ISE

#### 5.2.1 Dung dịch flo tiêu chuẩn (1 g chứa 200 µg F)

a) Đối với phương pháp so sánh trực tiếp

Hòa tan 0,221 0 g ± 0,000 2 g natri florua đã sấy khô (110 °C trong 1 h) trong khoảng 400 ml nước chứa trong chai nhựa đã biết trước khối lượng, pha loãng bằng nước đến 500 g ± 0,5 g, và lắc đều.

b) Đối với phương pháp cho thêm chất phân tích

Hòa tan 0,221 0 g ± 0,000 2 g natri florua đã sấy khô (110 °C trong 1 h) trong chai nhựa đã biết trước khối lượng 150 ml nước và 100 g chất đệm (5.2.3). Pha loãng bằng nước đến 500 g ± 0,5 g, và lắc đều.

#### 5.2.2 Dung dịch hấp thụ (0,025 mol/l NaOH)

Hòa tan 2,0 g natri hydroxit trong khoảng 500 ml nước. Chuyển vào chai nhựa đã biết trước khối lượng 2,5 L, pha loãng bằng nước đến 2 000 g, và lắc đều.

#### 5.2.3 Chất đệm (pH 6,5)

Hòa tan 10,0 g kali nitrat, 5 g axit 1,2-cyclohexylenedinitrilotetraacetic (CDTA) và 115 g amoni acetat trong 350 ml nước. Điều chỉnh pH bằng axit acetic bằng đến 6,5. Pha loãng bằng nước đến 500 g, và lắc đều.

#### 5.2.4 Dung dịch để bảo quản ISE florua

Cân 20 g nước, 20 g dung dịch hấp thụ (5.2.2) và 10 g chất đệm (5.2.3) cho vào lọ nhỏ bằng polystyren (5.2). Thêm khoảng 200 mg dung dịch flo tiêu chuẩn [5.2.1 a) hoặc 5.2.1 b)], và lắc đều.

### 5.3 Dung dịch sử dụng cho phép đo IC

#### 5.3.1 Dung dịch flo tiêu chuẩn (1 g chứa 200 µg F)

Hòa tan 0,221 0 g ± 0,000 2 g natri florua đã sấy khô (110 °C trong 1h) trong khoảng 400 ml nước chứa trong chai nhựa, pha loãng bằng nước đến 500 g ± 0,5 g, và lắc đều.

#### 5.3.2 Dung dịch hấp thụ sử dụng cho phép đo IC

Hòa tan 0,300 g natri hydro cacbonat và 1,120 g natri cacbonat trong khoảng 500 ml nước và pha loãng đến 2 L.

### 5.4 Oxy, nén.

## 6 Thiết bị, dụng cụ

**6.1 Lọ nhỏ**, được làm bằng thủy tinh hoặc polystyren, dung tích 10 ml đến 30 ml có nắp bằng nhựa để lắp vừa khít.

**6.2 Chai polypropylen hoặc lọ nhỏ polystyren**, dung tích 125 ml, cổ rộng có nắp vặn.

**6.3 Cân**, có khả năng cân chính xác đến 0,000 1 g; cân có khả năng cân khoảng 200 g chính xác đến 0,001 g; cân có khả năng cân 600 g chính xác đến 0,01 g; và cân có khả năng cân 3 000 g chính xác đến 0,1 g.

**6.4 Chai polyetylen để pha chế**, dùng cho dung dịch flo tiêu chuẩn (5.2.1), dung dịch hấp thụ (5.2.2) và chất đệm (5.2.3).

**6.5 Micropipet**, có dung tích khác nhau, loại ít nhất là 1 ml.

Có thể sử dụng chai polyetylen 250 ml (5.4) phù hợp để phân chia lượng nhỏ thể tích dung dịch flo tiêu chuẩn (5.2.1).

**6.6 Thiết bị cho phép thủy phân nhiệt độ cao trong lò nung dạng ống** (xem Hình 1)

**6.6.1 Máy phát hơi nước**, bao gồm:

- a) bình đáy tròn, dung tích 2 L;
- b) vỏ gia nhiệt, dung tích 2 L;
- c) ống chữ Y, bằng thủy tinh, đường kính 10 mm;
- d) ống phân bố oxy, độ xốp 0;
- e) van, ba hướng và hai hướng.

