

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 5335: 2009**

Xuất bản lần 2

Địa chỉ: 8 Hoàng Quốc Việt, Cầu Giấy, Hà Nội

Điện thoại: (84-4) 3854 3147 - Fax: (84-4) 3854 3147

Website: [www.vtc.vn](http://www.vtc.vn)

THIS DOCUMENT HAS BEEN TRANSLATED BY THE  
COMMITTEE FOR STANDARDS, TECHNICAL CODES AND  
REGULATIONS, HANOI, VIETNAM

**THAN HOẠT TÍNH DẠNG BỘT –  
PHƯƠNG PHÁP THỬ**

*Powdery active carbon – Test method*

**HÀ NỘI – 2009**

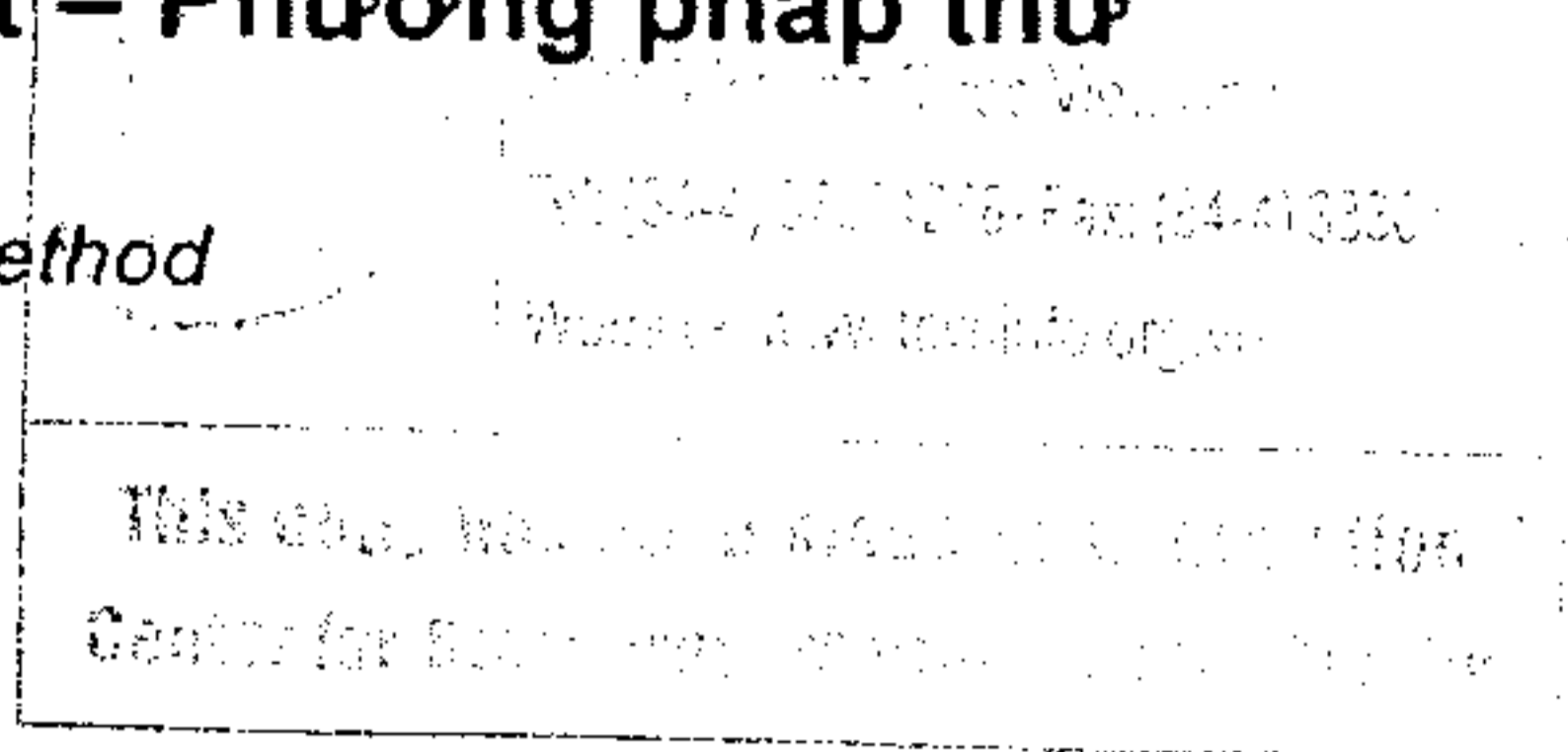
**Lời nói đầu**

**TCVN 5335 : 2009** thay thế **TCVN 5335 : 1991**

**TCVN 5335 : 2009** do Tiểu ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia  
TCVN/TC27/SC3 *Nhiên liệu khoáng rắn* – Than biên soạn,  
Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị,  
Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Than hoạt tính dạng bột – Phương pháp thử

