

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 10609:2014  
ASTM E688-94**

**CHẤT THẢI RẮN - THỦY TINH THẢI LÀM NGUYÊN LIỆU  
ĐỂ SẢN XUẤT THỦY TINH - PHƯƠNG PHÁP THỬ**

*Standard Test Methods for Waste Glass as a Raw Material for Glass Manufacturing*

**HÀ NỘI - 2014**

**Lời nói đầu**

**TCVN 10609:2014** được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với ASTM E688-94, *Standard test methods for waste glass as a raw material for glass manufacturing*, với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM E688-94 thuộc bản quyền ASTM quốc tế. Tiêu chuẩn ASTM E688-94 đã được Tổ chức ASTM xem xét và phê duyệt lại năm 2011 với bố cục và nội dung không thay đổi.

**TCVN 10609:2014** do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 200 *Chất thải rắn* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

# Chất thải rắn – Thủy tinh thải làm nguyên liệu để sản xuất thủy tinh – Phương pháp thử

*Standard test methods for waste glass as a raw material for glass manufacturing*

## 1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này đưa ra nhiều phép thử khác nhau để đánh giá sự phù hợp của thủy tinh thu hồi từ chất thải sử dụng làm nguyên liệu để sản xuất thủy tinh.

1.2 Các phương pháp thử kết hợp giữa việc kiểm tra trực quan với các phép thử hóa và lý. Trong tiêu chuẩn này cũng đưa ra biểu đồ về trình tự thử nghiệm (xem Hình 1).

1.3 Các giá trị tính theo đơn vị SI là giá trị tiêu chuẩn. Trong tiêu chuẩn này không sử dụng các hệ đơn vị đo lường khác.

1.3.1 *Ngoại lệ* – Các giá trị ghi trong ngoặc đơn chỉ dùng để tham khảo.

1.4 Tiêu chuẩn này không đề cập đến các quy tắc về an toàn liên quan đến việc áp dụng tiêu chuẩn. Người sử dụng tiêu chuẩn này phải có trách nhiệm lập ra các quy định thích hợp về an toàn và sức khỏe, đồng thời phải xác định khả năng áp dụng các giới hạn quy định trước khi sử dụng. Xem 5.3, 5.5, Điều 6, 11.1.1 và 12.3.2 về các cảnh báo nguy hiểm.

## 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 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 (nếu có).

TCVN 2117 (ASTM 1193), *Nước thuốc thử – Yêu cầu kỹ thuật*.

ASTM C169 *Test methods for chemical analysis of soda-lime and borosilicate glass* (Phương pháp phân tích hóa học cho thủy tinh vôi natri cacbonat (soda vôi) và thủy tinh bosilicat).

ASTM C566 *Test methods for total evaporable moisture content of aggregate by drying* (Phương pháp xác định tổng hàm lượng ẩm bay hơi của cốt liệu bằng cách sấy).

## TCVN 10609:2014

ASTM C702 *Practice for reducing samples of aggregate to testing size* (Phương pháp giảm cỡ mẫu cốt liệu để kiểm tra kích thước).

ASTM C729 *Test method for density of glass by the sink-float comparator* (Phương pháp xác định khối lượng riêng của thủy tinh bằng thiết bị so chìm-nổi).

ASTM D1068 *Test methods for iron in water* (Phương pháp xác định sắt trong nước).

ASTM D2576 *Method of test for metals in water and waste water by atomic absorption spectrophotometry (withdrawn 1979)* (Phương pháp xác định kim loại trong nước và nước thải bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử).

ASTM D4129 *Test method for total and organic carbon in water by high temperature oxidation and by coulometric detection* (Phương pháp xác định tổng và cacbon hữu cơ trong nước bằng phương pháp oxy hóa ở nhiệt độ cao và detector điện lượng).

ASTM E11 *Specifications for woven wire test sieve cloth and test sieves* (Yêu cầu kỹ thuật đối với rây thử nghiệm và lưới thép đan của rây thử nghiệm).

ASTM E105 *Practice for probability sampling of materials* (Phương pháp xác định xác suất lấy mẫu các loại vật liệu).

ASTM E122 *Practice for calculating sample size to estimate, with specified precision, the average for characteristics of a lot or process* (Phương pháp tính toán cỡ mẫu để xác định các đặc tính trung bình của một lô hoặc của một quá trình, với độ chụm quy định).

### 3 Ý nghĩa và ứng dụng

Các phương pháp thử này cung cấp các phương pháp xác định sự phù hợp của thủy tinh thải được sử dụng làm nguyên liệu để sản xuất thủy tinh.

### 4 Thiết bị, dụng cụ

4.1 Các thiết bị, dụng cụ cần thiết sau:

4.1.1 *Máy hút.*

4.1.2 *Cân.*

4.1.3 *Đầu đốt, loại Fisher (Meker).*

4.1.4 *Chén thử, bằng sứ hoặc bằng gốm.*

4.1.5 *Chén platin.*

4.1.6 *Bình thử, bình lọc, có ống bên, 2000 ml.*

4.1.7 *Phễu, loại Buchner, đường kính khoảng 171 mm.*

4.1.8 *Phễu lọc*, đường kính khoảng 150 mm.

4.1.9 *Lò nung*, 540 °C hoặc 1000 °F.

4.1.10 *Bộ kẹp, ống, bộ vít nén*.

