

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 174 : 2011

ISO 562 : 2010

Xuất bản lần 6

THAN ĐÁ VÀ CỐC – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT BÓC

Hard coal and coke – Determination of volatile matter

HÀ NỘI - 2011

Lời nói đầu

TCVN 174:2011 thay thế TCVN 174:2007

TCVN 174:2011 hoàn toàn tương đương với ISO 562:2010.

TCVN 174:2011 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

Hàm lượng chất bốc được xác định là phần hao hụt khối lượng, không kể hàm lượng ẩm mất đi, khi nung than hoặc cốc trong môi trường không có không khí dưới điều kiện tiêu chuẩn. Thí nghiệm này chỉ mang tính kinh nghiệm để đảm bảo độ tái lập của các kết quả, điều quan trọng là phải luôn kiểm soát các thông số như tốc độ nung, nhiệt độ cuối cùng và toàn bộ thời gian của phép thử. Đồng thời phải loại không khí ra khỏi than hoặc cốc trong quá trình nung để tránh sự oxy hoá. Do vậy, sự kín khít của nắp cốc thử là rất quan trọng. Việc xác định hàm lượng ẩm của mẫu được tiến hành đồng thời với việc xác định hàm lượng chất bốc, để có thể tiến hành việc hiệu chỉnh thích hợp.

Lượng khoáng chất liên kết trong mẫu cũng có thể bị mất đi trong cùng điều kiện thí nghiệm, phần lớn lượng mất này còn phụ thuộc vào cả bản chất và chất lượng của các chất khoáng hiện có.

CHÚ THÍCH: Đối với các mẫu lấy trực tiếp từ các vỉa than, khi áp dụng tiêu chuẩn này vào mục đích phân loại phải đặc biệt chú ý về hàm lượng tro.

Các thiết bị và quy trình thử đều được quy định để có thể tiến hành đồng thời một hoặc nhiều phép xác định trong lò nung.

Than đá và cốc – Xác định hàm lượng chất bốc

Hard coal and coke – Determination of volatile matter

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng chất bốc của than đá và cốc. Tiêu chuẩn này không áp dụng cho 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 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 bản sửa đổi (nếu có).

TCVN 4919 (ISO 687), *Cốc – Xác định hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích chung.*

ISO 11722, *Solid mineral fuels – Hard coal – Determination of moisture in the analysis sample by drying in nitrogen (Nhiên liệu khoáng rắn – Than đá – Xác định hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích bằng cách làm khô trong môi trường nitơ).*

3 Nguyên tắc

Nung mẫu ở nhiệt độ 900 °C trong môi trường không có không khí trong thời gian 7 min. Hàm lượng chất bốc được tính bằng phần trăm lượng mất của phần mẫu thử, sau khi trừ hàm lượng ẩm.

4 Thuốc thử và vật liệu

4.1 Xyclohexan, cấp tinh khiết phân tích.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Lò nung, là loại lò điện, có khả năng duy trì vùng nhiệt độ đồng đều, 900 °C ± 5 °C.

Có thể dùng loại lò một đầu tự ngắt hoặc thành phía sau gắn với một ống thông hơi có đường kính bằng khoảng 25 mm và chiều dài bằng 150 mm (xem Hình 1).

TCVN 174:2011

Quan trọng đối với lò có ống khói là các cửa lò phải kín. Ống thông hơi không được nhô quá xa ra ngoài lò và phải lắp van bướm để hạn chế dòng không khí hút vào lò.

Nhiệt nung của lò phải đảm bảo sao cho với nhiệt độ ban đầu là 900 °C, khi đặt chén nung và giá đỡ lạnh vào lò thì sau 4 min, nhiệt độ nung lại đạt được là 900 °C. Nhiệt độ lò được đo bằng cặp nhiệt điện (5.2).

Thông thường, lò nung được thiết kế đặc biệt để có thể thực hiện nhiều phép xác định sử dụng nhiều chén nung trên một giá đỡ hoặc một chén nung trên một giá đỡ. Trong trường hợp thứ nhất, vùng có nhiệt độ đồng đều ít nhất là 160 mm x 100 mm; trong trường hợp sau, vùng có đường kính bằng 40 mm là đủ.

Chọn vùng có nhiệt độ ổn định để đặt chén nung và vị trí này dùng để tiến hành tất cả các phép xác định. Để bù lại các lỗi khi đo nhiệt độ và bù lại sự thiếu đồng nhất trong việc phân bố nhiệt độ, nhiệt độ phải đạt càng sát 900 °C càng tốt và không sai khác quá ± 5 °C.

