

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 12121-1:2017

ISO 5071-1:2013

Sx1(2017)

**THAN NÂU VÀ THAN NON -
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT BỐC TRONG MẪU
PHÂN TÍCH - PHẦN 1: PHƯƠNG PHÁP HAI LÒ NUNG**

*Brown coals and lignites - Determination of the volatile matter in the analysis sample -
Part 1: Two-furnace method*

HÀ NỘI - 2017

Lời nói đầu

TCVN 12121-1:2017 hoàn toàn tương đương với ISO 5071-1:2013.

TCVN 12121-1:2017 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.

Lời giới thiệu

Chất bốc được xác định là sự hao hụt về khối lượng, được hiệu chỉnh độ ẩm, khi mẫu phân tích của than nâu và than non được nung trong môi trường không có không khí dưới các điều kiện xác định. Phép thử này có tính thực nghiệm và để thu được các kết quả tái lập, thì điều quan trọng là phải kiểm soát chặt tốc độ nung, nhiệt độ cuối cùng và tổng thời gian của phép thử. Do bản chất của than nâu và than non nên nhiệt độ nung ban đầu đối với mẫu phải là 400 °C để giảm khả năng mẫu bị bắn ra khỏi cốc thử.

Chất khoáng có trong mẫu cũng có thể bị hao hụt dưới các điều kiện thử nghiệm, mức độ hao hụt phụ thuộc vào bản chất và khối lượng các chất khoáng có trong mẫu.

Than nâu và than non – Xác định hàm lượng chất bốc trong mẫu phân tích – Phần 1: Phương pháp hai lò nung

Brown coals and lignites – Determination of volatile matter in the analysis sample – Part 1: Two-furnace method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp để xác định hàm lượng chất bốc của than nâu và than non.

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 ban hành thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các bản sửa đổi (nếu có).

TCVN 318 (ISO 1170) *Than và cốc – Tính toán kết quả phân tích trên những trạng thái khác nhau.*

TCVN 8620-2 (ISO 5068-2) *Than nâu và than non – Xác định hàm lượng ẩm – Phần 2: Phương pháp khối lượng gián tiếp xác định hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích.*

ISO 1213-2, *Solid mineral fuels – Vocabulary – Part 2: Terms relating to sampling, testing and analysis (Nhiên liệu khoáng rắn – Từ vựng – Phần 2: Thuật ngữ liên quan đến lấy mẫu, thử nghiệm và các phép phân tích).*

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 dùng cho các phép phân tích chung).*

3 Thuật ngữ, định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này áp dụng các thuật ngữ, định nghĩa nêu trong ISO 1213-2.

4 Nguyên tắc

Than được nung trong môi trường không có không khí trong thời gian 7 min tại 400 °C, sau đó được chuyển ngay đến lò khác và nung tiếp trong 7 min tại 900 °C. Phần trăm hàm lượng chất bốc được tính toán từ sự hao hụt về khối lượng của mẫu được sấy trong tủ sấy hoặc từ khối lượng hao hụt của mẫu phân tích đã hiệu chỉnh độ ẩm.

5 Hóa chất, thuốc thử

5.1 Chất hút ẩm, mới hoặc mới tái chế và tốt nhất dùng loại tự hiển thị. Các chất hút ẩm phù hợp là magiê perclorat, silica gel, nhôm hoạt tính và canxi sulfat khan.

CẢNH BÁO – Magiê perclorat là chất oxy hóa mạnh. Không tái chế chất hấp thụ. Không được tiếp xúc với các vật liệu hữu cơ hoặc chất khử.

5.2 Nitơ, khô, có hàm lượng oxy lớn nhất là 30 µl/l.

6 Dụng cụ, thiết bị

6.1 Lò nung (Hình 1), chạy bằng điện. Cần hai lò như vậy. Lò thứ nhất có kích thước khoang là 160 mm × 100 mm, có nhiệt độ duy trì đồng đều bằng 400 °C ± 10 °C. Lò thứ hai có kích thước khoang là 160 mm × 100 mm, nhiệt độ duy trì đồng đều bằng 900 °C ± 5 °C. Các lò có thể là loại đáy kín hoặc phía sau lò có lắp ống dẫn hơi dài 150 mm, đường kính 25 mm. Các lò có công suất nhiệt bằng 900 °C và/hoặc 400 °C phải là loại có nhiệt độ ban đầu là 900 °C và/hoặc 400 °C, nhiệt độ 900 °C ± 10 °C và/hoặc 400 °C ± 10 °C phải đạt lại được trong vòng 4 min sau khi đưa giá đỡ và cốc thử lạnh vào. Nhiệt độ được đo bằng cặp nhiệt điện như mô tả tại 6.3. Lò được thiết kế đặc biệt để có thể thực hiện nhiều phép xác định, sử dụng nhiều cốc thử trên một giá đỡ hoặc có thể một cốc thử trên giá đỡ. Vị trí giá đỡ cốc phải được lựa chọn trong vùng có nhiệt độ ổn định đồng đều và vị trí này sẽ được sử dụng cho tất cả các phép xác định.