4.1.11 *Nam châm*, chữ C, Alnico.

4.1.12 *Kính lúp*, 5X, 10X.

4.1.13 *Lò sấy*, 110 °C hoặc 230 °F.

4.1.14 *Cân đôn*.

4.1.15 *Rây*, theo kích thước tiêu chuẩn Mỹ – 50 mm (2 in.), 6,3 mm (1/4 in.), 1,18 mm (No. 16), 850 µm (No. 20), 425 µm (No. 40), 250 µm (No. 60), 106 µm (No. 140), phù hợp ASTM E11.

4.1.16 *Thiết bị chìm-nổi chuẩn*, khối lượng riêng 2,65.

4.1.17 *Thước đo góc platin*.

4.1.18 *Ống*, nhựa vinyl.

4.1.19 Các dụng cụ thông dụng khác dùng trong phòng thử nghiệm.

## 5 Thuốc thử và hóa chất

5.1 **Độ tinh khiết của thuốc thử** – Sử dụng hóa chất cấp thuốc thử trong tất cả các phép thử. Nếu không có quy định riêng, thì sử dụng các hóa chất có độ tinh khiết tương đương nhưng không được làm giảm độ chính xác của phép thử.

5.2 **Độ tinh khiết của nước** – Nếu không có các quy định riêng, thì nước được đề cập đến trong tiêu chuẩn này là nước thuốc thử, loại II như quy định trong TCVN 2117 (ASTM D1193).

5.3 **Cảnh báo – Axeton (xem 15.5)** – Chất rất dễ cháy (Cấp B) và không được sử dụng gần ngọn lửa hở hay nguồn bắt lửa khác. Không được hít, vì hơi của chúng có thể gây kích ứng da và niêm mạc.

5.4 **Etanol**, biến tính.

5.5 **Axit clohydric (3 N và 6 N) (xem 12.3.3/15.11)** – Chuẩn bị axit HCl 3 N bằng cách pha loãng một phần axit clohydric đậm đặc (HCl, khối lượng riêng 1,19) với ba phần nước. Chuẩn bị axit HCl 6 N bằng cách pha loãng một phần HCl đậm đặc với một phần nước. (**Cảnh báo – Các chất này có tính ăn mòn và gây tổn thương cho da cũng như gây kích ứng mắt và niêm mạc.**)

5.6 **Kali hydroxit**, dung dịch bão hòa – Vừa khuấy vừa cho từ từ 100 g KOH vào 100 ml nước. Bảo quản dung dịch này trong chai polyetylen. Dung dịch này có tính ăn mòn và gây tổn thương da.

5.7 **Natri cacbonat (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)**.

**5.8 sym-tetrabromethan (Axetylen tetrabromua)** (khối lượng riêng 2,964) – Chất này có ngưỡng giá trị giới hạn (thời gian tiếp xúc trung bình trong 8 h) là 1 ppm và giới hạn thời gian tiếp xúc ngắn (15 min) là 1,25 ppm. Phải sử dụng chất này trong tủ hút hoặc trong điều kiện có thông gió tốt.

## 6 Các mối nguy

**6.1** Người phân tích phải có kiến thức về thực hành trong phòng thử nghiệm. Đảm bảo điều kiện thông gió tốt, đặc biệt khi sử dụng sym-tetrabromethan và các chất lỏng được sử dụng tại 15.7.1 – 15.10.1. Phải chú ý tính dễ bắt cháy của axeton khi sử dụng tại 15.5.

**6.2** Tùy theo nguồn gốc của các mẫu thủy tinh trong chất thải đô thị được thải bỏ, nên tuân thủ các biện pháp phòng ngừa khi thực hiện các phép thử trên các mẫu thủy tinh này. Các thực hành vệ sinh được khuyến nghị bao gồm sử dụng găng tay khi xử lý các thủy tinh thải và phải rửa tay trước khi ăn hoặc hút thuốc.

## 7 Lấy mẫu

**7.1 Mẫu chung** – Dùng gàu xúc lấy một mẫu có khối lượng 36 kg (80 lb) sao cho mẫu này đại diện cho mẻ đó như quy định tại ASTM E105 và ASTM E122.

**7.2 Chuẩn bị mẫu thử** – Chia mẫu chung thành hai mẫu, mỗi mẫu 18 kg (40 lb) theo phương pháp quy định tại ASTM C702. Lấy một mẫu để thử nghiệm xác định chất hữu cơ. Áp dụng phương pháp hình nón và chia tư mẫu còn lại để tạo thành ít nhất bảy mẫu, mỗi mẫu 454 g (1 lb), dùng cho các phép thử tiếp theo như quy định từ Điều 8 đến Điều 14.

**7.3 Lưu mẫu** – Bảo quản mẫu chung và các mẫu chia sao cho không dễ thất thoát tạp chất và ngăn ngừa không bị nhiễm thêm tạp chất cho đến khi có thể thực hiện được các phép thử cần thiết. Nên bảo quản các mẫu trong các túi chất dẻo kín (75 µm hoặc 3 mil) hoặc bảo quản trong các vật chứa kín khí khác nhằm chống hút ẩm hoặc thất thoát độ ẩm.

