

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 8620-2:2010
ISO 5068-2:2007**

Xuất bản lần 1

**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**

Brown coals and lignites Determination of moisture content

Part 2: Indirect gravimetric method for moisture in the analysis sample

HÀ NỘI – 2010

Lời nói đầu

TCVN 8620-2:2010 hoàn toàn tương đương với ISO 5068-2:2007.

TCVN 8620-2:2010 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.

Bộ tiêu chuẩn TCVN 8620 (ISO 5068) gồm có các tiêu chuẩn sau:

TCVN 8620-1:2010 (ISO 5068-1:2007) Than nâu và than non – Xác định hàm lượng ẩm – Phần 1: Phương pháp khối lượng gián tiếp xác định hàm lượng ẩm toàn phần

TCVN 8620-2:2010 (ISO 5068-2:2007) 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

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

*Brown coals and lignites – Determination of moisture content –
Part 2: Indirect gravimetric method for moisture in the analysis sample*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp khối lượng gián tiếp xác định hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích 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).

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

Phần mẫu thử dùng trong các phép phân tích chung được làm khô trong môi trường nitơ đến khối lượng không đổi tại nhiệt độ từ 105 °C đến 110 °C. Hàm lượng ẩm của mẫu phân tích được tính từ khối lượng thất thoát của phần mẫu thử.

TCVN 8620-2:2010

CHÚ THÍCH: Than nâu và than non có tính hút ẩm, do vậy hàm lượng ẩm thay đổi theo sự thay đổi của độ ẩm môi trường. Do đó phải xác định hàm lượng ẩm của mẫu phân tích khi các phần mẫu thử được cân để dùng cho các phép phân tích khác, ví dụ: chất bốc, nhiệt lượng riêng, cacbon và hydro, v.v...

5 Hóa chất, thuốc thử

5.1 Chất hút ẩm, loại mới hoặc mới tái chế và tốt nhất dung loại tự hiển thị.

Các chất hút ẩm phù hợp là loại magiê perclorat và silica gel.

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

5.2 Nitơ, có độ tinh khiết cao, khô có hàm lượng oxy lớn nhất bằng 30 µl/l.

CHÚ THÍCH: Có sẵn loại nitơ thương phẩm với độ tinh khiết này. Xem chi tiết tại Phụ lục A.

6 Dụng cụ, thiết bị

6.1 Tủ sấy, có khả năng kiểm soát tại nhiệt độ từ 105 °C đến 110 °C, và có thể cho dòng nitơ thổi qua với tốc độ bằng khoảng 15 lần thể tích tủ trên giờ và bằng thể tích thực tế thấp nhất, tức là thể tích khoảng trống nhỏ nhất.

Trước khi sử dụng tủ sấy, tiến hành kiểm tra biên độ nhiệt độ trong tủ sấy và chú ý chỉ đưa mẫu vào khi biết nhiệt độ tủ bằng 105 °C đến 110 °C.

Tủ sấy phù hợp được mô phỏng trên Hình 1.

6.2 Đĩa cân, loại đĩa nông, bằng silica hoặc thủy tinh, có các mép vê tròn và có nắp bằng thủy tinh, hoặc bằng vật liệu không bị ăn mòn, chịu nhiệt, có nắp đậy vừa khít.

Đường kính của đĩa phải đảm bảo sao cho khối lượng của lớp than không vượt quá 0,15 g/cm² đối với mẫu phân tích có khối lượng từ 1 g đến 2 g.