**6.6.2 Lò ống silica và các phụ tùng**

Sử dụng các thiết bị tương đương như quy định trong ISO 351

**a) Ống silica**, làm bằng silica tinh khiết màu trắng đục (có đường kính ngoài 25 mm, đường kính trong 20 mm), chiều dài (loại điển hình 700 mm) phù hợp để sử dụng đối với từng lò riêng biệt (thông thường chiều dài xấp xỉ bằng 400 mm). Tốt nhất là, cuối đầu dẫn khi ra phải thu hẹp để lồng vào ống có đường kính khoảng 7 mm.

CHÚ THÍCH Cách khác là có thể dùng ống đốt có kết cấu chịu lửa không tương ứng với đặc tính ứng suất nhiệt cho hoạt động của phương pháp này.

**b) Nút Silicon**, có đường kính 20 mm, đặt ở vị trí cuối của đầu vào (và cuối đầu ra, nếu phù hợp) ống silica được mô tả tại a).

**c) Thuyền đốt**, làm bằng sứ cao nhôm không tráng men (kích thước khoảng 97 mm x 16 mm x 12 mm) nung ở 1 000 °C trong 1 h.

**d) Vật đẩy silica và ống chữ T**, gồm có thanh đẩy silica (có đường kính 5 mm và dài 500 mm) nung chảy một đầu để tạo mặt đĩa phẳng có đường kính từ 10 mm đến 12 mm, và một đầu bằng phụ tùng tính nối với đầu kia bằng nhựa thông epoxy, ống chữ T (dài 500 mm) bao gồm thủy tinh borosilicat và ống silica a) được làm nhô ra 10 mm luồn qua nút b). Ngăn ống chữ T với máy phát hơi nước bằng van ba hướng [5.6.1 e)]. Sử dụng nam châm để di chuyển vật đẩy bên trong ống chữ T.

**e) Lò nung**, có khả năng đạt đến nhiệt độ ít nhất bằng 1 200 °C.

**6.6.3 Bình hấp thụ**: chai lọc khí Dreschel hoặc tương đương, dung tích 125 ml, có ống phân bố khí [6.6.1 d)] vừa khít với đĩa thủy tinh thiêu kết, kích thước lỗ từ 15 µm đến 40 µm đặt thẳng đứng 90 ° cách đỉnh khoảng 60 mm.

**6.6.4 Thùng nước**, loại phù hợp để chứa được bình hấp thụ.

**6.7 Thiết bị đo ISE**

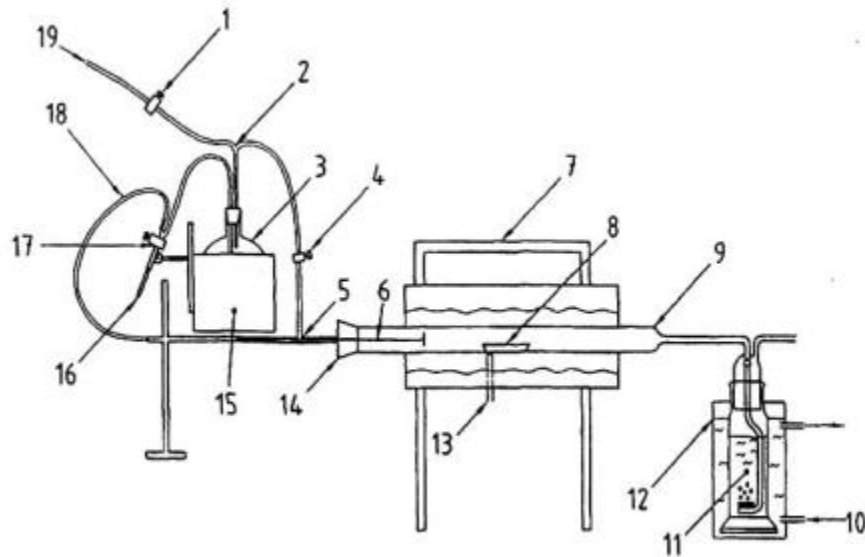
**6.7.1 Máy khuấy từ**, dùng thanh khuấy polyetrafluoroethylen.