## 8 Phép thử chảy

**8.1** Phép thử này nhằm đảm bảo mẫu thủy tinh không có chất lỏng chảy ra, không bị vón cục và chảy tự do.

**8.2** Nếu hơn 90 % mẫu lọt qua rây 1,18 mm (No. 16), thì các yêu cầu sẽ là phù hợp nếu mẫu không có nước chảy ra.

**8.3 Phương pháp A** – Nếu hơn 10 % mẫu lọt qua rây 1,18 mm (No. 16), thì sàng mẫu qua rây 1,18 mm (No. 16), 454 g (1 lb) vật liệu này phải chảy ra khỏi phễu như sau: lắp phễu đổ chất rắn đường kính trong của thân phễu không thay đổi bằng 18 mm, chiều dài thân phễu là 30 mm, và đường

kính mặt trên của phễu bằng 80 mm, đặt trên giá đỡ, với đáy được bịt bằng lòng bàn tay. Đổ mẫu thử vào phễu đến đầy. Khi bỏ tay ra, thủy tinh đã đáp ứng các yêu cầu sẽ chảy ra khỏi phễu. Gõ nhẹ lên phễu một, hai cái để giúp dòng chảy bắt đầu và dễ chảy hơn. Nếu thủy tinh không chảy ra khỏi phễu và nếu cả nhà sản xuất và người sử dụng nhất trí thì có thể thực hiện phép thử thứ hai (Phương pháp B); phép thử này sẽ đo được các đặc tính của dòng chảy đối với loại thủy tinh có tính sánh, dính hơn.

**8.4 Phương pháp B** – Áp dụng quy trình như nêu tại Phương pháp A, trừ các kích thước phễu được quy định như sau: đường kính trong của thân phễu là 38 mm, chiều dài thân phễu là 48 mm, đường kính mặt trên của phễu là 170 mm.

## 9 Hàm lượng ẩm

**9.1 Quy trình** – Sấy năm mẫu thử có khối lượng 454 g (1lb) (xem 7.2) đến khối lượng không đổi phù hợp theo ASTM C566. Thời gian sấy có thể đặt là 2 h tại 110 °C (230 °F). Ghi lại khối lượng mẫu khô của ít nhất một mẫu để sử dụng tại 9.2. Sử dụng các mẫu khô còn lại cho các phép thử theo quy định nêu tại các điều từ Điều 10 đến Điều 14.

**9.2 Tính toán** – Tính hàm lượng ẩm như sau:

$$\text{Hàm lượng ẩm, \%} = \frac{(\text{khối lượng ban đầu} - \text{khối lượng khô}) \times 100}{\text{khối lượng ban đầu}} \quad (1)$$

## 10 Cỡ hạt

**10.1 Quy trình** – Rây mẫu đã được chuẩn bị từ 9.1 trên rây 50 mm (2 in.). Cân phần vật liệu còn lại trên rây. Rây phần vật liệu này trên rây 106 µm (No. 140). Rây xen kẽ ở giữa, ví dụ rây 212 µm (No. 70) được sử dụng chủ yếu nhằm giảm lượng mẫu cần rây. Cân phần vật liệu lọt qua rây 106 µm. Lắc tất cả các rây theo phương pháp cơ học trong 10 min hoặc rây bằng tay sao cho nhận được các kết quả tương đương. Có thể sử dụng các cỡ rây trung gian khác.

**10.2 Tính toán** – Tính phần trăm vật liệu trên rây 50 mm và dưới rây 106 µm như sau:

$$\text{Vật liệu trên rây 50 mm, \%} = (A/W) \times 100 \quad (2)$$

$$\text{Vật liệu dưới rây 106 µm, \%} = (B/W) \times 100 \quad (3)$$

Trong đó:

- A là khối lượng vật liệu trên rây 50 mm;
- B là khối lượng vật liệu lọt qua rây 106 µm; và
- W là khối lượng mẫu khô.

## 11 Tổng các chất hữu cơ (giấy, plastic, và các chất dễ cháy khác)

### 11.1 Phương pháp gián tiếp

11.1.1 *Quy trình* – Sử dụng mẫu đã được chuẩn bị từ 9.1, cho mẫu vào (các) chén gốm không đáy nắp và nung đến 540 °C (1000 °F). Duy trì nhiệt độ này trong ½ h hoặc cho đến khi toàn bộ lửa và khói hết hẳn. **(Cảnh báo – Nếu nung quá nhiệt có thể làm cho các hạt thủy tinh hợp nhất với nhau).** Để mẫu nguội đến nhiệt độ phòng, cân, và tính tổng phần trăm các chất hữu cơ. Lưu mẫu lại hoặc sử dụng mẫu khô khác cho các phép thử tiếp theo.

11.1.2 *Tính toán* – Tính tổng phần trăm các chất hữu cơ như sau:

$$\text{Tổng các chất hữu cơ, \%} = 100 - \frac{\text{Khối lượng sau nung} \times 100}{\text{Khối lượng mẫu khô}} \quad (4)$$

11.2 **Phương pháp trực tiếp xác định cacbon hữu cơ** – Cacbon hữu cơ chỉ có thể suy ra từ phương pháp tại 11.1. Có thể xác định trực tiếp cacbon hữu cơ theo phương pháp quy định tại điều này.

11.2.1 *Quy trình* – Có thể xác định trực tiếp cacbon hữu cơ bằng phương pháp sử dụng thiết bị, ví dụ phương pháp đo điện lượng. ASTM D4129 sử dụng thiết bị này để xác định cacbon tổng và cacbon hữu cơ có trong nước. Thiết bị này có thể dễ dàng thích nghi đối với vật liệu rắn như thủy tinh thải.

