

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11152:2015

ISO 11722:2013

Xuất bản lần 1

**NHIÊN LIỆU KHOÁNG RẮN - THAN ĐÁ - XÁC ĐỊNH
HÀM LƯỢNG ẨM TRONG MẪU THỬ PHÂN TÍCH CHUNG
BẰNG CÁCH LÀM KHÔ TRONG NITƠ**

Solid mineral fuels - Hard coal -

Determination of moisture in the general analysis test sample by drying in nitrogen

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11152:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 11722:2013.

TCVN 11152:2015 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 27 *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

Phép xác định hàm lượng ẩm trong mẫu thử phân tích chung là cần thiết để hiệu chỉnh các kết quả của các phép phân tích nhất định, ví dụ, hàm lượng chất bốc và hydro, về sự ảnh hưởng của nước khi xác định và cho phép tất cả các phép xác định được hiệu chỉnh về trạng thái khô.

Do than đá có tính hút ẩm, hàm lượng ẩm của nó thay đổi theo hàm lượng ẩm của môi trường xung quanh, vì vậy hàm lượng ẩm có trong mẫu thử phân tích chung phải được xác định khi cân các phần mẫu dùng cho các phép phân tích khác. Nếu các phần mẫu thử dùng cho một số phép phân tích được cân tại cùng một thời điểm, thì phép xác định hàm lượng ẩm đơn lẻ đồng thời là đủ để hiệu chỉnh các phép phân tích này.

Nhiên liệu khoáng rắn - Than đá - Xác định hàm lượng ẩm trong mẫu thử phân tích chung bằng cách làm khô trong nitơ

Solid mineral fuels - Hard coal - Determination of moisture in the general analysis test sample by drying in nitrogen

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng ẩm trong mẫu thử phân tích chung của than đá bằng cách làm khô trong nitơ.

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 phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi (nếu có).

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

3 Thuật ngữ, định nghĩa

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

4 Nguyên tắc

Gia nhiệt một khối lượng than xác định trong dòng nitơ tại khoảng nhiệt độ từ 105 °C đến 110 °C và duy trì tại nhiệt độ này cho đến khi đạt khối lượng không đổi. Hàm lượng ẩm được tính từ sự hao hụt khối lượng than.

5 Hóa chất và thuốc thử

Nitơ, nitơ khô, có phần thể tích oxy nhỏ hơn 30 $\mu\text{l/l}$.

Nitơ thương phẩm có hàm lượng nước nhỏ hơn 5 $\mu\text{l/l}$ thì không cần làm khô tiếp nữa.

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 Cân phân tích, có khả năng cân chính xác đến 0,1 mg.

6.2 Tủ sấy, có khả năng kiểm soát nhiệt độ tại 105 °C đến 110 °C và có điều kiện sẵn để nitơ đi qua với tốc độ dòng bằng khoảng 15 lần thể tích tủ sấy trên giờ và có thể tích thực thấp nhất, tức là khoảng trống là nhỏ nhất.

CHÚ THÍCH: Ví dụ về tủ sấy phù hợp được nêu tại Phụ lục A.

6.3 Đĩa cân loại nông, làm bằng thủy tinh hoặc kim loại có bền ăn mòn, có nắp vừa khít, đĩa có kích thước phù hợp sao cho một lớp than phủ không vượt quá 0,20 g/cm².

6.4 Bình làm nguội, ví dụ, bình hút ẩm, không chứa chất hút ẩm, có tấm kim loại, tốt nhất làm bằng nhôm hoặc đồng. Bình này có thể được trang bị sẵn phương tiện để cho khí nitơ đi qua trong quá trình làm nguội.

7 Chuẩn bị mẫu thử

Than sử dụng để xác định hàm lượng ẩm theo thành phần khối lượng là mẫu thử phân tích chung. Phải đảm bảo rằng hàm lượng ẩm theo thành phần khối lượng trong mẫu thử là ở trạng thái cân bằng với môi trường phòng thử nghiệm, nếu cần có thể trải mẫu ra thành lớp mỏng trong thời gian cần tối thiểu để đạt sự cân bằng.

Trước khi bắt đầu phép xác định, trộn kỹ mẫu thử đã đạt cân bằng trong thời gian ít nhất là 1 min, tốt nhất là sử dụng các biện pháp cơ học.

8 Cách tiến hành

Sử dụng cân phân tích (6.1) cân đĩa cân (không) sạch, khô, cùng với nắp của nó, chính xác đến 0,1 mg. Lấy 1 g \pm 0,1 g mẫu than trải mỏng đều và cân lại. Gia nhiệt đĩa không đậy nắp trong tủ sấy (6.2) tại nhiệt 105 °C đến 110 °C trong ít nhất 60 min trong khi cho dòng nitơ chạy qua với tốc độ bằng khoảng 15 lần thể tích tủ sấy trên giờ. Không mở cửa tủ sấy trong quá trình làm khô.

Khi quá trình làm khô đã kết thúc, lấy đĩa cùng mẫu đã khô ra và đặt ngay nắp lại. Nếu tủ sấy có kích cỡ cho phép, đặt nắp vào ngay khi đĩa vẫn ở trong tủ. Để đĩa nguội trên tấm kim loại dày trong khoảng 10 min. Tại thời điểm cuối của quá trình làm nguội 10 min, chuyển đĩa vào bình làm nguội (6.4) và để nguội đến nhiệt phòng. Ngay khi đạt đến nhiệt độ phòng, cân lại chính xác đến 0,1 mg.