5.2 Cặp nhiệt điện, loại không có vỏ bọc, làm bằng dây có đường kính nhỏ hơn 1 mm,

Cặp nhiệt điện này có chiều dài đủ để chạm đáy của chén nung khi đặt vào vùng nhiệt độ đồng đều và khi đặt qua phía trước hoặc phía sau lò. Đầu đo của cặp nhiệt điện được đặt ở vị trí giữa chén trên giá đỡ và đáy lò. Nếu trên giá có nhiều chén thì phải kiểm tra nhiệt độ mỗi chén theo cùng một phương pháp.

Nếu cần, có thể đặt cặp nhiệt điện cố định trong lò (xem Hình 1) với các đầu đo càng gần trung tâm vùng nhiệt độ đồng đều càng tốt, trong trường hợp này số đọc nhiệt độ lò sẽ tương quan với nhau tại các chu kỳ với các số đọc của cặp nhiệt điện, chỉ đặt khi cần.

CHÚ THÍCH: Mọi quan hệ giữa nhiệt độ/sức điện động của đầu đo duy trì tại nhiệt độ nâng cao sẽ thay đổi theo thời gian.

5.3 Chén nung, dạng hình trụ có nắp đậy kín, chén nung và nắp đều được làm bằng silica. Khối lượng của chén nung kể cả nắp bằng từ 10 g đến 14 g, kích thước của chén xấp xỉ như mô tả trên Hình 2. Với phương pháp này độ khít của nắp là rất quan trọng, cần phải lựa chọn nắp hợp với chén sao cho khe hở giữa chúng theo phương nằm ngang không lớn hơn 0,5 mm. Sau khi chọn xong, mài chén và nắp với nhau để tạo được bề mặt trơn nhẵn, sau đó đánh dấu chúng để phân biệt từng cặp.

Khi tiến hành xác định nhiều lần trên mẫu than trương nở thì cần thiết phải sử dụng các loại chén cao hơn, có thể dùng loại có chiều cao 45 mm mà không ảnh hưởng đến việc xác định hàm lượng chất bốc của than, miễn là tốc độ quy định của nhiệt độ được duy trì.

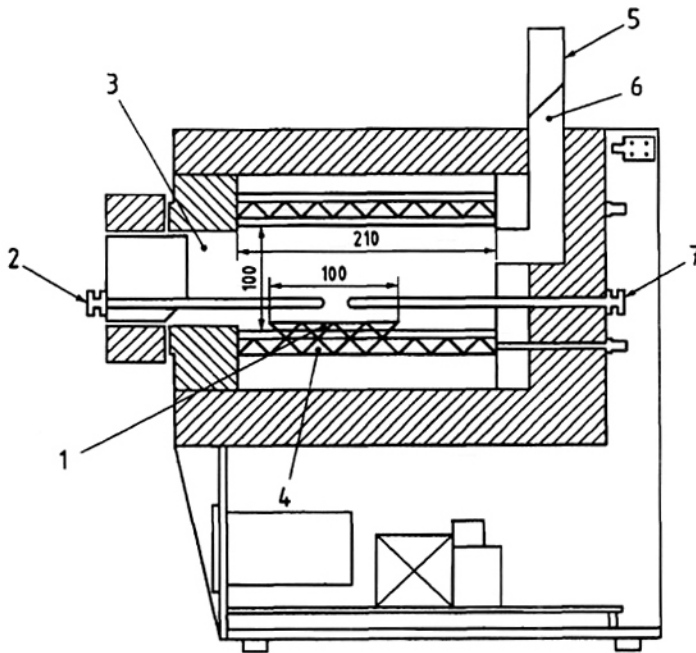
5.4 Giá đỡ chén nung, dùng để đặt chén nung trong lò, phải đảm bảo sao cho đạt được tốc độ nung. Ví dụ, giá đỡ có thể gồm:

a) đối với phép xác định một chén có vòng dây thép chịu nhiệt như mô tả trong Hình 3a), với các đĩa gốm đường kính 25 mm và dày 2 mm, đặt trong các chân bé gập;

b) đối với phép xác định nhiều chén, một khung dây bằng thép chịu nhiệt như mô tả trong Hình 3b), theo kích thước phù hợp và có các tấm bằng gốm dày 2 mm đỡ ở đáy chén.