## 12 Vật liệu có từ tính (nhiễm bả sắt)

12.1 Phương pháp thử nghiệm xác định sự nhiễm bả sắt phụ thuộc vào cỡ hạt của mẫu thử.

### 12.2 Xác định sự nhiễm bả sắt trong thủy tinh thô (cỡ hạt lớn hơn 6 mm)

12.2.1 *Quy trình* – Sử dụng mẫu đã được chuẩn bị từ 9.1 hoặc từ mẫu lập, khô, trải một phần mẫu trên bề mặt sạch, khô sao cho không tạo thành đống hoặc có trên ba hạt chồng lên nhau. Dùng giấy hoặc màng nhựa bọc các cực của nam châm Alnico hình chữ C, hoặc tương tự. Từ từ đưa nam châm qua các hạt thủy tinh sao cho có thể bắt được vật liệu có từ tính. Chuyển vật liệu từ tính vào vật chứa phù hợp bằng cách lấy tấm bọc ra khỏi nam châm, thực hiện thao tác này trọng khi đang giữ nam châm trên vật chứa. Tiếp tục quá trình này cho đến khi toàn bộ mẫu được tiếp xúc với nam châm. Sàng bằng rây 6,3 mm (1/4 in.); sau đó gộp tất cả các vật liệu từ tính từ tất cả các phần của mẫu, cân, và tính phần trăm vật liệu từ tính. Lưu tất cả các phần mẫu, hoặc từ phần mẫu lập cho các phép thử tiếp theo.

12.2.2 *Tính toán* – Tính phần trăm vật liệu từ tính như sau:

$$\text{Vật liệu từ tính, \%} = \frac{\text{khối lượng sắt bắt được} \times 100}{\text{khối lượng mẫu khô}} \quad (5)$$



**12.3 Xác định sự nhiễm bẩn sắt trong thủy tinh mịn (cỡ hạt nhỏ hơn 6 mm)**

**12.3.1** Cân 100 g lấy từ mẫu đã được chuẩn bị tại 11.1 hoặc từ mẫu lập.

**12.3.2** Cho 250 ml HCl 6 N và gia nhiệt từ từ đến sôi mạnh. Khuấy khi sôi. (Cảnh báo – Gia nhiệt nhanh có thể gây ra hiện tượng “bắn tóe”.)

**12.3.3** Để mẫu nguội và lọc qua giấy lọc trung bình. Hứng lượng lọc được vào bình 500 ml và dùng nước ấm để rửa mẫu không lọc được ít nhất năm lần. Lượng nước rửa không được vượt quá 500 ml. Để bình có chứa dịch lọc nguội đến nhiệt độ phòng và dùng nước cất pha loãng đến vạch mức.

**12.3.4** Chuyển lượng chất lỏng vào bình 200 ml và phân tích sắt, theo ASTM D1068 hoặc ASTM D2576.

**12.3.5** *Tính kết quả* – Tính phần trăm sắt như sau:

$$\text{Sắt, \%} = \frac{\text{khối lượng sắt bắt được (Fe}^{2+}) \times 100}{\text{khối lượng mẫu khô}} \quad (6)$$

Nhân với 1,43 để báo cáo kết quả theo % Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

**13 Thủy tinh biến màu**

**13.1** Áp dụng phương pháp thử này để thử nghiệm cho các loại thủy tinh biến màu thành màu lựa chọn được ứng dụng trong công nghiệp bao bì. Các mẫu thủy tinh trên rây 1,18 mm (Rây No. 16) có thể xác định cỡ hạt bằng cách quan sát bằng mắt. Các mẫu thủy tinh dưới rây 1,18 mm không thể xác định cỡ hạt bằng cách quan sát bằng mắt mà phải được phân tích về mặt hóa học.

**13.2 Vật liệu thô** – Trên rây 1,18 mm.

**13.2.1** *Quy trình* – Trải mẫu khô được chuẩn bị từ 9.1 lên bề mặt khô, sạch được chiếu sáng bằng ít nhất 2150 lx (200 fc). Quan sát bằng mắt để lấy ra các hạt thủy tinh biến màu. Các hạt thủy tinh biến màu này phải được tách riêng từng màu: hồ phách, xanh lá cây (xanh lục và xanh Georgia phải được tách riêng khi xác định thủy tinh trong vì xanh lục có hàm lượng crom gấp mười lần so với xanh Georgia), trong, và các màu thủy tinh khác. Xanh Georgia có thể phân biệt bằng cách quan sát từ xanh lục, vì xanh Georgia có màu nhạt hơn. Các màu thủy tinh khác là các màu không nêu ở trên. Bảo quản các phần tách riêng đó.

**13.2.2** *Tính toán* – Tính phần trăm thủy tinh biến màu như sau:

$$\text{Thủy tinh biến màu, \%} = \frac{\text{Khối lượng thủy tinh biến màu} \times 100}{\text{khối lượng mẫu khô}} \quad (7)$$

13.3 Các ví dụ – Các ví dụ sau đây được sử dụng để minh họa phương pháp tính phần biến màu:

13.3.1 Ví dụ 1:

Cho trước: Mẫu thủy tinh trong để phân tích có khối lượng khô là 447,8 g.

