

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 8620-1:2010
ISO 5068-1:2007**

Xuất bản lần 1

**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**

Brown coals and lignites – Determination of moisture content

Part 1: Indirect gravimetric method for total moisture

HÀ NỘI - 2010

Lời nói đầu

TCVN 8620-1:2010 hoàn toàn tương đương với ISO 5068-1:2007.

TCVN 8620-1:2010 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 1: Phương pháp khối lượng gián tiếp xác định hàm lượng ẩm toàn phần

*Brown coals and lignites – Determination of moisture content –
Part 1: Indirect gravimetric method for total moisture*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định hai phương pháp để xác định hàm lượng ẩm toàn phần của than nâu và than non: phương pháp khối lượng gián tiếp một-bước và hai-bước.

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

4.1 Phương pháp một-bước

Mẫu được chuẩn bị bằng máy nghiền kín, và được sấy trong môi trường nitơ đến khối lượng không đổi tại nhiệt độ từ 105 °C đến 110 °C, và hàm lượng ẩm toàn phần được tính từ hao hụt khối lượng của mẫu thử.

TCVN 8620-1:2010

4.2 Phương pháp hai-bước

Mẫu được nghiền thô, và để khô tại nhiệt độ môi trường xung quanh hoặc tại nhiệt độ cao hơn nhưng không quá 40 °C để đạt cân bằng với môi trường không khí. Sau đó, mẫu được nghiền thêm và sấy khô trong môi trường nitơ đến khối lượng không đổi tại nhiệt độ từ 105 °C đến 110 °C. Hàm lượng ẩm toàn phần được tính từ hao hụt khối lượng trong khi thực hiện hai giai đoạn sấy khô.

5 Hóa chất, thuốc thử

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

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

CẢNH BÁO – Magiê perchlorat 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, loại thổi nitơ, 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.

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

Tủ sấy phù hợp được mô tả trên Hình 1.

6.2 Buồng sấy, có khả năng kiểm soát nhiệt độ từ 30 °C đến 40 °C, và có hệ thống thông gió.

6.3 Khay, bằng vật liệu không bị ăn mòn, có kích thước phù hợp để trải lớp mẫu không quá 1 g/cm².

6.4 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 0,25 g/cm² cho 10 g mẫu.

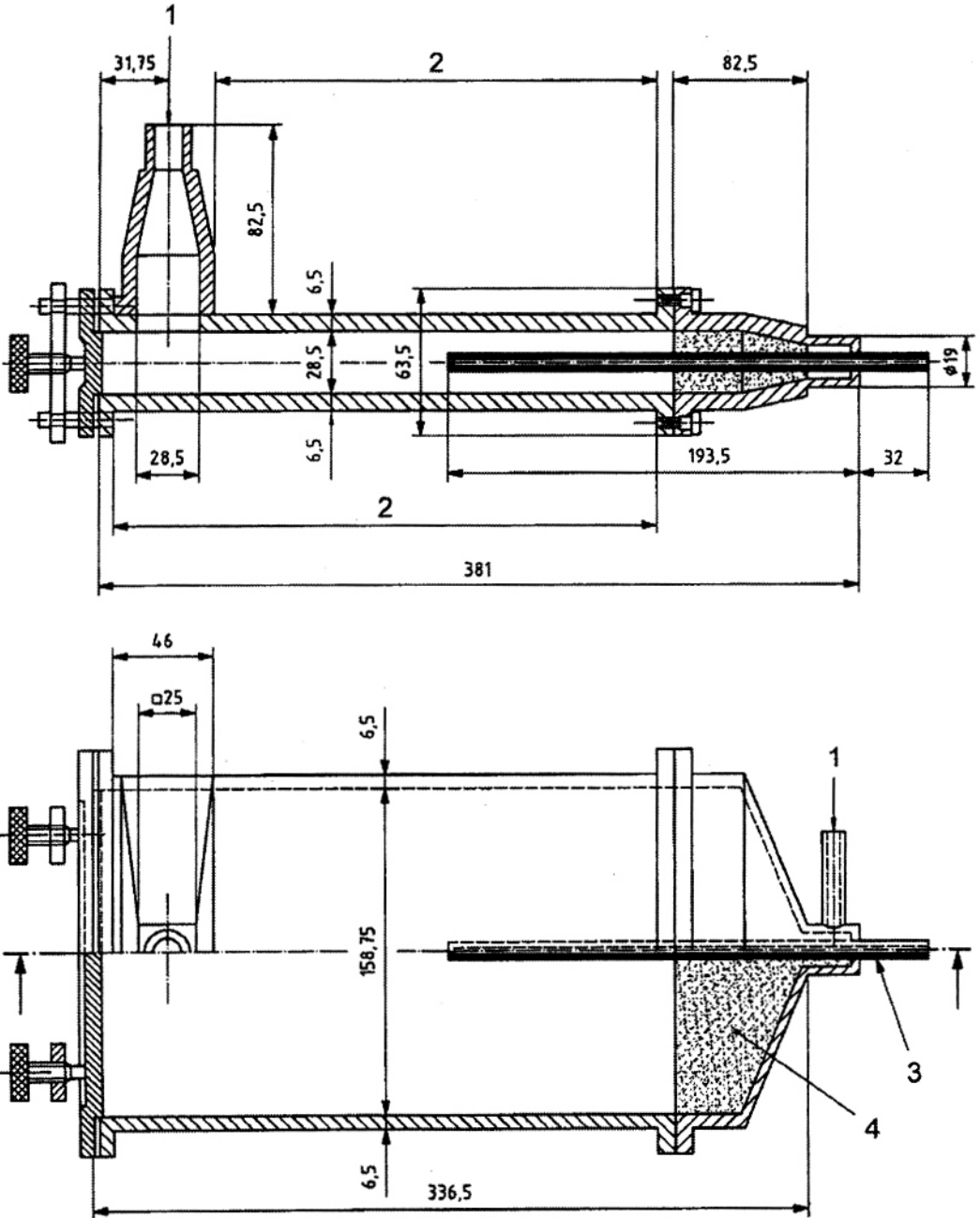
6.5 Cân, có độ chính xác đến 0,01 g và đến 0,001 g.

