

TCVN 255 : 2007

ISO 609 : 1996

Xuất bản lần 5

**NHIÊN LIỆU KHOÁNG RẮN – XÁC ĐỊNH CACBON VÀ
HYDRO – PHƯƠNG PHÁP ĐỐT Ở NHIỆT ĐỘ CAO**

*Solid mineral fuels – Determination of carbon and hydrogen –
High temperature combustion method*

HÀ NỘI – 2007

Lời nói đầu

TCVN 255 : 2007 thay thế TCVN 255 : 1995.

TCVN 255 : 2007 hoàn toàn tương đương với ISO 609 :1996 và bản Đính chính kỹ thuật 1 : 1996.

TCVN 255 : 2007 do Tiểu ban Kỹ thuật Tiêu chuẩn 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.

Lời giới thiệu

Có một phương pháp xác định cacbon và hydro khác với tiêu chuẩn này được quy định trong ISO 625 : 1996, *Nhiên liệu khoáng rắn – Xác định cacbon và hydro – Phương pháp Liebig*.

Nhiên liệu khoáng rắn – Xác định cacbon và hydro – Phương pháp đốt ở nhiệt độ cao

*Solid mineral fuels – Determination of carbon and hydrogen –
High temperature combustion method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định tổng hàm lượng cacbon và tổng hàm lượng hydro trong than đá, than nâu, than non, và cốc bằng phương pháp đốt ở nhiệt độ cao.

Kết quả bao gồm cacbon trong cacbonat và hydro trong hàm lượng ẩm và trong nước của các silicat bị hydrat hoá. Việc xác định hàm lượng ẩm được tiến hành đồng thời và cần có sự hiệu chỉnh thích hợp với giá trị của hydro thu được khi đốt. Cũng có thể xác định được cacbon đioxit và giá trị tổng cacbon được hiệu chỉnh cho sự có mặt của cacbonat khoáng chất.

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).

TCVN 318 (ISO 1170) Than và cốc – Tính kết quả phân tích trên những cơ sở khác nhau.

TCVN 1693 (ISO 1988) Than đá – Lấy mẫu.

TCVN 4919 (ISO 687) Cốc – Xác định độ ẩm trong mẫu phân tích.

TCVN 4920 (ISO 925) Nhiên liệu khoáng rắn – Xác định hàm lượng cacbon đioxit – Phương pháp trọng lượng.

ISO 1015 : 1992 Brown coals and lignites – Determination of moisture content – Direct volumetric method (Than nâu và than non – Xác định hàm lượng ẩm – Phương pháp thể tích trực tiếp).

ISO 2309 Coke – Sampling (Cốc – Lấy mẫu).

ISO 5068 Brown coals and lignites – Determination of moisture content – Indirect gravimetric method (Than nâu và than non – Xác định hàm lượng ẩm – Phương pháp khối lượng gián tiếp).

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 để phân tích chung).

3 Nguyên tắc

Đốt khối lượng than hoặc cốc đã biết trong dòng oxy ở nhiệt độ 1 350 °C trong một ống không thấm khí. Toàn bộ hydro được chuyển hoá thành nước và toàn bộ cacbon chuyển thành cacbon đioxit. Các sản phẩm này được hấp thụ bởi các thuốc thử thích hợp và được xác định theo phương pháp khối lượng. Các lưu huỳnh oxit và clo được giữ lại bởi một ống cuốn bằng lưới bạc tại đầu ra của ống.

4 Thuốc thử và vật liệu

CẢNH BÁO Phải cẩn thận khi tiếp xúc với thuốc thử vì nhiều thuốc thử có tính độc và ăn mòn.

Trong quá trình phân tích, nếu không có các quy định khác, thì chỉ dùng thuốc thử loại tinh khiết phân tích và chỉ dùng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

4.1 Magie peclorat, khan, cỡ hạt nhỏ hơn 1,2 mm và tốt nhất là có cỡ hạt từ 0,7 mm đến 1,2 mm.

CẢNH BÁO Khi xử lý các chất thải magie peclorat, phải áp dụng các quy chuẩn kỹ thuật hiện hành. Do tính nguy hiểm nổ, không được tái chế magie peclorat.

4.2 Natri hydroxit bảo quản trong môi trường trơ, tốt nhất là dùng cỡ hạt thô, ví dụ từ 3,0 mm đến 1,5 mm nhưng không được mịn hơn loại từ 1,2 mm đến 0,7 mm, và tốt nhất là loại tự chỉ thị.