6.2 Tủ sấy, có khả năng kiểm soát nhiệt độ trong khoảng từ 105 °C đến 110 °C và cho dòng nitơ khô (5.2) thổi qua với tốc độ đủ để thay đổi không khí 15 lần trên giờ. Thể tích khoang sấy phải phù hợp để chứa được cốc thử (6.4).

6.3 Cặp nhiệt điện, không vỏ bọc (để trần), chiều dày dây không lớn hơn 1 mm, sử dụng để kiểm tra các đặc tính nhiệt độ của lò. Đầu đo của cặp nhiệt điện được đặt vào đoạn giữa đáy cốc trên giá đỡ và đáy sàn lò. Nếu giá đỡ có nhiều cốc thử, thì kiểm tra nhiệt độ của từng cốc theo cùng một cách. Nếu cần, có thể lắp cặp nhiệt điện có vỏ bọc cố định trong lò với đầu đo càng nằm giữa khoang nung có nhiệt độ đều càng tốt, trong trường hợp này, các số đọc nhiệt độ phải là tương ứng nhau tại các khoảng thời gian thường gặp với các số đọc của cặp nhiệt điện không vỏ bọc, để sau này chỉ khi cần thiết mới đưa cặp nhiệt điện vào.

CHÚ THÍCH: Mối quan hệ nhiệt độ/sức điện động tại đầu đo cặp nhiệt điện duy trì tại các nhiệt độ nâng cao sẽ dần thay đổi theo thời gian.

6.4 Cốc và nắp, cốc hình trụ có nắp đậy kín, cốc và nắp đều được làm bằng silica nung chảy. Khối lượng cốc kể cả nắp bằng khoảng từ 10 g đến 14 g và có các kích thước như thể hiện trên Hình 2. Đối với phép xác định này, độ khít của nắp với cốc là rất quan trọng, nắp phải được chọn hợp với cốc sao cho khe hở ngang giữa chúng không lớn hơn 0,5 mm. Sau khi chọn xong, mài cốc và nắp vào nhau để tạo các bề mặt trơn nhẵn và được đánh dấu chung để phân biệt từng

cặp. Cũng có thể sử dụng các cốc làm bằng các vật liệu chịu lửa khác, hoặc bằng platin, miễn là chúng cho các kết quả nhất quán với các cốc silica như khuyến cáo, trong độ chụm công bố của phương pháp (Điều 10).

6.5 Giá đỡ, cốc đặt trên giá được đưa vào lò sao cho có thể đạt được tốc độ nung qui định thích hợp. Ví dụ, bao gồm;

a) đối với phép xác định đơn (một cốc), dùng vòng thép chịu nhiệt như thể hiện trên Hình 3a), có đường kính 27 mm và dày 1,5 mm, nằm trên phần nhô ra trong chân giá đỡ,