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

6.7 Tháp làm khô, có dung tích 500 ml, nhồi bằng magiê perchlorat hoặc silica gel để làm khô nitơ.

6.8 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 nito
- 2 Phần gia nhiệt

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

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

7 Mẫu thử

7.1 Phương pháp một-bước

Sử dụng máy nghiền kín, nghiền mẫu dành riêng để xác định hàm lượng ẩm hoặc lấy mẫu để xác định hàm lượng ẩm từ mẫu chung theo ISO 5069-2 để lọt qua sàng 3,15 mm và giảm lượç đến 500 g.

7.2 Phương pháp hai-bước

Nghiền mẫu dành riêng để xác định hàm lượng ẩm hoặc lấy mẫu để xác định hàm lượng ẩm từ mẫu chung theo ISO 5069-2 để lọt qua sàng 20 mm và chia thành mẫu 2 kg.

Khối lượng mẫu tính theo kilogam, không nhỏ hơn 0,1 so với kích thước hạt lớn nhất, tính theo milimet, đối với các kích thước hạt từ 3 mm đến 20 mm và trong mọi trường hợp đều không nhỏ hơn 500 g.

8 Cách tiến hành

8.1 Phương pháp một-bước

Nâng nhiệt độ từ 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 từ trên giờ.

Cân đĩa cân đã sạch, khô cùng với nắp chính xác đến 0,001 g. Trải khoảng 10 g mẫu (7.1) thành một lớp đều trên đĩa cân. Đậy nắp và cân lại chính xác đến 0,001 g.

Đặt đĩa không đậy nắp và nắp của nó vào tủ sấy 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 và mẫu đã khô ra khỏi tủ, đậy nắp và để nguội trên tấm kim loại trong thời gian không quá 10 min. Chuyển đĩa và mẫu sang bình làm nguội và để nguội đến nhiệt độ phòng (khoảng 20 min), sau đó cân đĩa và mẫu chính xác đến 0,001 g.

8.2 Phương pháp hai-bước

8.2.1 Độ ẩm thất thoát khi làm khô trong không khí

Cân khay không bị ăn mòn chính xác đến 0,01 g, trải đều lên khay một lớp không ít hơn 500 g mẫu đã đập thô (7.2), cân lại chính xác đến 0,01 g.

Làm khô mẫu đã đập trên khay không bị ăn mòn trong 2 h tại nhiệt độ môi trường xung quanh. Qui trình này có thể tăng tốc bằng cách đặt khay mẫu trong buồng sấy có nhiệt độ không cao hơn 40

°C và cũng không thấp hơn 30 °C. Trong trường hợp khi nhiệt độ thấp hơn 30 °C, trước khi cân lại, để mẫu đã khô cân bằng với nhiệt độ không khí.