*Powdery active carbon – Test method*



### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định các phương pháp phân tích sau đối với than hoạt tính dạng bột.

- Xác định độ ẩm;
- Xác định độ mịn;
- Xác định hàm lượng tro;
- Xác định độ hấp phụ;
- Xác định độ hấp phụ theo melas;
- Xác định độ pH của dung dịch than hoạt tính 10 %;
- Xác định tỷ khối lắc và tỷ khối đóng.

### 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết cho việc 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 bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi (nếu có).

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

### 3 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử tinh khiết phân tích và nước dùng trong quá trình phân tích theo TCVN 4851 (ISO 3696) hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

#### 3.1 Xanh metylen

3.1.1 Xanh metylen dung dịch tiêu chuẩn 1 g/L: Cân 1,0 g xanh metylen, chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml, lắc mạnh cho tan, thêm nước đến vạch mức và để yên 6 ngày đến 7 ngày.

## TCVN 5335 : 2009

lọc dung dịch qua giấy lọc định lượng hoặc phễu thủy tinh G4 vào một bình định mức khác, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

CHÚ THÍCH: Nếu dùng xanh metylen có công thức  $C_{16}H_{18}N_3SCl$  thì khó tan hơn. Nếu dùng xanh metylen có công thức  $C_{16}H_{18}N_3SCl \cdot 3H_2O$  thì dễ tan hơn nhưng khi tính khối lượng cần pha phải cộng thêm phần nước kết tinh.

### 3.1.2 Xác định nồng độ dung dịch xanh metylen

Dùng pipet lấy chính xác 50 ml dung dịch xanh metylen chuẩn bị như ở 3.1.1 vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm 20 ml  $K_2Cr_2O_7$  0,1 N, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều. Lắc mạnh dung dịch trong 5 min rồi lọc dung dịch qua giấy lọc định lượng. Dùng pipet lấy 50 ml dung dịch lọc cho vào bình tam giác dung tích 250 ml có nút nhám, thêm 30 ml dung dịch  $H_2SO_4$  10 %, 2 g kali bicacbonat rồi đậy nút. Sau khi kết thúc quá trình giải phóng cacbonic, cho vào dung dịch 0,5 g KI và sau 5 min chuẩn độ dung dịch  $I_2$  được giải phóng ra bằng dung dịch natri thiosulfat  $Na_2S_2O_3$  0,1 N, dùng hồ tinh bột làm chất chỉ thị.

1 g  $K_2Cr_2O_7$  0,1 N tương ứng với 10,66 mg xanh metylen không ngậm nước.

Nồng độ dung dịch xanh metylen ( $N_{mx}$ ) tính bằng g/L theo công thức:

$$N_{mx} = (20 - 2a) \times \frac{10,66}{50}$$

trong đó

$a$  là thể tích dung dịch  $Na_2S_2O_3$  0,1 N tiêu tốn để chuẩn độ, tính bằng mililit.

**3.2 Axit sulfuric ( $H_2SO_4$ )**  $d = 1,84$  và dung dịch  $H_2SO_4$  10 % thể tích.

**3.3 Kali bicacbonat.**

**3.4 Kali bicromat,** dung dịch 0,1 N.

**3.5 Natri thiosulfat,** dung dịch 0,1 N.

**3.6 Tinh bột.**

**3.7 Silicagel.**

**3.8 Than hoạt tính tiêu chuẩn**

**3.9 Melas,** dung dịch chuẩn bị như sau: Hòa tan khoảng 50 g melas trong 800 ml nước và sau đó dùng nước hoặc melas để đưa độ hấp thụ quang của dung dịch đến 1,2 hoặc 1,4 đơn vị quang trong cuvet 10 mm. Sau đó thêm 1 g silicagel đã được nghiền thành bột có kích thước hạt không lớn hơn 1 mm và lắc mạnh. Lọc dung dịch qua giấy lọc định lượng.