Các phần biến màu:

$$\text{Hỗ phách} = 13,4 \text{ g}$$

$$\text{Xanh Georgia} = 21,9 \text{ g}$$

$$\text{Xanh lục} = 2,2 \text{ g}$$

$$\text{Các màu khác} = 2,2 \text{ g}$$

Vậy:

$$\text{Hỗ phách, \%} = \frac{13,4 \times 100}{447,8} = 3,0$$

$$\text{Xanh Georgia, \%} = \frac{21,9 \times 100}{447,8} = 4,9$$

$$\text{Xanh lục, \%} = \frac{2,2 \times 100}{447,8} = 0,5$$

$$\text{Tương đương màu xanh lục, \%} = 0,5 + \frac{4,9}{10} = 1,0$$

$$\text{Các màu khác, \%} = \frac{2,2 \times 100}{447,8} = 0,5$$

$$\text{Trong, \%} = 100 - (3,0 + 1,0 + 0,5) = 95,5$$

13.3.2 Ví dụ 2:

Cho trước: Mẫu thủy tinh màu hổ phách để phân tích có khối lượng khô là 446 g.

Các phần biến màu:

Không cần tách riêng xanh lục và xanh Georgia khi xác định thủy tinh màu hổ phách.

Vậy:

$$\text{Trong, \%} = \frac{19,9 \times 100}{446} = 4,5$$

$$\text{Xanh lá cây, \%} = \frac{17,8 \times 100}{446} = 4,0$$

$$\text{Các màu khác, \%} = \frac{4,5 \times 100}{446} = 1,0$$

$$\text{Hỗ phách, \%} = 100 - (4,5 \% + 4,0 + 1,0) = 90,5$$

#### 13.4 Vật liệu mịn – Dưới rây 1,18 mm.

**13.4.1 Quy trình** – Phân tích theo phương pháp hóa học mẫu thủy tinh đại diện theo các quy trình quy định tại ASTM C169, tiến hành thử nghiệm đối với (1)  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ; (2)  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ; (3)  $\text{FeO}$ , và (4) các mảnh thủy tinh màu khác đang quan tâm.

**13.4.2 Màu** là chỉ thị thể hiện trạng thái oxy hóa của thủy tinh vụn. Người mua và bán thủy tinh vụn có thể thống nhất các giới hạn về độ đậm màu của các mảnh thủy tinh màu, vì sự thay đổi trạng thái oxy hóa có thể ảnh hưởng đến sự truyền nhiệt khi tan chảy, làm giải phóng các khí hòa tan, và do đó làm thay đổi hiệu suất của lò và chất lượng thủy tinh. Các giới hạn của các mảnh thủy tinh màu có thể được biểu thị thông qua SỐ REDOX (số của quá trình oxy hóa và khử) như sau, trong đó

$$\text{Số Redox} = \frac{\text{Fe}^{2+}}{\text{Fe}^{3+}} = \frac{\% \text{FeO} \times 0,7779}{(\% \text{Fe}_2\text{O}_3 \times 0,6994) - (\% \text{FeO} \times 0,7779)} \quad (8)$$

Số Redox tăng lên thể hiện trạng thái khử nhiều hơn của vật liệu.

## 14 Phân tích hóa học

**14.1 Phép phân tích hóa học** có thể cần để thiết lập khả năng chấp nhận mẫu thủy tinh. Thực hiện các phép phân tích hóa học phù hợp theo các quy trình phân tích hàng ngày quy định tại ASTM C169 hoặc phù hợp các quy trình có thể thống nhất giữa các bên có liên quan.

## 15 Vật liệu vô cơ (kim loại không có từ tính, vật liệu chịu lửa, và các chất vô cơ rắn)

**15.1 Chuẩn bị mẫu** – Lấy 18 kg (40 lb) mẫu đã được chuẩn bị từ 7.2, rây qua lưới hoặc qua rây 6,3 mm (1/4 in.). Nếu mẫu không khô, thì vật liệu trên rây hoặc lưới phải được rửa ngay trên rây hoặc lưới bằng dòng nước chảy để đẩy các hạt bám dính. Bảo quản phần vật liệu dưới rây 6,3 mm để thực hiện theo 15.3 và làm khô nếu cần thiết.

**15.2 Đối với phần vật liệu còn lại trên rây** – Lấy ra các hạt không phải là thủy tinh và xác định xem chúng là kim loại từ tính, kim loại không từ tính hoặc các vật liệu vô cơ khác hay không. Đếm số lượng các hạt này. Loại bỏ các hạt còn lại trên rây và bảo quản phần còn lại để tính tổng các chất vô cơ. Từ vật liệu thủy tinh còn lại, nhặt ra các mảnh bị phủ nhẵn sơn hoặc giấy bạc hoặc các loại bao phủ khác. Giữ chúng lại cho phép thử tiếp theo xác định sự có mặt của các kim loại tự do. Loại bỏ phần còn lại trên rây 6,3 mm.