**6.7.2 Điện cực**: điện cực chọn lọc ion flo ở trạng thái rắn và điện cực so sánh.

Điện cực florua phải được làm bóng hàng ngày để kéo dài công suất tối ưu nhất. Điều này có thể đạt được bằng cách, ví dụ dùng bụi kim cương kích thước 0,25 mm, hoặc phun bụi nhôm lên vải đánh bóng và đánh bóng điện cực trong khoảng từ 30 s đến 60 s. Điện cực phải được bảo quản nơi khô ráo, ít nhất 30 min trước khi sử dụng và được chuẩn bị bằng cách nhúng vào dung dịch bảo quản (5.2.4).

**6.7.3 Mini vôn kế**, có thang đo 0,1 mV.

**6.8 Thiết bị đo IC**, được trang bị kèm theo bơm sắc ký khí, cột phân tách anion, detector dòng điện và máy tích phân.



### Chú dẫn

1 Van	8 Thuyền đốt	15 Vỏ gia nhiệt
2 Ống chữ Y	9 Ống silica	16 Oxy vào
3 Bình đáy tròn	10 Nước làm nguội	17 Van ba hướng
4 Van	11 Bình hấp thụ	18 Ống phân bố hơi nước
5 Ống chữ T	12 Thùng nước	19 Vào khóa
6 Thanh đẩy silica	13 Cặp nhiệt điện	
7 Lò nung	14 Nút Silicon	

**Hình 1 - Biểu đồ về thiết bị thủy phân nhiệt độ cao**

## 7 Mẫu thử

### 7.1 Than và cốc

Mẫu thử là mẫu để phân tích chung chuẩn bị tương ứng theo ISO 5069-2, ISO 13909-4 hoặc ISO 13909-6 tùy mục đích thử nghiệm.

### 7.2 Tro bay

Thông thường tro bay có cỡ hạt nhỏ hơn 75  $\mu\text{m}$  vì vậy có thể không cần giảm cỡ hạt trước khi phân tích. Tuy nhiên trong trường hợp đặc biệt có thể tập hợp và chuẩn bị mẫu đại diện và tránh sự nhiễm bẩn.

## **8 Cách tiến hành**

### **8.1 Số phép xác định**

Có thể tiến hành phân tích hai lần lặp lại trên phần mẫu thử riêng biệt của than, cốc hoặc tro bay.

### **8.2 Chuẩn bị mẫu thử**

Phần mẫu thử được lấy để phân tích dựa vào phần trăm khối lượng flo có mặt. Quy trình sau giả thiết phần trăm khối lượng của flo lớn nhất là 2 000 µg/g. Nếu biết trước phần trăm khối lượng flo lớn hơn hoặc, cân đối để giảm khối lượng mẫu có thể lấy để đảm bảo flo trong mẫu được thu hồi hoàn toàn.

Cân 250 mg than, cốc hoặc tro bay chính xác đến 0,1 mg, (đây là khối lượng mẫu,  $m_s$ ) và trộn đều với 250 mg  $\pm$  5 mg silica (5.1) trong lọ nhỏ (5.1). Nếu tính toán trên cơ sở khác so với yêu cầu đã nhận thì đồng thời cân lượng mẫu khác để xác định độ ẩm trong than, cốc hoặc tro bay bằng một trong các phương pháp quy định trong TCVN 172 (ISO 589), ISO 11722, ISO 5068 hoặc TCVN 4919 (ISO 687), tương ứng.

### **8.3 Phép thử trắng**

Phép thử trắng có thể tiến hành hai lần lặp lại với mỗi lô mẫu thử.

### **8.4 Quy trình thủy phân nhiệt độ cao**

#### **8.4.1 Chuẩn bị thiết bị**

Cho vào bình đáy tròn [6.6.1 a) một ít vẩy chống trào và 1 600 ml nước. Để cho máy phát hơi nước sôi nhẹ. Nồi bình hấp thụ (6.6.3) có chứa khoảng 50 ml nước. Khi lò đã đạt nhiệt độ 1 200 °C, cho dòng oxy thổi qua máy phát hơi nước vào lò với lưu lượng khoảng 750 ml/min trong 15 min.

Giảm thiểu nồng độ hơi nước, định vị ống silica trong lò, sao cho điểm cuối của đầu ra nhô ra ít hơn 100 mm. Điều chỉnh dòng oxy và nhiệt độ của máy phát hơi nước sao cho thu được phần ngưng khoảng 40 g trong suốt 18 min thủy phân nhiệt độ cao.