4.3 Nhôm ôxit (alumina), được nghiền mịn, cỡ hạt khoảng 0,1 mm.

4.4 Natri tetraborat, dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) = 0,025 \text{ mol/l}$.

Hoà tan 9,5342 g natri tetraborate đecahydrat trong nước và pha loãng đến 1 lít, lắc đều.

4.5 Hydro peroxit, khoảng 30 % khối lượng.

4.6 Lưới bằng bạc nguyên chất, kích thước lỗ khoảng 1 mm, làm bằng các sợi có đường kính khoảng 0,3 mm.

4.7 Oxy, không có hydro, tốt nhất là điều chế từ không khí lỏng, nhưng không bằng phương pháp điện phân. Nếu dùng dòng oxy điều chế bằng phương pháp điện phân cần đi qua đồng oxit nóng đỏ trước khi sử dụng để khử mọi vết hydro.

4.8 Dung dịch chỉ thị hỗn hợp

4.8.1 Dung dịch A

Hoà tan 0,125 gam axit benzoic 2-(4-đimethylaminophenylazo), muối natri (metyl đỏ) trong 100 ml nước.

4.8.2 Dung dịch B

Hoà tan 0,083 gam chất 3,7-bis(đimethylamino)phenothiazin-5-ylium clorua (metylen xanh) trong 100 ml nước. Bảo quản trong chai tối màu.

4.8.3 Dung dịch hỗn hợp

Trộn lẫn dung dịch A và B theo khối lượng bằng nhau. Bảo quản trong chai tối màu. Dung dịch hỗn hợp này chỉ dùng trong một tuần.

4.9 Không khí, dùng không khí nén.

4.10 Bông thủy tinh

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,1 mg.

5.2 Dụng cụ thủy tinh có chia độ, phù hợp theo yêu cầu đối với loại A trong các Tiêu chuẩn về: *Dụng cụ thủy tinh dùng cho phòng thí nghiệm và các thiết bị liên quan.*

5.3 Hai bộ làm sạch, một để hấp thụ hơi nước và cacbon đioxit từ oxy dùng để đốt cháy và bộ thứ hai để xử lý không khí tương tự dùng để làm sạch bộ hấp thụ trước và sau mỗi lần phân tích. Lắp ghép từng bộ sử dụng các ống chữ U hoặc các ống Midvale có chứa các thuốc thử với trình tự sau.

a) Magiê peclorat (4.1) để hấp thụ nước;

b) Natri hydroxyt bảo quản trong môi trường trơ (4.2) để hấp thụ cacbon đioxit;

c) Magiê peclorat để hấp thụ nước sinh ra từ phản ứng giữa cacbon đioxit và natri hydroxit.

Các bộ phận làm sạch cần phải đủ lớn để không phải luôn luôn cho thêm thuốc thử ngay cả khi sử dụng liên tục.

CHÚ THÍCH 1 Các ống Midvale đã nạp chất hấp thụ và sử dụng trong bộ làm sạch, như vậy là đã được chuẩn bị cho lần sử dụng tiếp theo trong bộ hấp thụ.