**15.3** Sàng phần khô lọt qua rây 6,3 mm từ 15.1 qua rây 850  $\mu\text{m}$  (No. 20). Bảo quản phần lọt qua rây 850  $\mu\text{m}$  để thực hiện 15.7. Trải phần còn lại trên rây 850  $\mu\text{m}$  lên bề mặt khô, sạch được chiếu sáng bằng ít nhất 2150 lx (200 fc) và quan sát bằng kính phóng đại 5X để nhặt ra các hạt không phải là thủy tinh. Loại bỏ các hạt bị hút vào nam châm và tất cả các vật liệu hữu cơ. Cân các hạt vô cơ còn lại trên rây và lưu lại khối lượng để tính tổng chất vô cơ. Nhặt ra và đếm số lượng các hạt kim loại không có từ tính. Ngoài ra, từ vật liệu thủy tinh còn lại trên rây, nhặt ra các mảnh bị phủ nhãn sơn hoặc giấy bạc hoặc các loại bọc phủ khác. Giữ chúng lại cho phép thử tiếp theo để xác định sự có mặt của các kim loại tự do. Bảo quản các hạt vô cơ còn lại trên rây để thực hiện 15.4.

**15.4** Cân các hạt vô cơ từ 15.3. Nếu khối lượng mẫu lớn hơn 1 g, tách mẫu ra các phần sao cho ít hơn 1 g được nung chảy cùng lúc trong một chén. Cân bảy lần lượng natri cacbonat ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) bằng khối lượng của (các) mẫu. Trộn lẫn (các) mẫu với lượng natri cacbonat đã định và cho vào (các) chén. Tốt nhất nên dùng các chén platin tuy nhiên có một số kim loại sẽ làm hỏng chén. Có thể thay thế bằng các chén sứ có nắp. Gia nhiệt hỗn hợp này bằng đầu đốt Meeker dùng trong phòng thử nghiệm và nung chảy trong 10 min tại mức nhiệt tối đa đạt được.

**15.4.1** Mục đích của quá trình nung chảy là để loại các hạt rở ràng không phải là loại chịu lửa, do đó tạo thuận lợi cho việc kiểm tra các hạt còn lại trên rây. Các hạt còn lại sau khi nung chảy có thể không nhất thiết là loại chịu lửa trong các lò nấu thủy tinh nhưng phải được đánh giá riêng biệt.

**15.5** Đặt chén đã nguội vào cốc thử loại 250 ml. Trung hòa vật liệu nung chảy bằng axit clohydric 3 N (HCl). Súc rửa các hạt trong chén. Pha loãng dung dịch bằng nước cất, gạt và thải bỏ chất lỏng đã dùng. Rửa chén bằng nước cất. Nếu có hiện tượng cặn làm mờ các hạt vật liệu, thì cho thêm vài mililit KOH đậm đặc và làm nóng lên đến hòa tan. Tiếp tục pha loãng dung dịch bằng nước cất, gạt, thải bỏ phần nước đã dùng, và rửa chén bằng nước. Súc rửa các hạt vật liệu bằng axeton và để khô trong không khí.

**15.6** Kiểm tra các hạt còn lại trên rây. Các hạt còn lại khi dùng kim thăm còn nhỏ giọt và cho thấy không bị thay đổi trừ trường hợp có thể giảm về kích thước sẽ được bảo quản để kiểm tra hàng ngày bằng kính hiển vi thạch học hoặc thực hiện phép thử chuẩn về nung chảy thủy tinh, hoặc thực hiện cả hai cách trên. Các hạt vật liệu đang quan tâm có thể được kiểm tra theo các phương pháp khác (ví dụ, nhiễu xạ tia X, quang phổ phát xạ, hoặc hóa học vi lượng). Ghi lại số lượng các hạt.

**15.6.1** Các vật liệu này cho thấy có tính chịu lửa trong lò nấu thủy tinh khi chúng tồn tại dạng các hạt có kích thước bằng hoặc lớn hơn 250  $\mu\text{m}$ : corundum, mulit, ziricon, cromit, spinen, silimanit, andaluzit, kyanit, và caxiterit.

**15.7** Cân phần vật liệu 250  $\mu\text{m}$  lọt qua rây từ 15.3. Nếu khối lượng mẫu này lớn hơn 450 g, lấy mẫu đại diện có khối lượng 450 g; nếu nhỏ hơn 450 g thì sử dụng toàn bộ mẫu. Tách riêng các hạt vô cơ từ thủy tinh sử dụng chất lỏng đậm đặc có khối lượng riêng bằng 2,65.

**15.7.1** Có thể chuẩn bị chất lỏng đậm đặc có khối lượng riêng là 2,65 bằng cách cho từ từ etanol biến tính vào sym-tetrabrometan trong khi khuấy đều cho đến khi dụng cụ chìm-nổi chuẩn đo khối lượng riêng 2,65 không còn nổi. Có thể sử dụng các chất lỏng có khối lượng riêng bằng 2,65.

**15.8** Lắp ráp thiết bị phân tách bằng cách trượt một mảnh 100 mm ống nhựa vinyl có đường kính khoảng 15 mm trên thân phễu lọc lớn. Lắp hai kẹp loại vít nén ống cách nhau khoảng 50 mm. Xoáy chặt vít dưới để đóng hoàn toàn ống và điều chỉnh vít trên vừa đủ chặt để định vị. Cho vừa đủ chất lỏng đậm đặc vào để đạt khoảng nửa dung tích của thiết bị phân tách.