Tránh để ống silica cong quá mức, nhiệt độ không được vượt quá 1 225 °C.

#### **8.4.2 Thủy phân nhiệt độ cao**

Thêm 50 ml  $\pm$  1 ml dung dịch hấp thụ (5.2.2 hoặc 5.3.2) tương ứng vào bình hấp thụ (6.6.3). Bảo đảm đầu ra của cụm ống đốt ống cao su silicon và đệm nối thủy tinh silica tiếp xúc với đầu ra hình ống nếu sử dụng ống đốt [6.6.2 a)]. Đặt bình hấp thụ vào thùng nước và bảo đảm đủ dòng nước làm lạnh bao quanh.

Chuyển hỗn hợp mẫu/silica từ lọ nhỏ (5.1) sang thuyền đốt.

Cho dòng oxy, đi qua máy phát hơi nước, với lưu lượng 750 ml/min vào lò. Đặt thuyền mẫu thử vào đầu vào của ống đốt sao cho cách tâm vùng nóng nhất khoảng 200 mm. Nối lại thanh đẩy silica và ống chữ T, sau 1 min, thổi một lần nữa dòng oxy qua máy phát hơi nước vào ống đốt. Sau năm chu kỳ tiếp theo khoảng 30 s, đẩy thuyền mẫu thử về phía trước khoảng 40 mm, mỗi lần lại lấy vật đẩy silica ra để tránh bị biến dạng. Sau lần đẩy cuối cùng thuyền phải ở tâm vùng nóng nhất. Đối với các loại than cụ thể có chất bốc ở tốc độ cao, giai đoạn đầu của quá trình gia nhiệt có thể tạo ra chất mang theo hạt cacbon. Đối với các loại than đó, phải giảm tốc độ đẩy.

Tiếp tục thủy phân nhiệt độ cao khoảng hơn 15 min nữa.

Mức nước trong bình (6.6.1 a)] phải được duy trì trong khoảng từ 700 ml đến 1 600 ml.

#### **8.4.3 Xử lý chất thủy phân nhiệt độ cao**

Tại thời điểm kết thúc thủy phân nhiệt độ cao, thổi một lần nữa dòng oxy xung quanh máy phát hơi nước và để hơi nước dư thoát vào bồn.

Tháo các bình hấp thụ ra khỏi ống đốt và xả dần lượng khí trong ống.

Xả chất thủy phân nhiệt độ cao vào trong lọ polypropylen (6.2) với một lượng nhỏ nước và để nguội đến nhiệt độ phòng.

Với lưu lượng dòng oxy bằng 750 ml/min và tốc độ gia nhiệt chính xác của máy phát hơi nước, tổng khối lượng chất thủy phân nhiệt độ cao ở giai đoạn này phải bằng khoảng 90 g.

Đối với phép đo bằng ISE, đặt chất thủy phân nhiệt độ cao lên cân, cho thêm khoảng 0,75 g ( $m_1$ ) dung dịch flo tiêu chuẩn [5.2.1 a)] bằng chai (6.4) hoặc dùng micropipet điều chỉnh (5.5); phần tăng khối lượng ( $m_1$ ) cho phép tính được lượng flo đã thêm vào.

Pha loãng bằng nước đến 100 g  $\pm$  0,1 g ( $m_2$ ), và lắc. Ghi lại khối lượng chất thủy phân nhiệt độ cao và lắc.

Đối với phương pháp ISE, chuyển khoảng 40 g chất thủy phân nhiệt độ cao, đã cân chính xác đến 0,02 g ( $m_a$ ), cho vào các lọ nhỏ polystyren (5.2). Tính toán khối lượng chất đệm (5.2.3) (khoảng 10 g) cần để nồng độ chất đệm đạt được 20 % (khối lượng), và thêm 0,05 g chất đệm ( $m_b$ ) bằng cách cho thêm vào cân (6.3) và chai pha chế (6.4). Làm kín các lọ nhỏ và tập hợp lại để đo ISE.

## 8.5 Đo dung dịch

### 8.5.1 Quy định chung

Trong điều này, quy trình mô tả sự thủy phân nhiệt độ cao bằng cách so sánh trực tiếp ISE, thêm chất phân tích ISE hoặc đo IC.