5.5 Cân, có độ chính xác đến 0,1 mg.

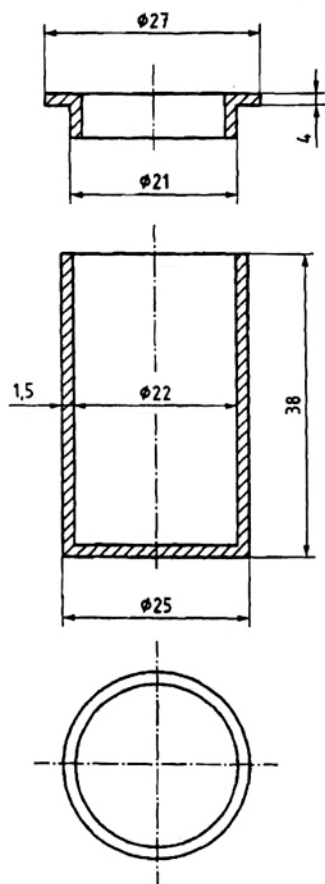
Kích thước tính bằng milimét



CHÚ DẪN

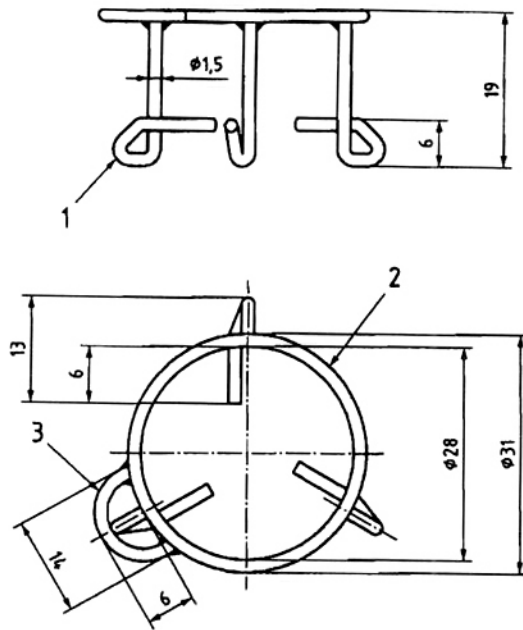
- | | |
|------------------------------|------------------|
| 1 Vùng có nhiệt độ đồng nhất | 5 Ống thông hơi |
| 2 Cặp nhiệt điện kiểm tra | 6 Van |
| 3 Khoang lò (rộng 200 mm) | 7 Cặp nhiệt điện |
| 4 Hệ thống nung | |

Hình 1 - Ví dụ về lò nung phù hợp

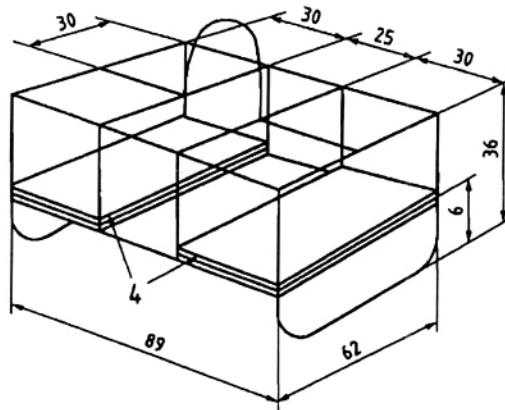


Hình 2 - Nắp và chén nung bằng silica

Kích thước tính bằng milimét



a) Phù hợp đối với phép xác định một chân



b) Phù hợp đối với phép xác định nhiều chân

CHÚ DẪN

1 Ba chân cách nhau 120°

2 Vòng

3 Tay nắm

4 Tầm sứ

Hình 3 – Giá đỡ chén nung

6 Chuẩn bị mẫu thử

Than hoặc cốc dùng để xác định hàm lượng chất bốc là mẫu phân tích chung (đã nghiền đến khi qua sàng có kích thước lỗ 212 μm).

Mẫu phải được trộn kỹ, và hàm lượng ẩm cân bằng với độ ẩm môi trường trong phòng thí nghiệm.

Một phần mẫu thử được tách ra để xác định độ ẩm, song song với việc xác định hàm lượng chất bốc.

7 Cách tiến hành

7.1 Kiểm tra nhiệt độ lò nung

Điều chỉnh nhiệt độ của vùng nung trong lò (5.1) đến $900\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, nơi đặt giá đỡ với chén nung và nắp (Hình 3a) hoặc giá đỡ với một số chén nung và nắp (Hình 3b), theo hiển thị của cặp nhiệt điện (5.2) đã được đặt chính xác vào vị trí. Kiểm tra nhiệt độ phía dưới mỗi chén nung, tại cùng một độ cao trong khoảng sai số cho phép của nhiệt độ trong vùng đồng đều.

Việc kiểm tra nhiệt độ phải thực hiện trước khi tiến hành phép xác định. Tuy nhiên, nếu mỗi ngày thực hiện vài phép phân tích thì kiểm tra nhiệt độ hàng ngày là đủ. Kiểm tra nhiệt độ chuẩn của lò (5.1) phải theo cùng một phương pháp.

7.2 Xác định hàm lượng chất bốc

Đặt lên giá đỡ một chén không chứa mẫu và nắp (Hình 3a) hoặc nhiều chén không chứa mẫu và nắp theo yêu cầu (Hình 3b), sau đó đưa vào lò. Duy trì nhiệt độ lò tại $900\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 7 min. Lấy các chén nung ra và để nguội trên tấm kim loại dày đến nhiệt độ phòng.