Sấy mẫu lại cho đến khi sự thay đổi về khối lượng của mẫu nhỏ hơn 0,3 % so với khối lượng mẫu ban đầu trong khoảng thời gian 2 h. Lấy khối lượng thấp nhất của các lần cân liên tiếp của khay không bị ăn mòn và mẫu khô-không khí để tính kết quả.

8.2.2 Độ ẩm còn lại

Nghiền mẫu đã khô-không khí (8.2.1) để lọt qua sàng 3,15 mm.

Cân đĩa cân đã sạch, khô, không chứa mẫu, cùng với nắp chính xác đến 0,001 g. Trải 10 g mẫu thành một lớp đều. Đậy nắp và cân lại chính xác đến 0,001 g.

Đặt đĩa cân không đậy nắp và nắp của nó vào tủ sấy, đã sấy trước tại nhiệt độ từ 105 °C đến 110 °C và cho dòng nitơ thổi qua với tốc độ bằng khoảng 15 lần thay đổi thể tích tủ trên giờ.

Lấy đĩa cùng với mẫu đã khô ra khỏi tủ, đậy nắp (nếu cho phép, có thể thực hiện khi đĩa vẫn đang ở trong tủ, nếu không thì thay ngay khi mới lấy ra khỏi tủ). Để nguội trên tấm kim loại dày trong thời gian không quá 10 min. Sau khi kết thúc 10 min để nguội, chuyển đĩa sang bình làm nguội và để nguội đến nhiệt độ phòng. Ngay sau khi đạt đến nhiệt độ phòng, cân lại đĩa và mẫu chính xác đến 0,001 g.

9 Biểu thị kết quả

9.1 Phương pháp một-bước

9.1.1 Hàm lượng ẩm toàn phần

Hàm lượng ẩm toàn phần, M_t , biểu thị theo phần trăm khối lượng, được tính bằng Công thức (1):

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

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.

TCVN 8620-1:2010

9.2 Phương pháp hai-bước

9.2.1 Độ ẩm thất thoát khi làm khô trong không khí

Độ ẩm thất thoát khi làm khô trong không khí, M_f , biểu thị theo phần trăm khối lượng, được tính bằng Công thức (2):

$$M_f = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \quad (2)$$

trong đó

m_1 là khối lượng của khay không bị ăn mòn, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng của khay không bị ăn mòn và mẫu trước khi sấy khô, tính bằng gam;

m_3 là khối lượng của khay không bị ăn mòn và mẫu sau khi sấy khô, tính bằng gam.

9.2.2 Hàm lượng ẩm còn lại

Hàm lượng ẩm còn lại, M_{inh} , biểu thị theo phần trăm khối lượng, được tính bằng Công thức (3):

$$M_{inh} = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \quad (3)$$

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 khô-không khí trước khi gia nhiệt, tính bằng gam;

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

9.2.3 Hàm lượng ẩm toàn phần

Hàm lượng ẩm toàn phần, M_t , biểu thị theo phần trăm khối lượng, được tính bằng Công thức (4):

$$M_t = M_f + \left(1 - \frac{M_f}{100}\right) \times M_{inh} \quad (4)$$

9.3 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 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 các giá trị qui định trong Bảng 1.

10.2 Chênh lệch tới hạn của độ tái lập

Giá trị trung bình số học của các kết quả của các phép xác định song song, được thực hiện tại một trong hai phòng thí nghiệm, tiến hành trên các phần mẫu thử đại diện lấy từ cùng một mẫu thử, không được chênh nhau quá các giá trị qui định trong Bảng 1.

Bảng 1 – Độ chụm của phương pháp

Phép thử	Giới hạn độ lặp lại, %	Chênh lệch tới hạn của độ tái lập, %
Hàm lượng ẩm toàn phần	0,5	1,2
Hàm lượng ẩm còn lại	0,4	-

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm gồm các thông tin sau:

- a) nhận dạng sản phẩm đem thử;
- b) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- c) kết quả và phương pháp biểu thị kết quả.

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, 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 chứa 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 thổi 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 perclorat (hoặc silica gel) để loại bỏ các vết ẩm có thể hiện hữu.