Đo độ hấp thụ quang của dung dịch ở bước sóng khoảng 400 nm, dùng nước làm dung dịch so sánh.

## 4 Thiết bị, dụng cụ

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

- 4.1 Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,000 1 g
- 4.2 Tủ sấy, có thể điều chỉnh được nhiệt độ ở  $(105 \pm 5)$  °C.
- 4.3 Lò nung, có thể điều chỉnh được nhiệt độ ở  $(815 \pm 25)$  °C.
- 4.4 Quang phổ kế, có thể đo độ hấp thụ ở bước sóng khoảng 400 nm.
- 4.5 Sàng, có cỡ lỗ 0,074 mm.

## 5 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

### 5.1 Lấy mẫu

5.1.1 Lấy mẫu từ lô than hoạt tính cùng loại được sản xuất từ một nhà máy, đóng gói cùng một loại bao bì, có cùng khối lượng như nhau và có cùng ký hiệu. Lô hàng lấy mẫu phải có giấy chứng nhận chất lượng và được giao nhận cùng một thời điểm.

5.1.2 Dụng cụ lấy mẫu: là xiên inox (hoặc thép không gỉ) có kích thước sao cho mỗi lần lấy mẫu không nhỏ hơn 10 g mẫu.

5.1.3 Vị trí lấy mẫu: lấy mẫu đơn của mỗi bao ít nhất là ba điểm ở các vị trí khác nhau của bao.

5.1.4 Khối lượng mẫu đơn: khối lượng mỗi mẫu không nhỏ hơn 10 g.

5.1.5 Số lượng mẫu đơn cần lấy để đánh giá chất lượng theo như sau:

Cỡ lô than hoạt tính giao nhận	Số bao cần lấy mẫu
Nhỏ hơn 10 bao	Lấy tất cả các bao
Từ 10 bao đến 100 bao	Lấy 10 bao ngẫu nhiên
Lớn hơn 100 bao	Lấy căn bậc hai (lấy giá trị xấp xỉ) của tổng số bao

5.1.6 Mẫu chung: được lập bằng cách tổng hợp các mẫu đơn và trộn đều. Khối lượng mẫu chung không nhỏ hơn 2 kg.

5.1.7 Mẫu thí nghiệm: chia mẫu chung thành nhiều phần bằng nhau theo cách chia tư hoặc dùng dụng cụ chuyên dùng. Khối lượng mẫu thí nghiệm phụ thuộc vào số phép thử cần tiến hành nhưng không ít hơn 500 g. Mẫu thí nghiệm phải được đựng trong túi poly etylen hoặc lọ thủy tinh có nút nhám để cách ẩm.

## **TCVN 5335 : 2009**

### **5.1.8 Nhân của mẫu**

Mẫu phải ghi ít nhất các thông tin sau:

- Tên cơ sở, nhà máy sản xuất.
- Tên sản phẩm;
- Ký hiệu lô hàng;
- Nơi lấy mẫu;
- Khối lượng mẫu;
- Ngày lấy mẫu;
- Họ tên người lấy mẫu.

### **5.2 Chuẩn bị mẫu thử**

Để phân tích, sử dụng mẫu phòng thí nghiệm có cỡ hạt nhỏ hơn 63  $\mu\text{m}$  được trộn đều và được sấy ở nhiệt độ  $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$ .

## **6 Phương pháp xác định độ ẩm**

### **6.1 Nguyên tắc**

Sấy mẫu ở nhiệt độ  $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$  đến khối lượng không đổi, hao hụt khối lượng trong quá trình sấy là độ ẩm.

### **6.2 Cách tiến hành**

Cân khoảng 10 g mẫu, chính xác đến 0,000 2 g, cho vào chén cân thủy tinh hoặc nhôm có nắp đậy đã được sấy ở nhiệt độ  $(100 \pm 5) ^\circ\text{C}$  đến khối lượng không đổi.