Để giảm thiểu độ lệch, các phép đo ISE được thực hiện ở độ rọi không đổi và tại nhiệt độ không đổi.

### 8.5.2 Phương pháp ISE so sánh trực tiếp

Cho vào từng chai trong bốn chai 125 ml (6.2), 50,0 ml  $\pm$  1 ml dung dịch hấp thụ (5.2.2), ghi nhãn các chai S1, S2, S3 và S4, và lần lượt thêm 500 mg  $\pm$  5 mg, 1 000 mg  $\pm$  10 mg, 1 500 mg  $\pm$  15 mg và 2 000 mg  $\pm$  20 mg dung dịch flo tiêu chuẩn [5.2.1 a)] đã cân chính xác đến miligam. Pha loãng bằng nước đến 100,0 g  $\pm$  0,05 g, và lắc đều. Lượng flo trong các dung dịch này là 1  $\mu$ g/g, 2  $\mu$ g/g, 3  $\mu$ g/g và 4  $\mu$ g/g. Thêm một lượng chất đệm (5.2.3) đã đo chính xác đến khoảng 40 g vào mỗi dung dịch, bằng cách tương tự đối với mẫu (8.4.3).

Trước khi đo để dung dịch đạt được nhiệt độ xung quanh. Đặt thanh khuấy trong dung dịch và cách ly nhiệt giữa lọ nhỏ và máy khuấy từ. Lấy điện cực (6.7.2) ra khỏi dung dịch để bảo quản (5.2.4) và làm khô bằng giấy lọc. Khuấy dung dịch do trong khoảng từ 5 s đến 10 s trước khi nhúng điện cực sâu 20 mm và làm sạch bọt không khí từ phần cảm ứng của điện cực. Ghi lại điện thế sau 2 min đến 3 min (chính xác đến 0,1 mV).

Số đọc này phải không chênh nhau quá 0,1 mV trong 2 min liên tiếp, với điều kiện là các nguyên tố cảm ứng được đánh bóng (xem 6.7.2) và điện cực đối chứng vận hành đúng chức năng và chứa dung dịch mới nạp.

Lấy điện cực ra khỏi dung dịch đo, rửa qua bằng nước cho vào cốc rửa, và nhúng vào dung dịch bảo quản đã khuấy (5.2.4) ít nhất 30 s trước khi lấy để nhúng vào dung dịch đo tiếp theo, như mô tả ở trên.

Điện cực chịu được thay đổi nhỏ trong toàn bộ các phép đo, và một vài tiến bộ đáng kể về độ chính xác và độ chụm đạt được bằng cách kiểm tra các thay đổi này. Bắt đầu đọc bằng số đọc S2 trước mọi dung dịch khác. Đọc S1, S3, S4 sau đó đọc lại S2. Tiếp theo đọc S2 sau bốn quy trình dung dịch chất thủy phân nhiệt độ cao, và làm lại lần cuối để kết thúc. (Điều chỉnh độ tuyến tính của các phép đo dung dịch gộp mẫu/tiêu chuẩn/trắng, để đạt được chất lượng tối ưu).

### 8.5.3 Phương pháp ISE thêm chất phân tích

Đặt điện cực sẵn trong dung dịch bảo quản đã khuấy (5.2.4).

Xác định độ nghiêng của điện cực (S) theo các thông tin của nhà sản xuất.

Bắt đầu như mô tả tại đoạn hai của 8.5.2. Ghi lại điện thế sau 2 min đến 3 min, chính xác đến 0,1 mV ( $E_i$ ).

Dùng cân (6.3) và một chai pha chế (6.4) hoặc các thiết bị phù hợp khác, thêm khoảng 0,5 g đến 3 g (ms cân chính xác đến miligam) dung dịch flo tiêu chuẩn [5.2.1 b)] sao cho số đọc dụng cụ đo thấp hơn khoảng 20 mV đến 30 mV. Sau 2 min hoặc 3 min, ghi lại điện thế chính xác đến 0.1 mV ( $E_2$ ).