Ngay sau khi chén nguội, cân từng chén không chứa mẫu và nắp, sau đó cân $1\text{ g} \pm 0,1\text{ g}$ mẫu thử chính xác đến 0,1 mg cho vào từng chén. Bỏ nắp và gõ nhẹ từng chén lên bề mặt cứng, sạch cho đến khi mẫu thử tạo một lớp dày đều trên đáy chén. Nếu mẫu là cốc thì bỏ nắp ra khỏi chén mẫu, cho thêm từ 2 giọt đến 4 giọt xyclohexan (4.1) và đậy nắp lại.

CHÚ THÍCH 1: Việc cho thêm xyclohexan sẽ ngăn ngừa sự oxy hoá của cốc, nhưng không ngăn được sự hấp thụ khí, ví dụ nitơ.

Đặt các chén có mẫu lên giá đỡ, chuyển vào lò, đóng cửa lò và để trong $7\text{ min} \pm 5\text{ s}$. Nếu thực hiện nhiều phép xác định, đặt các chén nung không chứa mẫu vào các vị trí trống trên giá đỡ.

Lấy chén ra và để nguội đến nhiệt độ phòng. Khi nguội, cân các chén chính xác đến 0,1 mg, theo cùng cách như đã thực hiện với các chén không chứa mẫu.

CHÚ THÍCH 2: Việc xử lý như nhau đối với các chén trước và sau phép xác định sẽ giảm thiểu sự ảnh hưởng của các màng nước hấp thụ trên bề mặt, trong khi việc làm lạnh nhanh cũng giảm sự hấp thụ hàm lượng ẩm của các cặn cốc hoặc cặn than.

8 Biểu thị kết quả

Hàm lượng chất bốc trong mẫu phân tích, V , được biểu thị theo phần trăm khối lượng, theo Công thức (1):

$$V = \frac{100 \times (m_2 - m_3)}{m_2 - m_1} \cdot \omega_{H_2O} \quad (1)$$

trong đó

m_1 là khối lượng của chén không có mẫu và nắp, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng của chén có mẫu và nắp trước khi nung, tính bằng gam;

m_3 là khối lượng của chén có mẫu và nắp sau khi nung, tính bằng gam;

ω_{H_2O} là hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích, được xác định theo ISO 11722 đối với than hoặc TCVN 4919 (ISO 687) đối với cốc, tính bằng phần trăm khối lượng.

Kết quả là giá trị trung bình của hai lần xác định, chính xác đến 0,1 % khối lượng. Các kết quả xác định được mô tả trong tiêu chuẩn này được báo cáo trên cơ sở mẫu ở trạng thái khô không khí. Tính kết quả ở trạng thái khác theo TCVN 318 (ISO 1170).

9 Độ chụm

9.1 Giới hạn độ lặp lại

Các kết quả của phép xác định kép (tiến hành trong thời gian ngắn nhất, nhưng không đồng thời) trong cùng một phòng thí nghiệm, do cùng một người thao tác, trên cùng một thiết bị với hai phần mẫu thử đại diện lấy từ cùng một mẫu phân tích chung, không chênh nhau quá các giá trị quy định trong Bảng 1.

Bảng 1 – Giới hạn độ lặp lại và độ tái lập đối với hàm lượng chất bốc

Loại mẫu	Chênh lệch lớn nhất cho phép giữa các kết quả thu được đối với hàm lượng chất bốc (được tính theo cùng hàm lượng ẩm)	
	Giới hạn của độ lặp lại	Giới hạn của độ tái lập
Than đá có hàm lượng chất bốc < 10 %	0,3 % giá trị tuyệt đối	0,5 % giá trị tuyệt đối
Than đá có hàm lượng chất bốc > 10 %	3 % của kết quả trung bình	0,5 % giá trị tuyệt đối hoặc 4 % của kết quả trung bình, lấy giá trị lớn hơn
Cốc	0,2 % giá trị tuyệt đối	0,3 % giá trị tuyệt đối

9.2 Độ tái lập

Giá trị trung bình của các kết quả của phép xác định kép, thực hiện ở hai phòng thí nghiệm khác nhau trên các phần mẫu thử đại diện lấy từ cùng một mẫu phân tích chung, không chênh nhau quá các giá trị nêu trong Bảng 1.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm gồm các nội dung sau:

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) nhận dạng mẫu thử;
- c) ngày thử nghiệm;
- d) các kết quả thử nghiệm, cùng các nguyên tắc cơ bản liên quan khi phân tích (ví dụ khô không khí);

Thư mục tài liệu tham khảo

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

[2] 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 phân tích.*