Chuyển chén chứa mẫu vào tủ sấy và sấy ở nhiệt độ  $(100 \pm 5) ^\circ\text{C}$  trong 3 h. Lấy chén ra và để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân. Tiếp tục sấy 30 min nữa, để nguội rồi cân.

### **6.3 Tính kết quả**

Độ ẩm,  $W$ , của mẫu được tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức.

$$(\%) = \frac{m - m_1}{m} \times 100$$

trong đó

$m_1$  là khối lượng chén cân và nắp có chứa mẫu trước khi sấy, tính bằng gam;

$m_2$  là khối lượng chén cân và nắp có chứa mẫu sau khi sấy, tính bằng gam;

$m$  là khối lượng mẫu, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa các kết quả của hai lần xác định song song không lớn hơn 0,3 %.

## 7 Xác định độ mịn

### 7.1 Nguyên tắc

Sàng và cân phần còn lại trên sàng để xác định độ mịn của than hoạt tính.

### 7.2 Cách tiến hành

Cân 100 g mẫu thử, chính xác đến 0,000 1 g và sàng đến khi nào các hạt nhỏ trên sàng không rơi xuống nữa. Cân phần còn lại trên sàng với độ chính xác đến 0,000 1 g.

### 7.3 Tính kết quả

Tỷ lệ qua sàng,  $x$ , tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức:

$$x(\%) = 100 - \frac{m_1 \times 100}{m}$$

trong đó

$m_1$  là khối lượng than còn lại trên sàng, tính bằng gam;

$m$  là khối lượng mẫu đem phân tích, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa các kết quả của hai lần xác định song song không lớn hơn 0,2 %.

## 8 Xác định hàm lượng tro

### 8.1 Nguyên tắc

Nung mẫu ở nhiệt độ  $(815 \pm 25) ^\circ\text{C}$  và cân phần tro còn lại.

### 8.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 1 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, cho vào chén sứ [chén đã được nung ở  $(815 \pm 25) ^\circ\text{C}$  đến khối lượng không đổi]. Cho chén chứa mẫu vào lò nung và nâng nhiệt độ đến khoảng  $(815 \pm 25) ^\circ\text{C}$  và nung ở nhiệt độ này trong 2 h. Lấy chén chứa tro ra và để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng, cân. Tiến hành nung, cân đến khối lượng không đổi.

### 8.3 Tính kết quả

Hàm lượng tro,  $A$ , tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức.

$$A(\%) = \frac{(m_2 - m_1) \times 100}{m}$$

## TCVN 5335 : 2009

trong đó

$m_2$  là khối lượng của chén và tro, tính bằng gam;

$m_1$  là khối lượng của chén không, tính bằng gam;

$m$  là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa hai phép xác định song song không lớn hơn 0,3 %.

## 9 Xác định độ hấp phụ

### 9.1 Nguyên tắc

So sánh độ hấp thụ quang của dung dịch xanh metylen tiêu chuẩn với độ hấp thụ quang của dung dịch xanh metylen sau khi bị khử màu bằng than hoạt tính tại bước sóng khoảng 400 nm.

### 9.2 Cách tiến hành

#### 9.2.1 Xây dựng đường chuẩn

Dùng pipet lấy lần lượt chính xác 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 ml dung dịch xanh metylen đã chuẩn bị ở 3.1.1, cho vào các bình định mức dung tích 50 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều. Dung dịch nhận được có nồng độ tương ứng là 10; 20; 40; 60; 80; 100 mg/L.

Đo độ hấp thụ quang của các dung dịch trên ở bước sóng 400 nm, dùng nước làm dung dịch so sánh.

#### 9.2.2 Xây dựng đường chuẩn giữa sự phụ thuộc độ hấp thụ quang và nồng độ xanh metylen.

Cân 0,1 g mẫu, chính xác đến 0,000 2 g (mẫu đã được sấy khô), cho vào bình tam giác dung tích 50 ml, thêm 25 ml dung dịch xanh metylen, đậy nút và lắc mạnh trong 20 min. Chuyển mẫu vào ống ly tâm và cho ly tâm trong 10 min. Dùng pipet lấy 5 ml dung dịch lọc và đo độ hấp thụ quang của xanh metylen.

Sử dụng đường chuẩn để xác định nồng độ của xanh metylen sau khi bị hấp phụ.