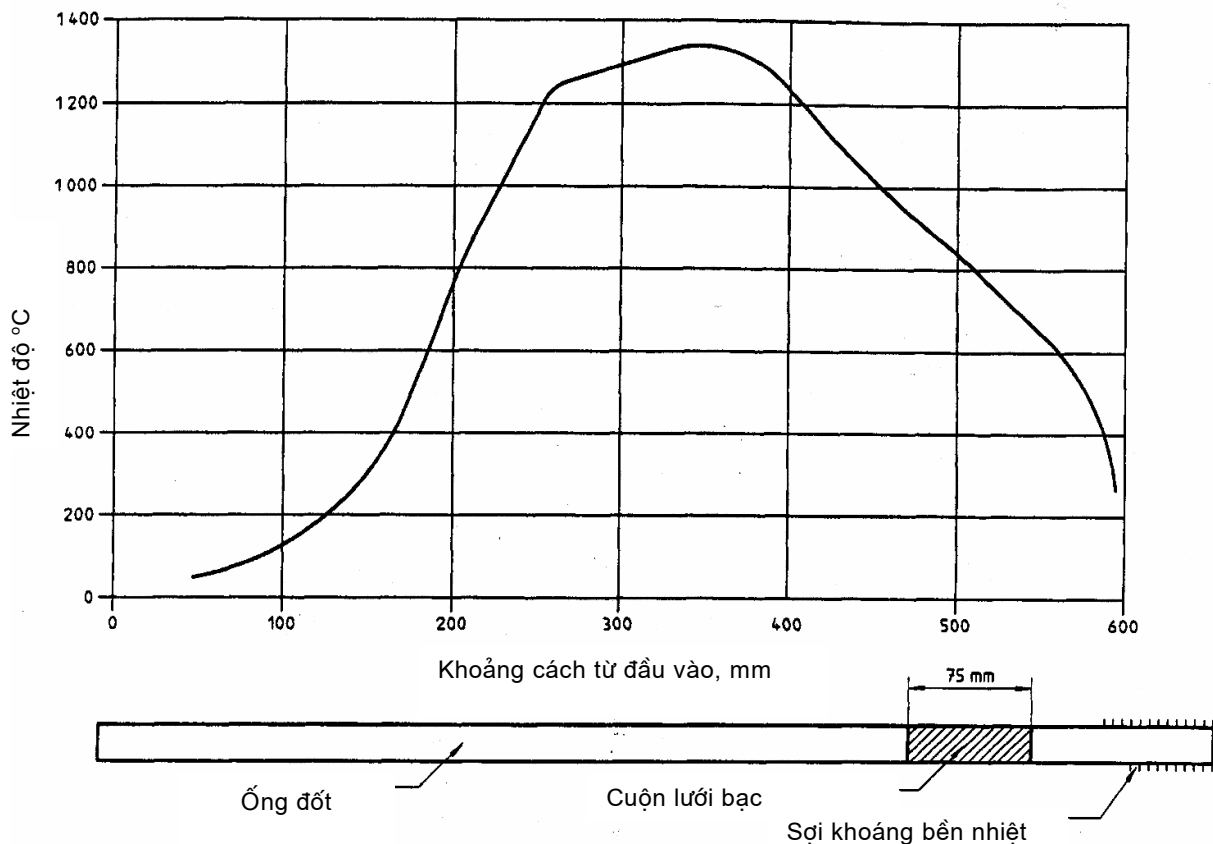
5.4 Thiết bị đốt

5.4.1 Bộ đốt, gồm lò đốt bằng điện hoặc các lò, được thiết kế có khả năng chứa ống đốt (5.4.2) và nung nóng ống đó với chiều dài 125 mm đến nhiệt độ 1 350 °C, và đường cong phân bố nhiệt độ đốt được thể hiện trên Hình 1. Thông thường bộ gia nhiệt cần một lò phụ để đảm bảo cuộn lưới bạc (5.9) được giữ ở nhiệt độ (khoảng từ 600 °C đến 800 °C). Ví dụ các lò phù hợp có thể dùng là:

- a) Lò được quấn dây molybden hoặc vonfram;
- b) Lò được quấn dây platin hoặc platin-rodin;
- c) Lò được đốt nóng bằng thanh silic cacbon.

CHÚ THÍCH

- 2) Loại c) có giá thành ban đầu thấp nhất và đáp ứng được yêu cầu trong khi dùng.
- 3) Các loại lò thường dùng để xác định cacbon hoặc lưu huỳnh trong thép là không phù hợp, vì không có ngăn phụ để giữ cuộn lưới bạc ở nhiệt độ chính xác.