Lấy điện cực ra khỏi dung dịch đo, rửa qua bằng nước cho vào cốc rửa và nhúng vào dung dịch bảo quản đã khuấy (5.2.4) ít nhất 30 s trước khi lấy để nhúng vào dung dịch đo như trong đoạn ba ở trên.

#### 8.5.4 Phương pháp IC

Cân 100 mg  $\pm$  1 mg, 200 mg  $\pm$  2 mg, 300 mg  $\pm$  3 mg, 400 mg  $\pm$  4 mg và 800 mg  $\pm$  8 mg dung dịch flo tiêu chuẩn [5.2.1 a)] chính xác đến miligam vào dãy bốn chai 125 ml hoặc lọ nhỏ (6.2). Thêm 50 ml dung dịch hấp thụ (5.3.2) và pha loãng chính xác đến khối lượng thực 100 g ( $\pm$  0,1 g). Phần khối lượng flo trong dung dịch là 0,2  $\mu$ g/g, 0,4  $\mu$ g/g, 0,8  $\mu$ g/g và 1,6  $\mu$ g/g.

Tiến hành phép đo theo hướng dẫn của nhà sản xuất thiết bị.

CHÚ THÍCH Các mẫu có phần khối lượng flo vượt quá dải hiệu chuẩn, yêu cầu phải pha loãng và phù hợp với nền.

### 9 Tính toán

#### 9.1 Quy định chung

Phụ thuộc vào quy trình sử dụng để xác định lượng flo trong chất thủy phân nhiệt độ cao, Cần một trong các công thức trong các điều sau để tính kết quả. Trong mỗi trường hợp khối lượng flo được tính cho mỗi mẫu và dung dịch thử trắng, và phần trăm khối lượng flo trong mẫu được tính theo công thức sau:

$$w_{F,ad} = \frac{m_s - m_f}{m_s} \quad (1)$$

trong đó

$w_{F,ad}$  là phần khối lượng flo trong mẫu, tính bằng microgam trên gam;

$m_f$  là khối lượng flo trong mẫu hoặc chất thủy phân nhiệt độ cao thử nghiệm trắng, tính bằng microgam;

$m_s$  là khối lượng của mẫu lấy đối với việc thủy phân nhiệt độ cao, tính bằng gam.

#### 9.2 Phương pháp ISE so sánh trực tiếp

Sử dụng số liệu thu được từ dung dịch hiệu chuẩn, đồ thị logarit của phần khối lượng flo theo điện thế, tính bằng milivol.

CHÚ THÍCH Vì dung dịch pha loãng 4 + 1 là tương đương với dung dịch hiệu chuẩn và dung dịch mẫu, nên bỏ qua việc pha loãng này trong các tính toán tiếp theo.

Từ đồ thị, thu được phần khối lượng flo  $w_{c,2}$  trong dung dịch mẫu.

Theo đó

$$m_f = w_{F,2}m_2 - w_{F,1}m_1$$

trong đó

$m_f$  là khối lượng flo trong mẫu hoặc chất thủy phân nhiệt độ cao thử nghiệm trắng, tính bằng microgam;

$w_{F,2}$  là phần khối lượng của flo trong dung dịch mẫu, thu được từ đồ thị, tính bằng microgam trên

gam;

$m_2$  là khối lượng mẫu của chất thủy phân nhiệt độ cao (100,0 g), tính bằng gam;

$w_{F,1}$  là phần khối lượng của dung dịch flo tiêu chuẩn [5.2.1 a)] = 200  $\mu\text{g/g}$  (từ phương pháp) tính bằng microgam trên gam;

$m_1$  là khối lượng flo tiêu chuẩn [5.2.1 a)] đã thêm vào sản phẩm thủy phân nhiệt độ cao, tính bằng gam.

### 9.3 Phương pháp ISE thêm chất phân tích

Tính khối lượng flo theo công thức sau

$$m_f = \frac{wm_d m_2}{m_a \left(1 + \frac{m_d}{(m_a + m_b)}\right) 10 \frac{(E_1 - E_2)}{s} - wm_1}$$

trong đó

$m_f$  là khối lượng flo trong mẫu hoặc chất thủy phân nhiệt độ cao thử nghiệm trắng, tính bằng miligam;

$w$  là phần khối lượng của dung dịch flo tiêu chuẩn [5.2.1 a)] và [5.2.1 b)] (200  $\mu\text{g/g}$ ) tính bằng miligam trên gam;