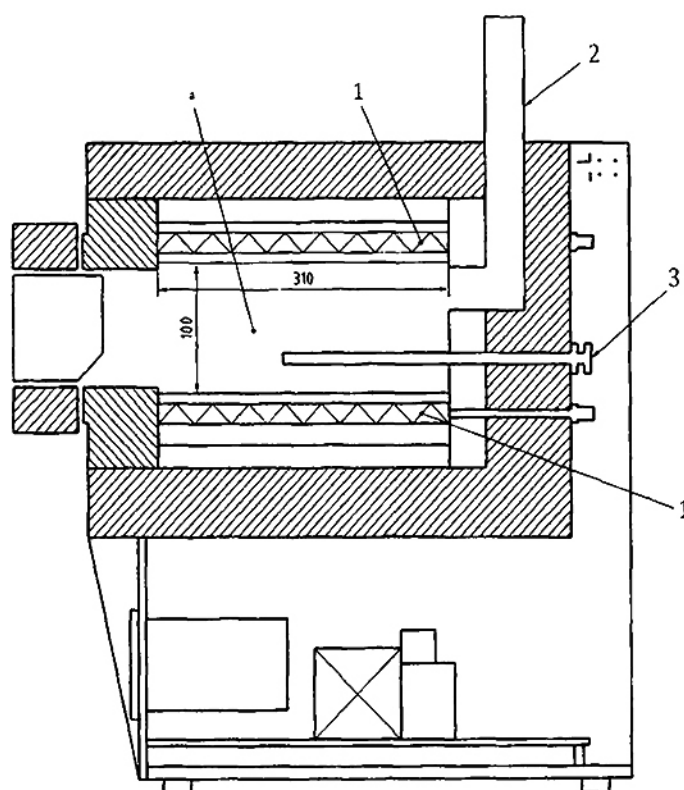
hoặc

b) đối với phép xác định nhiều cốc, dùng khay bằng thép chịu nhiệt có kích thước thích hợp như thể hiện trên Hình 3b), có các tấm gốm dày 2 mm đỡ các cốc thử.

6.6 Cân, có độ chính xác đến 0,1 mg.

6.7 Bình hút ẩm

Kích thước tính bằng milimet

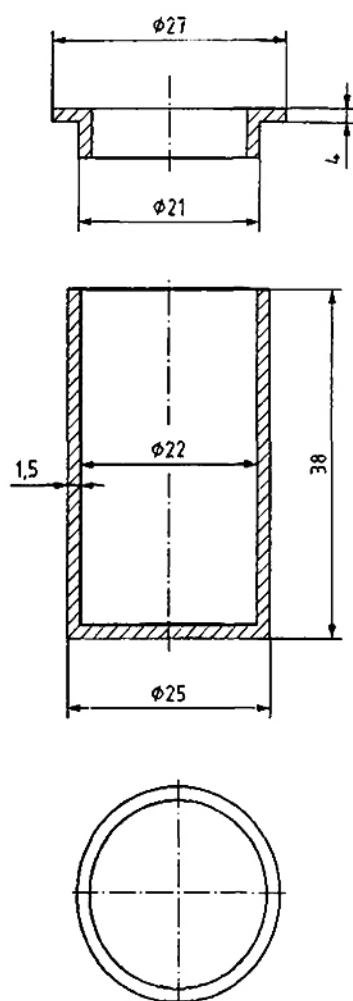


CHÚ DẪN

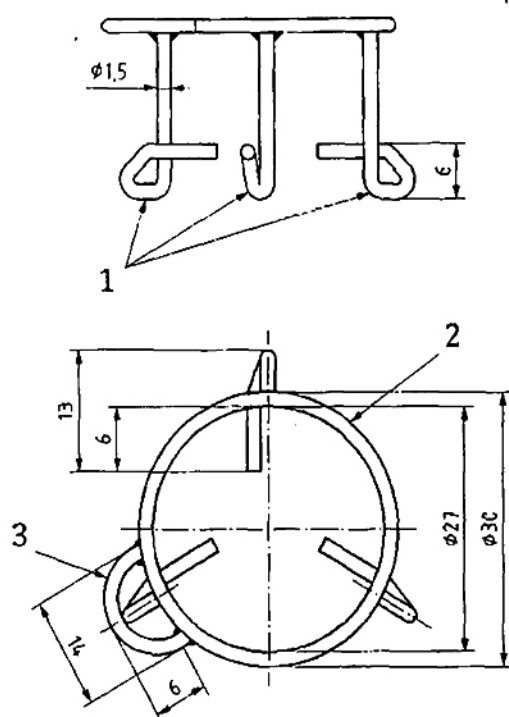
1 hệ thống gia nhiệt
2 ống dẫn hơi

3 cặp nhiệt điện
a khoảng lò rộng 200 mm.

