

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8622:2010

ISO 19579:2006

Xuất bản lần 1

**NHIÊN LIỆU KHOÁNG RẮN – XÁC ĐỊNH LƯU HUỖNH
BẰNG PHÉP ĐO PHỔ HỒNG NGOẠI (IR)**

Solid mineral fuels – Determination of sulfur by IR spectrometry

HÀ NỘI – 2010

Lời nói đầu

TCVN 8622:2010 hoàn toàn tương đương với ISO 19579:2006.

TCVN 8622:2010 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.

Lời giới thiệu

Lưu huỳnh có trong than ở ba dạng; sulfua vô cơ như pyrit (FeS_2), sulfat vô cơ kết hợp với khoáng chất và lưu huỳnh hữu cơ ở trong các hợp chất cacbon.

Tiêu chuẩn này mô tả phương pháp phân tích đốt cháy ở nhiệt độ cao/hấp thụ hồng ngoại, để xác định hàm lượng lưu huỳnh tổng của than.

Nhiên liệu khoáng rắn – Xác định lưu huỳnh bằng phép đo phổ hồng ngoại (IR)

Solid mineral fuels – Determination of sulfur by IR spectrometry

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp khác để xác định tổng hàm lượng lưu huỳnh tổng của than đá, than nâu và than non bằng cách đốt ở nhiệt độ cao và hấp thụ hồng ngoại (IR), sử dụng các thiết bị bán sẵn trên thị trường.

Phương pháp này có thể áp dụng cho các mẫu than có hàm lượng tro nhỏ hơn 40 %.

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).

TCVN 175 (ISO 334), *Nhiên liệu khoáng rắn – Xác định hàm lượng lưu huỳnh chung – Phương pháp Eschka*.

TCVN 4916 (ISO 351), *Nhiên liệu khoáng rắn – Xác định tổng hàm lượng lưu huỳnh – Phương pháp đốt ở nhiệt độ cao*.

TCVN 4919 (ISO 687), *Nhiên liệu khoáng rắn – Cốc – Xác định độ ẩm trong mẫu phân tích chung*.

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 11722, *Solid mineral fuels – Hard coal – Determination of moisture in the general analysis test sample by drying in nitrogen (Nhiên liệu khoáng rắn – Than đá – Xác định độ ẩm trong mẫu phân tích chung bằng phương pháp làm khô trong nitơ)*.

3 Nguyên tắc

Mẫu than được đốt tại nhiệt độ 1 350 °C trong dòng oxy. Tạp chất hạt và hơi nước được tách ra khỏi dòng khí bằng bể làm bằng bông thủy tinh và magie peclorat. Sau đó dòng khí thổi vào cuvet đo, tại đó lưu huỳnh dioxide được đo bằng detector hấp thụ hồng ngoại, và nối với bộ vi xử lý. Thiết bị đo được hiệu chuẩn bằng các mẫu chuẩn được chứng nhận. Phần trăm lưu huỳnh trong mẫu được tính toán trước khi hiệu chuẩn bằng bộ vi xử lý.

4 Thiết bị, dụng cụ

4.1 Thiết bị, loại bán sẵn trên thị trường, bao gồm:

- lò điện trở, có khả năng duy trì nhiệt độ bằng khoảng 1 350 °C trong vùng đốt;
- ống đốt, làm bằng gốm, để chứa mẫu và các khí đốt ;
- thuyền đốt, làm bằng gốm, cho mẫu đã cân vào, sau đó đốt mẫu ;
- dụng cụ tinh chế khí đốt, khí đốt được thổi qua đó, qua ống đốt đến detector (dụng cụ tinh chế bao gồm bộ lọc bằng bông thủy tinh và bẫy có chứa magie peclorat khan);
- detector/bộ vi xử lý, hệ thống đo hồng ngoại không-phân tán.

4.2 Cân, có độ chính xác đến 1 mg.

5 Hóa chất, thuốc thử

5.1 Magie peclorat, hạt khô.

5.2 Oxy, loại oxy nén công nghiệp, 99,5 % thể tích.

5.3 Bông thủy tinh.

5.4 Than và cốc chuẩn.

Các mẫu chuẩn được chứng nhận (CRMs) là các mẫu than và cốc đã biết nồng độ lưu huỳnh phân tích theo TCVN 175 (ISO 334) hoặc TCVN 4916 (ISO 351). Các mẫu chuẩn truy tìm nguồn gốc với tổ chức chứng nhận được thừa nhận quốc tế.

CHÚ THÍCH 1: Việc hiệu chuẩn bằng than và cốc có thành phần tương tự như các mẫu phân tích là cần thiết. Chú ý là một vài loại than có chứa hàm lượng cacbonat cao và một vài loại than chất lượng thấp có chứa hàm lượng muối cacboxylic của canxi cao, có thể cần thời gian đốt/tích phân lâu hơn, vì việc giải phóng lưu huỳnh dioxide có thể bị chậm trong quá trình đốt.

Nếu sử dụng các mẫu than hoặc cốc (không phải là CRMs) để hiệu chuẩn, thì sau đó cần phải kiểm tra đánh giá việc hiệu chuẩn. Điều này được thực hiện bằng cách phân tích CRM thích hợp sau khi hiệu chuẩn. Nếu các kết quả của phép phân tích CRM không phù hợp với giá trị hàm lượng lưu huỳnh được chứng nhận, thì cần hiệu chuẩn lại thiết bị.