CHÚ THÍCH: Nếu bình làm nguội có sử dụng dòng nitơ, thì có thể chuyển trực tiếp đĩa vào bình làm nguội, không cần để trên tấm kim loại.

Nếu có bất kỳ nghi ngờ nào về quá trình làm khô chưa hoàn toàn, thì gia nhiệt lại tại nhiệt độ 105 °C đến 110 °C trong 10 min nữa cho đến khi sự thay đổi về khối lượng mẫu không quá 1 mg.

9 Biểu thị kết quả

Hàm lượng ẩm của than đá khi phân tích, w_M , tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức:

$$w_M = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100$$

trong đó:

- m_1 là khối lượng của đĩa (không) và nắp, tính bằng gam;
- m_2 là khối lượng của đĩa, nắp và than trước khi sấy, tính bằng gam;
- m_3 là khối lượng của đĩa, nắp và than sau khi sấy, tính bằng gam.

Báo cáo kết quả là trung bình cộng của phép xác định hai lần, chính xác đến 0,1 % phần khối lượng.

10 Độ chụm

10.1 Giới hạn lặp lại

Các kết quả của phép xác định hai lần (thực hiện trong khoảng thời gian ngắn, nhưng không đồng thời) trong cùng một phòng thí nghiệm, do cùng một người làm trên cùng một thiết bị, trên hai phần mẫu lấy thử đại diện lấy từ cùng một mẫu phân tích, không chênh lệch nhau lớn hơn các giá trị nêu trong Bảng 1.

10.2 Giới hạn tái lập

Do các điều kiện về hàm lượng ẩm của các phòng thử nghiệm khác nhau, nên không qui định giá trị giới hạn về tái lập.

Bảng 1 – Độ chụm

Hàm lượng ẩm % (theo khối lượng)	Chênh lệch lớn nhất có thể chấp nhận được giữa các kết quả Giới hạn lặp lại
Nhỏ hơn 5	0,10
Bằng hoặc lớn hơn 5	0,15

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm các thông tin sau:

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này TCVN 11152 (ISO 11722);
- b) nhận dạng mẫu thử;
- c) các kết quả của phép xác định.

Phụ lục A

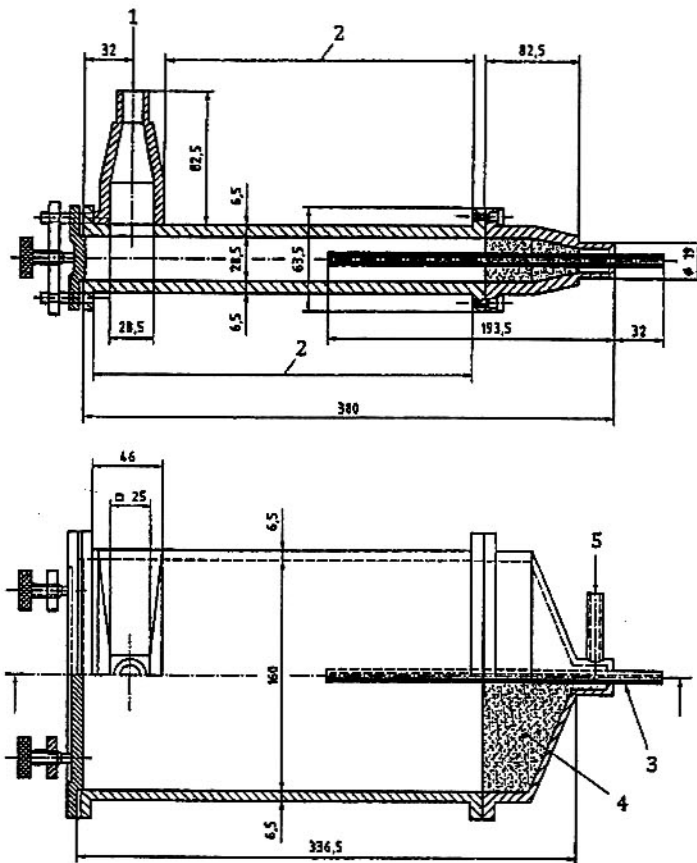
(tham khảo)

Ví dụ về tủ sấy phù hợp

Ví dụ về tủ sấy phù hợp cho phép xác định hàm lượng ẩm trong mẫu thử phân tích chung được mô phỏng trên Hình A.1. Cũng có thể gọi là “Tủ có khoảng trống nhỏ nhất” tủ này giảm thiểu lượng nitơ cần thiết.

Tuy nhiên có thể sử dụng bất kỳ tủ sấy nào phù hợp theo 6.2.

Kích thước tính bằng milimet



CHÚ DẪN

- | | |
|----------------------------------|---|
| 1. đầu ra của nitơ | 4. lưới đồng có lỗ, kích thước lỗ bằng 0,25 |
| 2. khoảng trống dành để sấy | 5. đầu vào của nitơ |
| 3. ống dùng cho dụng cụ đo nhiệt | |

Hình A.1 – Ví dụ về tủ có khoảng trống nhỏ nhất