**15.9** Cho mẫu từ 15.7 và vừa đủ lượng chất lỏng đậm đặc vào đến gần đầy thiết bị phân tách. Khuấy mẫu theo chu kỳ, và để vừa đủ thời gian giữa các lần khuấy để vật liệu phân tách. Đảm bảo là các hạt nặng trong ống có xu hướng tích tụ lên phía kẹp trên, đóng kẹp trên lại, đặt cốc thử 100 ml dưới ống, mở kẹp dưới, và xả các hạt vào cốc thử. Đóng kẹp dưới lại và mở kẹp trên như cũ. Tiếp tục khuấy trong mười lần. Có thể cần phải lặp lại việc loại bỏ các hạt giữa các lần khuấy và sau lần khuấy cuối cùng. Để yên cho các hạt lắng xuống trong cốc thử, và gạn bỏ chất lỏng đậm đặc còn dư vào thiết bị phân tách.

**15.10** Sau lần gạn cuối cùng vào thiết bị phân tách, pha loãng chất lỏng đậm đặc còn lại trong cốc thử bằng axeton, để yên cho các hạt lắng xuống và gạn chất lỏng đậm đặc pha loãng vào đĩa bay hơi. (Xem 15.10.1) Rửa các hạt nặng bằng axeton, gạn, và thải bỏ chất lỏng đó. Để cho các hạt nặng khô và đem cân. Bảo quản vật liệu này để tính tổng các chất vô cơ. Nếu khối lượng các hạt nặng lớn hơn 1 g, thì rây qua rây 250  $\mu\text{m}$  và bảo quản các hạt nặng trên rây 250  $\mu\text{m}$  để thực hiện 15.11. Đổ bỏ các hạt lọt qua rây 250  $\mu\text{m}$ .

**15.10.1** Chất lỏng đậm đặc có chứa thủy tinh và các hạt nhẹ khác có thể được bảo toàn bằng cách lọc chất lỏng này qua phễu Buchner, sử dụng chân không và giấy lọc nhanh. Chuyển chất lỏng đã lọc vào bình chứa để bảo quản, bình này phải được đậy nắp để làm chậm sự bay hơi của cồn. Súc rửa các hạt còn lại trên phin lọc bằng axeton để loại bỏ chất lỏng đậm đặc cho thêm vào. Chuyển chất lỏng đậm đặc pha loãng vào bình bay hơi, và để cho axeton bay hơi. Định kỳ cần tiến hành thử khối lượng riêng của chất lỏng pha loãng bằng dụng cụ chìm-nổi chuẩn khối lượng riêng 2,65 (xem ASTM C729). Khi chất lỏng vượt quá khối lượng riêng 2,65, tiến hành lọc và chuyển vào bình dự trữ để sử dụng lại. Đổ bỏ thủy tinh và các hạt nhẹ khác.

**15.11** Tiến hành thử nghiệm mẫu hạt nặng từ 15.10 theo đúng quy trình như nêu tại 15.4 và 15.5 bằng cách nung chảy với natri cacbonat và phân hủy sự hợp nhất bằng HCl 3 N. Nếu dùng chén platin thì phải đảm bảo là tất cả các kim loại đã được lấy ra. Sau khi làm khô, rây các hạt qua rây 425  $\mu\text{m}$  và 250  $\mu\text{m}$ . Các hạt vẫn bờ rời khi dùng kim thăm và cho thấy không bị thay đổi trừ trường hợp có thể giảm về kích thước sẽ được coi là vật liệu có khả năng chịu lửa. Ghi lại số lượng các hạt có khả năng chịu lửa trên từng rây. Theo 15.6 các hạt này có thể được kiểm tra tiếp theo.

## 15.12 Tính toán

15.12.1 Tính phần trăm khối lượng các chất vô cơ lớn hơn 6,3 mm (1/4 in.),  $W_i$  (+ 6,3 mm), như sau:

$$W_i(+ 6,3 \text{ mm}) = \frac{100 W}{18} \quad (9)$$

Trong đó  $W$  là khối lượng của chất vô cơ + 6,3 mm được bảo quản từ 15.2.

15.12.2 Tính phần trăm khối lượng của các chất vô cơ giữa các rây 6,3 mm và 850  $\mu\text{m}$  (1/4 in. và No. 20),  $W_i$  (+ 850  $\mu\text{m}$ ), như sau:

$$W_i(+ 850 \mu\text{m}) = \frac{100 W_2}{18} \quad (10)$$

Trong đó  $W_2$  là khối lượng chất vô cơ của 6,3 mm – 850  $\mu\text{m}$  được bảo quản từ 15.3.

15.12.3 Tính phần trăm khối lượng của các chất vô cơ nhỏ hơn 850  $\mu\text{m}$  (No. 20),  $W_i$  (– 850  $\mu\text{m}$ ), như sau:

$$W_i(- 850 \mu\text{m}) = \frac{100 W_3}{18} \quad (11)$$

Trong đó  $W_3$  là khối lượng chất vô cơ – 850  $\mu\text{m}$  được bảo quản từ 15.10.

15.12.4 Tính phần trăm khối lượng của tổng các chất hữu cơ,  $W_i$ , như sau:

$$W_i = W_i(+ 6,3 \text{ mm}) + W_i(+ 850 \mu\text{m}) + W_i(- 850 \mu\text{m}) \quad (12)$$

15.13 **Phép thử xác định sự có mặt của các kim loại tự do** – Tiếp sau các quy trình tính toán như nêu tại 15.12, thu gom các hạt vật liệu vô cơ từ 15.2, 15.3, 15.6 và 15.10 kèm theo các mảnh tráng thủy tinh từ 15.3 và 15.4.