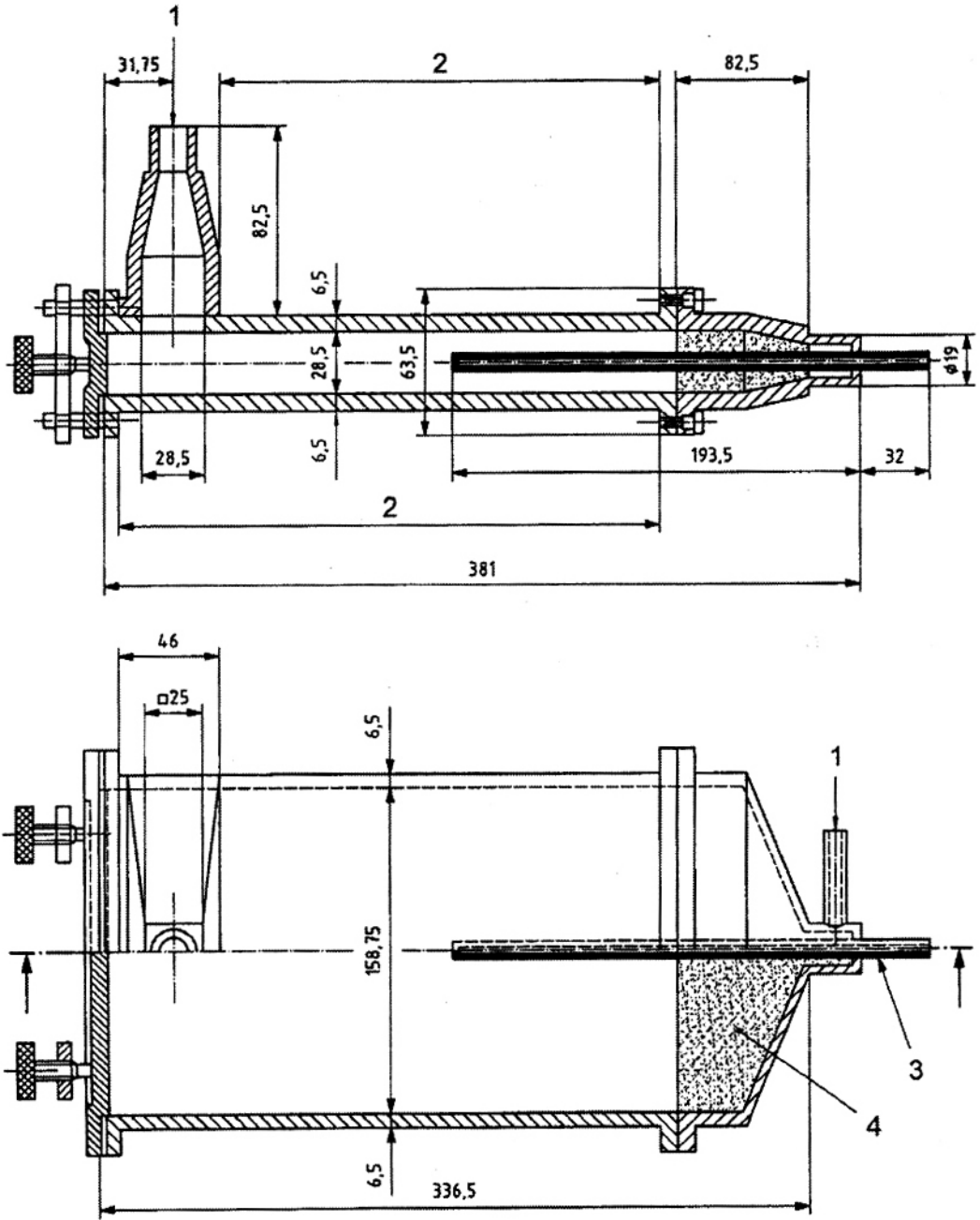
6.3 Cân, có độ chính xác đến 0,001 g.

6.4 Lưu tốc kế, có khả năng đo tốc độ dòng nitơ thổi qua tủ.

6.5 Tháp làm khô, có dung tích 250 ml, nhồi bằng magiê perclorat hoặc silica gel để làm khô nitơ.

6.6 Bình làm nguội, ví dụ bình hút ẩm không dùng chất hút ẩm, có tấm kim loại, tốt nhất là tấm nhôm hoặc tấm đồng.

Bình này có thể được trang bị bộ phận để cho dòng nitơ khô thổi qua trong quá trình làm nguội.



CHÚ DẪN

- 1 Đầu ra của nitơ
- 2 Phần chia nhiệt

- 3 Ống nhiệt kế
- 4 Lưới đồng có kích thước lỗ danh nghĩa 0,25

Hình 1 – Sơ đồ tủ sấy có dòng nitơ điển hình

TCVN 8620-2:2010

7 Mẫu thử

Mẫu phân tích được chuẩn bị theo ISO 5069-2 và thường được nghiền để lọt qua sàng 0,212 mm.

8 Cách tiến hành

Nâng nhiệt độ tủ đến khoảng từ 105 °C đến 110 °C trong khi cho dòng nitơ thổi qua với tốc độ để đảm bảo 15 lần thay đổi thể tích tủ trên giờ.