### 9.3 Tính kết quả

Độ hấp phụ của than hoạt tính ( $X$ ), tính bằng miligam xanh metylen trên 1 g mẫu theo công thức:

$$X = \frac{(C_1 - C_2)C \times 0,025}{m}$$

trong đó

$C_1$  là nồng độ ban đầu của xanh metylen, tính bằng miligam trên lít (mg/L);

$C_2$  là nồng độ của xanh metylen sau khi bị hấp phụ, tính bằng miligam trên lít (mg/L);



$m$  là khối lượng của mẫu thử, tính bằng gam.

0,025 là thể tích dung dịch xanh metylen dùng để thử nghiệm, tính bằng lít (L).

Chênh lệch giữa hai kết quả của phép xác định song song không lớn hơn 10 mg/L.

## 10 Xác định độ hấp phụ theo melas

### 10.1 Nguyên tắc

Đo độ hấp thụ quang của dung dịch melas ban đầu và của dung dịch melas sau khi bị khử màu bằng 0,5 g than hoạt tính mẫu và 0,5 g mẫu chuẩn.

### 10.2 Cách tiến hành

Cân 0,5 g mẫu thử và mẫu chuẩn đã được sấy khô đến khối lượng không đổi vào hai bình tam giác và thêm vào mỗi bình 100 ml dung dịch melas. Đặt hai bình lên máy khuấy từ và gia nhiệt đến 80 °C, khuấy mẫu trong 5 min. Lọc ngay dung dịch qua giấy lọc định lượng. Đo độ hấp thụ quang của hai dung dịch trên.

### 10.3 Tính kết quả

Độ hấp phụ của than theo melas,  $X_1$ , được tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_1(\%) = \frac{(d - d_2) \times 100}{d - d_1}$$

trong đó

$d$  là độ hấp thụ quang của dung dịch melas ban đầu;

$d_1$  là độ hấp thụ quang của dung dịch melas sau khi bị khử bởi than hoạt tính chuẩn;

$d_2$  là độ hấp thụ quang của dung dịch melas sau khi bị khử bởi mẫu than hoạt tính thử.

Chênh lệch giữa hai kết quả của phép xác định song song không được lớn hơn 5 %.

## 11 Xác định độ pH của dung dịch than hoạt tính 10 %

### 11.1 Nguyên tắc

Ngâm than hoạt tính trong nước ở nhiệt độ 100 °C trong 3 min, lọc và đo pH của dung dịch.

### 11.2 Cách tiến hành

Cân 10 g than hoạt tính, cho vào bình tam giác dung tích 250 ml, thêm 100 ml nước, lắp ống sinh hàn hồi lưu và đun sôi trong 3 min, lấy ra để nguội, lọc và đo pH dung dịch bằng máy đo pH.

## 12 Xác định tỷ khối lắc và tỷ khối đồng

### 12.1 Xác định tỷ khối lắc

#### 12.1.1 Cách tiến hành

Cho than hoạt tính đã sấy khô vào một ống đong có đường kính 27 mm, cao 240 mm, gò đáy ống đong lên một tấm gỗ cứng và liên tục thêm than hoạt tính đến 100 ml. Lấy than ra và cân với độ chính xác đến 0,000 1 g.

#### 12.1.2 Tính kết quả

Tỷ khối lắc được tính bằng gam trên mililit (g/ml) theo công thức:

$$X = \frac{m}{V}$$

trong đó

$m$  là khối lượng mẫu, tính bằng gam;

$V$  là thể tích mẫu trong ống đong, tính bằng mililit.

### 12.2 Xác định tỷ khối đồng

#### 12.2.1 Cách tiến hành

Rót than đã sấy khô vào ống đong hình trụ dung tích 1 000 ml có đường kính (90 ± 2) mm. Độ cao khi rót mẫu đến miệng là 100 mm. Rót mẫu đến 1 000 ml thì dừng lại, gạt lấy bằng vạch. Cân lượng than có trong ống đong.

#### 12.2.2 Tính kết quả

Tỷ khối đồng được tính bằng gam trên mililit (g/ml) theo công thức:

$$X = \frac{m}{V}$$

trong đó

$m$  là khối lượng mẫu, tính bằng gam;

$V$  là thể tích mẫu trong ống đong, tính bằng mililit.