CHÚ THÍCH 2: Các mẫu chuẩn bao gồm cả CRMs có thể chứa độ ẩm, và thông thường được chứng nhận ở trạng thái khô. Nhất thiết phải xác định hàm lượng ẩm theo ISO 11722, TCVN 4919 (ISO 687) và TCVN 8620-2 (ISO 5068-2). Hàm lượng ẩm này dùng để tính giá trị lưu huỳnh ở trạng thái khô so với giá trị "như phân tích", $w_{S,aa}$, biểu thị bằng phần trăm, theo công thức (1):

$$w_{S,aa} = w_{S,dac} \times (100 - w_{H_2O})/100 \quad (1)$$

trong đó

$w_{S,dac}$ là hàm lượng lưu huỳnh ở trạng thái khô, biểu thị bằng phần trăm khối lượng;

w_{H_2O} là hàm lượng ẩm, biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

6 Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu than và cốc sử dụng để xác định hàm lượng lưu huỳnh tổng là mẫu phân tích được nghiền lọt qua sàng có kích thước lỗ bằng 212 μm .

Trải mẫu thành lớp mỏng để hàm lượng ẩm nhanh chóng đạt xấp xỉ cân bằng với không khí phòng thử nghiệm. Trước khi tiến hành phép xác định, trộn mẫu khô-không khí.

Sau khi cân phần mẫu thử (xem Điều 7), sử dụng phần mẫu tiếp của mẫu thử xác định hàm lượng ẩm theo phương pháp nêu tại ISO 11722, TCVN 4919 (ISO 687) và TCVN 8620-2 (ISO 5068-2).

7 Cách tiến hành

Chuẩn bị thiết bị theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Nên chuẩn bị hai mẫu để ổn định với thiết bị trước khi hiệu chuẩn. Sử dụng mẫu than và cốc chuẩn hoặc các mẫu than và cốc để hiệu chuẩn thiết bị, nếu nhiều điểm cần hiệu chuẩn. Việc hiệu chuẩn phải bao gồm dải nồng độ lưu huỳnh áp dưới và áp trên so với nồng độ lưu huỳnh có trong mẫu.

Áp dụng qui trình hiệu chuẩn do nhà sản xuất thiết bị khuyến cáo. Cân 0,2 g đến 0,5 g than hoặc cốc chuẩn, chính xác đến 0,001 g cho vào thuyền đốt và nạp lượng cân vào bộ xử lý (máy tính). Đưa thuyền và mẫu vào vùng nóng của lò. Các sản phẩm sau đốt được bơm qua bẫy đến detector IR, tại đó tín hiệu hấp thụ lưu huỳnh dioxit được tích phân. Sau khi đã hoàn tất quá trình cháy (được hiển thị trên thiết bị), lấy thuyền có chứa cặn đốt ra.

CHÚ THÍCH: Một vài loại thiết bị được thiết kế để có thể vận hành tự động và không phải cho mẫu vào, lấy mẫu ra bằng tay.

Lặp lại quá trình trên với hai mẫu kép của than và cốc chuẩn. Kiểm tra độ chính xác của việc hiệu chuẩn bằng cách phân tích than hoặc cốc chuẩn dùng để hiệu chuẩn và than hoặc cốc chuẩn khác có nồng độ lưu huỳnh thấp hơn như các mẫu chưa biết. Nếu các kết quả nhận được của các loại than và cốc chuẩn này không nằm trong phạm vi qui định của độ lặp lại của phương pháp (xem 10.1), thì lặp lại qui trình hiệu chuẩn.

Xác định nồng độ lưu huỳnh của mẫu thử theo qui trình đã áp dụng đối với than và cốc chuẩn.

8 Kiểm tra hiệu chuẩn

Tiến hành kiểm tra hiệu chuẩn định kỳ (sau năm lần xác định thì nên tiến hành kiểm tra hiệu chuẩn). Một mẫu chuẩn đã biết hàm lượng lưu huỳnh, không nhất thiết là một CRM, thì phải tiến hành phân tích.

Nếu kết quả không phù hợp với nồng độ lưu huỳnh qui định trong tiêu chuẩn, trong phạm vi của độ lặp lại của phương pháp, thì bỏ các kết quả trước đó và phải hiệu chuẩn lại (Điều 7), và tiến hành phân tích lại mẫu thử.

9 Biểu thị kết quả

Hàm lượng lưu huỳnh của mẫu thử như đã phân tích được tính bằng bộ vi xử lý và biểu thị theo phần trăm khối lượng. Kết quả là giá trị trung bình của hai phép xác định song song, báo cáo kết quả chính xác đến 0,01 % khối lượng.

10 Độ chụm

10.1 Độ lặp lại

Các kết quả của các phép xác định song song được thực hiện tại các thời điểm khác nhau, trong cùng một phòng thí nghiệm, do cùng một người thao tác, trên cùng một thiết bị, trên các phần mẫu đại diện lấy từ cùng một mẫu phân tích, không được chênh nhau quá giá trị của độ lặp lại, r , theo công thức (2):

$$r = 0,02 + 0,03 \bar{x} \quad (2)$$

trong đó \bar{x} là giá trị trung bình của các kết quả của một phòng thử nghiệm.

10.2 Độ tái lập

Các giá trị trung bình của các kết quả của các phép xác định, thực hiện tại hai phòng thí nghiệm, trên các phần mẫu đại diện lấy từ cùng một mẫu sau bước cuối cùng của quá trình chuẩn bị mẫu, không được chênh nhau quá giá trị của độ tái lập, R , theo công thức (3):

$$R = 0,02 + 0,09 \bar{x} \quad (3)$$

trong đó \bar{x} là giá trị trung bình của các kết quả thử nghiệm liên phòng.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm gồm các nội dung sau:

- a) nhận dạng mẫu thử;
 - b) viện dẫn phương pháp sử dụng;
 - c) các kết quả và phương pháp biểu thị kết quả;
 - d) hàm lượng ẩm, nếu báo cáo kết quả ở trạng thái khô-không khí (như-đã nhận).
-