15.13.1 *Quy trình* – Cho các hạt vô cơ vào ống 15 ml hoặc ống thử khác có kích thước phù hợp. Cho vừa đủ dung dịch 1 % cồn o-dinitrobenzen đến nửa ống phủ lên các hạt trong từng ống thử. Cho vào từng ống NaOH 0,5 N cho đến khi các hạt được ngập hết (tạo thành hỗn hợp 1:1). Treo lơ lửng các ống thử trong nước sôi. Sự xuất hiện màu tím chứng tỏ sự có mặt của nhôm, kẽm, chì, kim loại thiếc, hoặc hợp chất của chúng.

CHÚ THÍCH 1: Phép thử này còn có hiệu lực cả khi các kim loại này có lớp oxit phủ bề mặt.

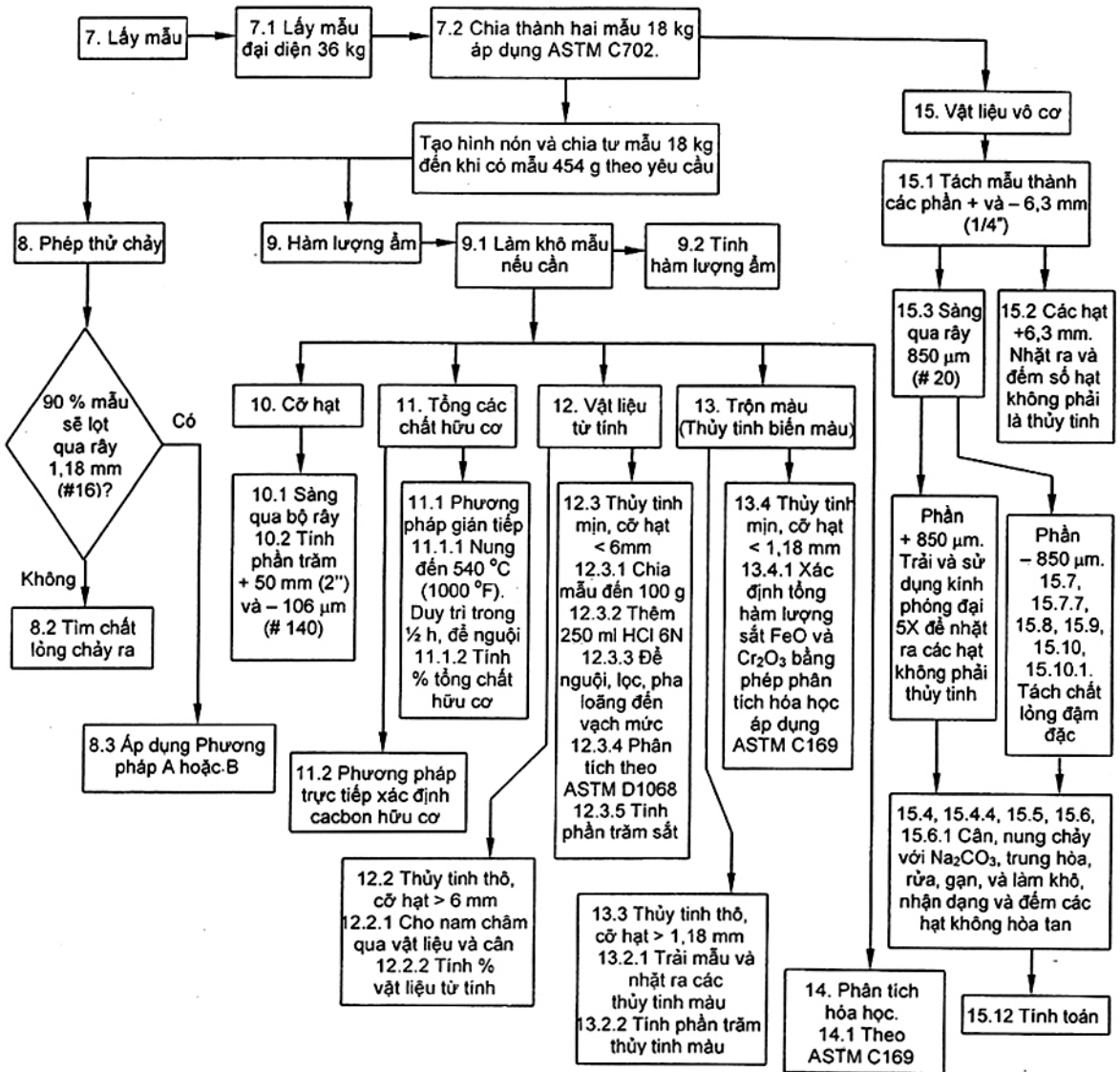
15.14 **Phân tích hóa học** – Quy trình này không tách riêng hoặc nhận dạng các chất vô cơ không phải là thủy tinh có kích thước nhỏ hơn 850  $\mu\text{m}$  và có khối lượng riêng nhỏ hơn 2,65. Nếu nghi ngờ có loại chất này, thì phải áp dụng các phương pháp viện dẫn tại Điều 14.

## 16 Độ chụm và độ chệch

16.1 Phương pháp này chưa xây dựng độ chụm và độ chệch.

## 17 Biểu đồ

17.1 Biểu đồ (xem Hình 1) nhằm làm rõ trình tự phức hợp của các phép thử được thực hiện phù hợp với các điều từ Điều 7 đến Điều 15.



Hình 1 – Biểu đồ thử nghiệm đơn giản hóa