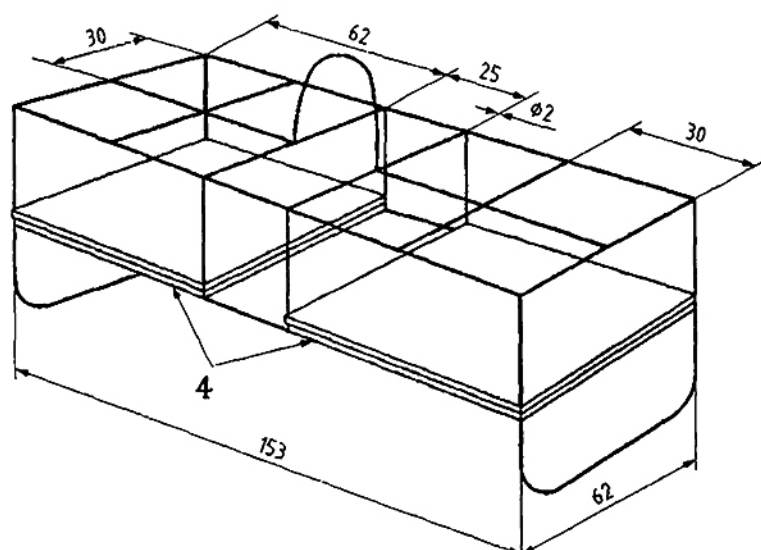
Hình 1 – Ví dụ về lò nung phù hợp



Hình 2 – Cốc và nắp bằng silica



a) Phù hợp cho phép xác định một cốc



b) Phù hợp cho phép xác định nhiều cốc

CHÚ DẪN

- 1 ba chân cách nhau 120°
2 vòng thép

- 3 tay nắm
a các tấm gôm

Hình 3 – Giá đỡ cốc

7 Mẫu thử

Chuẩn bị mẫu để xác định hàm lượng chất bốc trong mẫu phân tích theo ISO 5069-2.

8 Cách tiến hành

8.1 Qui trình sơ bộ

Điều chỉnh nhiệt độ khoang nung trong các lò nung (6.1) tương ứng là $400\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ và $900\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ như hiển thị chính xác trên cặp nhiệt điện không vỏ bọc (6.3), giá đỡ và các cốc không (mẫu) được đưa vào vị trí thích hợp. Lấy giá đỡ và cốc ra, đóng cửa lò. Tiến hành nung, trong lò (6.1) tại nhiệt độ $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 7 min, có thể một cốc và nắp (6.4) hoặc các cốc và các nắp theo yêu cầu cho vào giá đỡ nhiều cốc. Lấy (các) cốc từ lò ra và để nguội, đầu tiên đặt trên tấm kim loại, sau đó để vào bình hút ẩm (6.7) đã đặt cạnh cân. Ngay khi cốc nguội, cân từng cốc không (mẫu) cùng nắp. Ghi lại (các) khối lượng của các cốc và nắp đã được ổn định trước đó chính xác đến 0,1 mg (8.4, Chú thích 1).

8.2 Qui trình xác định trước

Trước khi bắt đầu xác định, trộn đều mẫu phân tích trong ít nhất 1 min, tốt nhất là sử dụng các biện pháp trộn cơ học. Cân 1,00 g đến 1,01 g mẫu (Điều 7) chính xác đến 0,1 mg cho vào từng cốc đã được ổn định trước. Bỏ nắp ra và gõ cốc trên nền/bề mặt sạch, cứng cho đến khi mẫu tạo lớp dày đều trong đáy cốc. Tiến hành tiếp như 8.3 hoặc 8.4 tùy thuộc vào than đã được làm khô trong tủ sấy hoặc trong không khí.

8.3 Phương pháp sử dụng than đã làm khô trong tủ sấy

Cho (các) cốc đã có mẫu cùng (các) nắp vào tủ sấy (6.2) tại nhiệt độ từ $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $110\text{ }^{\circ}\text{C}$. Sấy khô (các) mẫu đến khối lượng không đổi theo như cách tiến hành xác định độ ẩm qui định tại TCVN 8620-2 (ISO 5068-2). Ghi lại (các) khối lượng của (các) cốc, (các) nắp, (các) mẫu đã sấy trong tủ, chính xác đến 0,1 mg.

Đặt (các) cốc cùng (các) nắp có chứa (các) mẫu đã sấy trong tủ vào giá đỡ phù hợp (8.4, Chú thích 2) và chuyển vào lò đã đặt nhiệt độ $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 7 min. Chuyển ngay vào lò đã đặt nhiệt độ $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 7 min.

Lấy (các) cốc ra, để nguội, và tiến hành cân theo đúng cách như đối với (các) cốc không có mẫu (xem 8.1). Nếu nhìn thấy có cặn tro trên giá hoặc trên (các) cốc thì phải bỏ phép thử này và tiến hành lại (8.4, Chú thích 3).