Cân đĩa cân đã sạch, khô cùng với nắp chính xác đến 0,001 g. Trải 1 g đến 2 g mẫu phân tích (Điều 7) thành một lớp đều trên đĩa cân. Đậy nắp và cân lại chính xác đến 0,001 g.

Đặt đĩa không nắp và nắp vào tủ trong 3 h hoặc đến khi thu được khối lượng không đổi.

CHÚ THÍCH: Thời gian cần để đạt được khối lượng không đổi có thể được xác định theo từng phòng thí nghiệm, đối với từng loại than.

Lấy đĩa cùng với mẫu đã khô trong tủ ra và đậy nắp ngay. Nếu kích thước tủ cho phép, có thể đậy nắp ngay khi đĩa vẫn đang ở trong tủ. Để đĩa trên tấm kim loại dày cho nguội trong thời gian không quá 5 min. Chuyển đĩa sang bình làm nguội và để nguội đến nhiệt độ phòng (khoảng 20 min). Ngay khi mẫu đạt đến nhiệt độ phòng, cân lại chính xác đến 0,001 g.

9 Biểu thị kết quả

9.1 Hàm lượng ẩm, M_{ad} , của mẫu phân tích, biểu thị theo phần trăm khối lượng, được tính bằng công thức (1):

$$M_{ad} = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \quad (1)$$

trong đó

m_1 là khối lượng của đĩa cân và nắp, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng của đĩa cân, nắp và mẫu trước khi gia nhiệt, tính bằng gam;

m_3 là khối lượng của đĩa cân, nắp và mẫu sau khi gia nhiệt, tính bằng gam.

9.2 Kết quả cuối cùng của phép thử là giá trị trung bình số học của các kết quả của các phép xác định song song. Báo cáo kết quả chính xác đến 0,1 %.

10 Độ chụm của phương pháp

10.1 Giới hạn độ lặp lại

Các kết quả của các phép xác định song song 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 nhau quá 0,3 %.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm gồm các thông tin sau:

- a) nhận dạng mẫu thử;
- b) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- c) kết quả và phương pháp biểu thị kết quả;
- d) ngày tiến hành thử nghiệm.

Phụ lục A

(tham khảo)

Dụng cụ tinh chế nitơ tinh khiết

Điều cần thiết là nitơ sử dụng để thông hơi trong tủ phải là loại nitơ tương đối tinh khiết, vì cho dù dư lượng nhỏ oxy còn lại trong nitơ thương mại có thể gây oxy hóa và do đó kết quả xác định hàm lượng ẩm là thấp, do thất thoát khối lượng khi làm khô. Do vậy yêu cầu sử dụng dụng cụ tinh chế nitơ tinh khiết. Một trong các loại dụng cụ được mô tả tại phụ lục này, dụng cụ có khả năng xử lý ít nhất 600 ml/min tại áp suất bằng vài milimet thủy ngân. Nguồn khí thuận tiện là dùng chai nitơ nén. Dụng cụ tinh chế bao gồm ống thạch anh dài 500 mm, đường kính trong bằng 37 mm, ống chứa 1,2 kg đồng hoàn nguyên dạng dây. Ống tinh chế được gia nhiệt trong tủ phù hợp, bao quanh ống đến chiều dài bằng 380 mm và cho phép đầu cuối của ống chứa dây đồng nhô ra một phần khoảng 80 mm để nhiệt độ trong dòng khí hạ xuống. Dây đồng hoàn nguyên được gia nhiệt đến khoảng 500 °C. Lượng oxy dạng vết cuối cùng bị loại ra theo bề mặt rất lớn của đồng.

Nếu cần phải khử oxit đồng hình thành trong quá trình tinh chế nitơ, có thể thực hiện bằng cách cho hydro thổi qua ống chứa đồng được gia nhiệt đến 450 °C đến 500 °C. Trong quá trình khử, nước hình thành sẽ được thải vào không khí. Trước khi sử dụng, ống được làm sạch bằng nitơ, lấy đồng ra khỏi ống, bỏ tất cả các vật liệu kết tụ, và nạp lại ống.

Ngoài ra có thể sử dụng nguồn nitơ thương phẩm, không cần dụng cụ tinh chế, nhưng với điều kiện là khí trong chai chứa không quá 30 µl ôxy / lít nitơ.

Trong cả hai trường hợp, nitơ tinh khiết thổi qua cột magiê perchlorat (hoặc silica gel) để loại bỏ các vết ẩm có thể hiện hữu.