$m_2$  là khối lượng mẫu hoặc chất thủy phân nhiệt độ cao thử nghiệm trắng, tính bằng gam;

$m_d$  là khối lượng dung dịch flo tiêu chuẩn [5.2.1 b)] đã thêm vào để đạt được điện thế  $E_2$ , tính bằng gam;

$m_a$  là khối lượng ước số của chất thủy phân nhiệt độ cao, tính bằng gam;

$m_b$  là khối lượng của chất đệm thêm vào để thu được ước số, tính bằng gam;

$E_1$  là điện thế đầu của chất thủy phân nhiệt độ cao có chất đệm, tính bằng milivol;

$E_2$  là điện thế cuối của chất thủy phân nhiệt độ cao có chất đệm sau khi thêm dung dịch flo tiêu chuẩn, tính bằng milivol;

$S$  là độ nghiêng của điện cực ở nhiệt độ của phép xác định; tính bằng milivol trên nồng độ 10;

$m_1$  là khối lượng dung dịch flo tiêu chuẩn [5.2.1 a)] thêm vào 7.4.3, tính bằng gam.

### 9.4 Phương pháp IC

Sử dụng các số liệu thu được từ dung dịch hiệu chuẩn, đồ thị phần khối lượng flo trong chất thủy phân nhiệt độ cao theo độ nhạy thiết bị IC (chẳng hạn chiều cao pic hoặc diện tích pic). Thu được phần khối lượng flo trong mẫu hoặc sản phẩm thủy phân nhiệt độ cao thử nghiệm trắng  $w_{F,2}$  từ đồ thị như sau:

$$m_f = w_{F,2} m_2$$

trong đó

$m_f$  là khối lượng flo trong mẫu hoặc chất thủy phân nhiệt độ cao thử nghiệm trắng, tính bằng microgam;

$w_{F,2}$  là phần khối lượng của flo trong mẫu hoặc chất thủy phân nhiệt độ cao thử nghiệm trắng, tính bằng microgam trên gam;

$m_2$  khối lượng mẫu thử hoặc chất thủy phân nhiệt độ cao thử nghiệm trắng (100,0 g), tính bằng gam.



## 10 Biểu thị kết quả

Báo cáo kết quả là giá trị trung bình của phép xác định hai lần lặp lại, theo độ chụm được biểu thị trong Bảng 1.

**Bảng 1 - Báo cáo kết quả thử**

<b>Độ lớn kết quả</b> µg/g	<b>Báo cáo độ chụm</b> µg/g
<500	Chính xác đến 5
≥ 500	Chính xác đến 10

Kết quả của phép xác định mô tả trong tiêu chuẩn này được báo cáo trên cơ sở khô không khí. Kết quả tính theo cơ sở khác được đề cập trong TCVN 318 (ISO 1170).

## 11 Độ chụm

### 11.1 Giới hạn độ lặp lại

Kết quả của các phép xác định hai lần lặp lại, thực hiện tại các thời điểm khác nhau, trong cùng một phòng thí nghiệm, do cùng một người thao tác, trên cùng một thiết bị, trên các phần mẫu thử đại diện lấy từ cùng một mẫu phân tích, không được chênh nhau quá giá trị nêu trong Bảng 2.

### 11.2 Sự chênh lệch tới hạn của độ tái lập

Giá trị trung bình các kết quả của các phép xác định kép thực hiện trong từng phòng của hai phòng thí nghiệm khác nhau trên các phần mẫu đại diện lấy từ cùng một mẫu sau lần cuối cùng chia mẫu, không được chênh nhau quá các giá trị nêu trong Bảng 2.

**Bảng 2 - Số liệu về độ chụm đối với flo**

<b>Dài phần trăm khối lượng</b> µg/g	<b>Độ lặp lại</b> µg/g	<b>Độ tái lập</b> µg/g
≤ 200	10	20
>200	20	15 % <sup>a</sup>

<sup>a</sup> giá trị ước số phần trăm là tương đối so với kết quả trung bình.

## 12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm gồm các nội dung sau:

- nhận dạng mẫu thử;
- viện dẫn tiêu chuẩn này;
- ngày, tháng tiến hành phép thử;
- kết quả và phương pháp biểu thị kết quả.