

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 254-1÷2 : 2009

Xuất bản lần 1

**NHIÊN LIỆU KHOÁNG RẮN –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG PHOSPHO**

Solid mineral fuels – Determination of phosphorus content

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 254-1+2 : 2009 thay thế một phần TCVN 254 : 1986.

TCVN 254-1+2 : 2009 do Tiểu ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC27/SC3 *Nhiên liệu khoáng rắn* – Than biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ tiêu chuẩn TCVN 254 gồm có các phần sau:

TCVN 254-1 : 2009 *Nhiên liệu khoáng rắn* – Xác định hàm lượng phospho – Phần 1: Phương pháp khối lượng

TCVN 254-2 : 2009 *Nhiên liệu khoáng rắn* – Xác định hàm lượng phospho – Phần 2: Phương pháp đo màu sau khi khử molybdophosphat

Nhiên liệu khoáng rắn – Xác định hàm lượng phospho – Phần 1: Phương pháp khối lượng

*Solid mineral fuels – Determination of phosphorus content –
Part 1: Gravimetric method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp khối lượng để xác định hàm lượng phospho trong than đá và than cốc.

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 173 (ISO 1171), *Nhiên liệu khoáng rắn – Xác định tro.*

TCVN 1693 (ISO 18283), *Than đá và cốc – Lấy mẫu thủ công.*

TCVN 2230 (ISO 565), *Sàng thử nghiệm – Lưới kim loại đan, tấm kim loại đột lỗ, lưới đột lỗ bằng điện – Kích thước lỗ danh nghĩa.*

TCVN 4851 (ISO 3696), *Nước để dùng phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.*

3 Hóa chất, thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử tinh khiết phân tích và nước dùng trong quá trình phân tích theo TCVN 4851 (ISO 3696) hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

3.1 Natri hydroxit (NaOH).

3.2 Kali nitrat KNO_3 .

3.3 Amoni hydroxit NH_4OH , dung dịch 2,5 %.

TCVN 254-1 : 2009

3.4 Amoni clorua.

3.5 Magie clorua.

3.6 Amoni xitrat dung dịch 50 %: Hòa tan 500 g axit xitric trong khoảng 200 ml nước trong bình định mức dung tích 1 000 ml, thêm khoảng 500 ml dung dịch NH_4OH 2,5 % để nguội, thêm tiếp dung dịch NH_4OH 2,5 % đến môi trường trung tính (thử pH bằng giấy chỉ thị vạn năng). Để nguội, thêm nước đến 1 000 ml và lọc.

3.7 Dung dịch hỗn hợp magie clorua-amoni clorua: Hòa tan 55 g magie clorua ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) và 70 g amoni clorua trong nước. Thêm 250 ml dung dịch amoni hydroxit NH_4OH 10 %, pha loãng bằng nước đến 1 000 ml và lọc.

4 Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm và các thiết bị, dụng cụ sau:

4.1 Cân phân tích có độ chính xác đến 0,000 2 g.

4.2 Lò nung có thể điều chỉnh được ở nhiệt độ $1\ 000\ ^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$.

4.3 Chén niken.

5 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử

Mẫu than hoặc cốc là mẫu phân tích được nghiền nhỏ lọt qua lưới sàng 212 μm phù hợp với yêu cầu của TCVN 2230 (ISO 565), lấy mẫu và chuẩn bị mẫu theo TCVN 1693 (ISO 18283). Mẫu phải được trộn đều, tốt nhất là trộn bằng máy ngay trước khi xác định.

6 Cách tiến hành

6.1 Nung mẫu phân tích thành tro theo TCVN 173 (ISO 1171). Tro để nguội và nghiền mịn đến nhỏ hơn 0,063 mm, trộn đều và nung thêm 1 h nữa ở nhiệt độ nung tro.

6.2 Cân 0,5 g mẫu tro than vào chén niken (4.3), thêm 5 g NaOH và 0,1 g KNO_3 . Nung mẫu ở nhiệt độ $650\ ^\circ\text{C}$ trong 30 min. Lấy chén ra để nguội và chuyển vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml đã có sẵn 100 ml nước. Đun nóng dung dịch để hòa tan khối nung chảy. Lấy chén ra khỏi cốc và rửa sạch chén bằng nước cất. Thêm 1 ml đến 2 ml cồn 96° đun sôi dung dịch 2 min đến 3 min, lấy ra để nguội. Chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm nước cất đến vạch, lắc đều, lọc dung dịch vào cốc khô sạch qua giấy lọc định lượng. Rửa kết tủa bằng nước nóng. Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều. Dùng pipet lấy 100 ml dung dịch lọc vào cốc thủy tinh

dung tích 400 ml, trung hòa dung dịch bằng HNO₃ với chỉ thị phenolphtalein, cho dư 2 ml đến 3 ml HNO₃. Thêm 15 ml dung dịch amoni xitric 50 %, khuấy đều, trung hòa dung dịch bằng NH₄OH 2,5 % với chỉ thị phenolphtalein. Thêm 30 ml dung dịch hỗn hợp magie clorua-amoni clorua khuấy đều đến kết tủa trắng. Thêm 20 ml NH₄OH 2,5 % và khuấy mạnh từ 2 min đến 3 min, sau đó để yên từ 4 h đến 6 h ở nhiệt độ phòng.

Lọc kết tủa qua giấy lọc định lượng, rửa kết tủa bằng dung dịch NH₄OH 2,5 % (thể tích nước rửa khoảng 100 ml)

Chuyển kết tủa và giấy lọc vào chén nung đã nung đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ 1000 °C ± 10 °C (m_0) trong 2 h.

Lấy chén ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân. Nung lại ở nhiệt độ trên đến khối lượng không đổi (m_1).

6.3 Tính kết quả

Hàm lượng phospho (w_P) biểu thị theo phần trăm khối lượng của mẫu tính theo công thức sau:

$$w_P = (m_1 - m_0) \times \frac{0,279 \times 250 \times 100 \times A}{m \times 100 \times 100}$$

trong đó

m_0 là khối lượng chén không, tính bằng gam;

m_1 là khối lượng chén và kết tủa sau khi nung, tính bằng gam;

0,279 là hệ số chuyển Mg₂P₂O₇ ra phospho;

A là phần trăm tro của than ở trạng thái khô, tính theo TCVN 173 (ISO 1171)

7 Sai số cho phép

Khi xác định hàm lượng phospho cho phép sai số theo Bảng 1:

Bảng 1 – Sai số cho phép giữa những lần xác định song song

Hàm lượng phospho trong than hoặc cốc, w_P % (khối lượng)	Sai số giữa những lần xác định song song	
	Trong cùng phòng thí nghiệm	Trong các phòng thí nghiệm khác nhau
$w_P \leq 0,02$	0,002	0,003
$0,02 < w_P \leq 0,05$	0,003	0,004
$0,05 < w_P \leq 0,1$	0,005	0,006
$0,1 < w_P \leq 0,5$	0,020	0,030

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm gồm các nội dung sau:

- a) nhận dạng mẫu;
 - b) phương pháp thử đã sử dụng;
 - c) ngày tiến hành xác định;
 - d) kết quả và cơ sở tính toán kết quả;
 - e) những điều không bình thường được ghi trong khi xác định;
 - f) viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - g) các thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc coi là tùy chọn.
-