8.4 Phương pháp sử dụng than đã làm khô trong không khí

Cho (các) cốc đã có mẫu cùng (các) nắp của nó vào giá đỡ nguội thích hợp (Chú thích 2) và chuyển vào lò múp đã đặt nhiệt độ $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 7 min. Chuyển ngay vào lò đã đặt nhiệt độ $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 7 min nữa. Lấy (các) cốc ra, để nguội, và cân theo đúng cách như đối với (các) cốc không có mẫu (xem 8.1).

CHÚ THÍCH 1: Việc xử lý đúng như nhau đối với (các) cốc và (các) nắp trước và sau phép xác định để giảm thiểu sự ảnh hưởng của bất kỳ màng nước hấp thụ nào trên bề mặt, trong khi việc làm nguội nhanh cũng giảm sự hấp thụ ẩm của cặn than.

CHÚ THÍCH 2: Nếu đang tiến hành phép xác định nhiều cốc, thì cho vào các vị trí trống trên giá đỡ bằng các cốc không mẫu.

CHÚ THÍCH 3: Các loại than nâu và than non nhất định có thể tạo ra các cặn tro trên nắp hoặc cốc thử hoặc trên khay mẫu khi đang tiến hành thử nghiệm theo qui trình hai-lò. Trong trường hợp như vậy, khuyến cáo nên nén mẫu đã làm khô trong không khí thành các viên nhỏ, sau đó tiến hành xác định chất bốc.

9 Tính kết quả

Tính hàm lượng chất bốc trên trạng thái khô, V_d , theo công thức nêu tại 9.1 Và 9.2.

9.1 Đối với than đã khô trong tủ sấy

$$V_d = 100 \times \frac{(m_2 - m_3)}{(m_2 - m_1)}$$

trong đó

- m_1 là khối lượng của cốc không mẫu và nắp, tính bằng gam (8.1);
- m_2 là khối lượng của cốc, nắp và mẫu đã khô trong tủ sấy, tính bằng gam (8.2);
- m_3 là khối lượng của cốc, nắp và mẫu đã nung trong lò, tính bằng gam (8.3).

9.2 Đối với than đã làm khô trong không khí

$$V_{ad} = \frac{100(m_2 - m_3)}{(m_2 - m_1)} - M_{ad}$$

$$V_d = \frac{100}{100 - M_{ad}} \times V_{ad}$$

trong đó

- m_1 là khối lượng của cốc không mẫu và nắp, tính bằng gam (8.1);
- m_2 là khối lượng của cốc, nắp và mẫu đã làm khô trong không khí, tính bằng gam (8.2);
- m_3 là khối lượng của cốc, nắp và mẫu sau gia nhiệt, tính bằng gam (8.4);
- M_{ad} là hàm lượng ẩm của mẫu đã làm khô trong không khí xác định theo TCVN 8620-2 (ISO 5068-2), tính bằng phần trăm khối lượng;
- V_{ad} là chất bốc trên trạng thái khô trong không khí, tính bằng phần trăm khối lượng.

Báo cáo các kết quả (giá trị trung bình của phép xác định lặp lại hai lần) chính xác đến 0,1 %.

Tính chuyển các kết quả phân tích về các trạng thái khác theo TCVN 318 (ISO 1170).

10 Độ chụm của phương pháp

10.1 Giới hạn độ lặp lại

Các kết quả của các phép xác định lặp lại hai lần được tiến hành trong cùng phòng thí nghiệm, do cùng một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, trên cùng một mẫu thử, trong các khoảng thời gian ngắn, không được chênh lệch vượt quá các giá trị nêu trong Bảng 1.

10.2 Giới hạn độ tái lập

Các giá trị trung bình các kết quả của các phép xác định lặp lại hai lần, được tiến hành tại hai phòng thí nghiệm khác nhau, trên các phần mẫu thử đại diện lấy từ cùng một mẫu, không được chênh lệch vượt quá các giá trị nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 – Độ chụm của phương pháp

Độ lặp lại	Độ tái lập
1,0 % giá trị tuyệt đối	3,0 % giá trị tuyệt đối

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm gồm các thông tin sau:

- viện dẫn tiêu chuẩn này bao gồm cả năm công bố tiêu chuẩn;
- nhận dạng mẫu thử;
- kết quả xác định và trạng thái phân tích;
- các đặc điểm bất thường ghi nhận được trong quá trình xác định.