Hình 1 - Đường cong đặc trưng phân bố nhiệt của lò nung

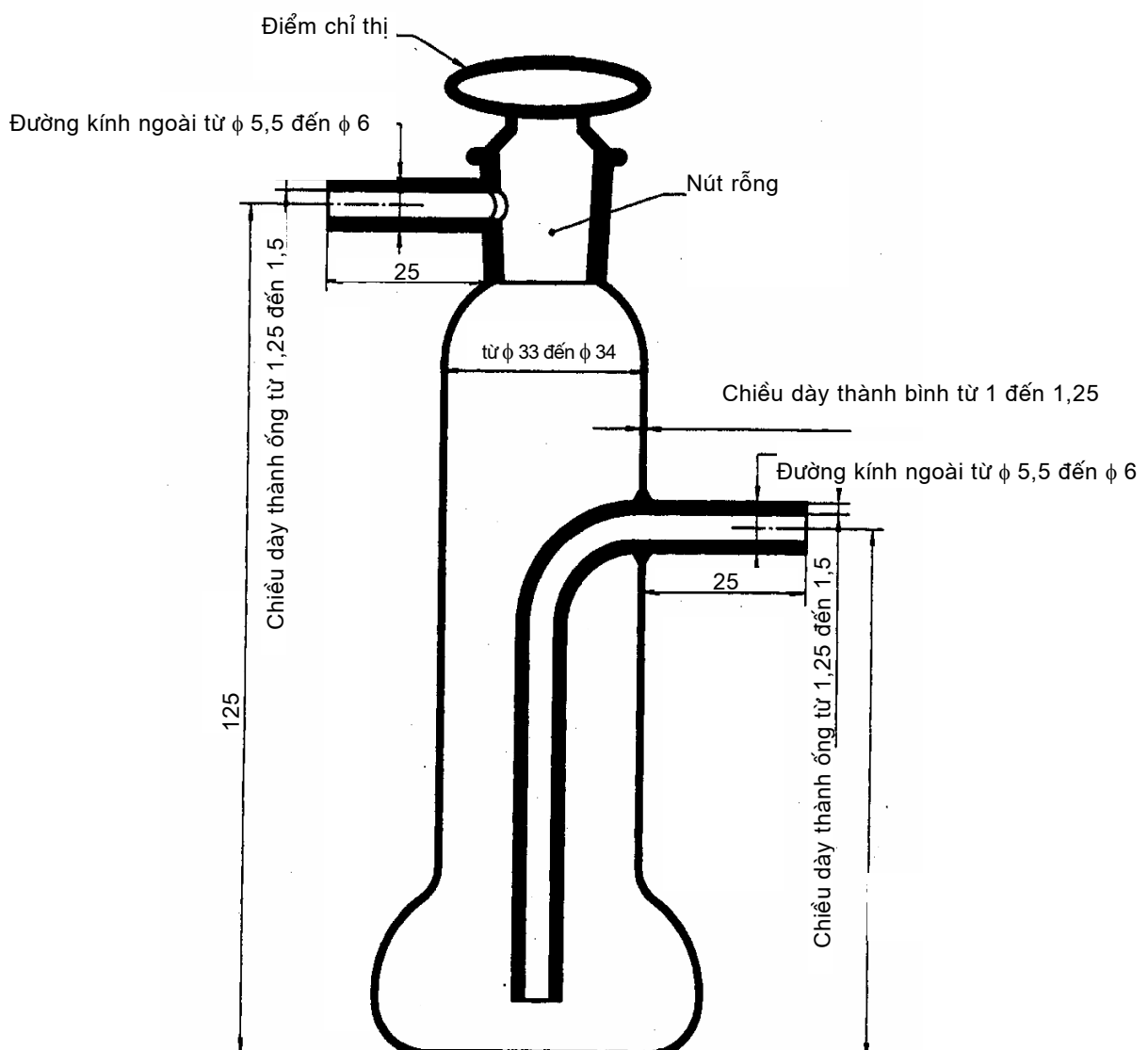
5.4.2 Ống đốt, có đường kính ngoài khoảng 28 mm, thành ống dày 3 mm và dài 650 mm, được chế tạo bằng sứ chịu lửa alumin và không thấm khí đến nhiệt độ 1 400 °C. Phần cuối của ống đốt phải được làm chậm lại bằng sợi khoáng chịu nhiệt để ngăn chặn sự ngưng tụ trong ống.

5.4.3 Thuyền đốt, bằng sứ không tráng men và không chứa sắt, thuyền có kích thước dài khoảng 60 mm, rộng 12,5 mm và sâu 10 mm, đối với các mẫu than đá và mẫu cốc, và dài khoảng 75 mm, rộng 15 mm, sâu 10 mm đối với than nâu và than non, có khả năng chịu được nhiệt độ 1 350 °C.

CHÚ THÍCH 4 Các thuyền đốt không được rộp, mất mẫu hoặc thay đổi khối lượng khi bị đốt nóng trong oxy ở nhiệt độ 1 350 °C trong 3 giờ. Thuyền phù hợp có thể dùng được từ 10 đến 20 lần và sau đó bỏ vì có tro đọng lại. Đối với loại than có hàm lượng tro cao có thể lót thuyền bằng nhôm ôxít trước khi cho mẫu vào, để ngăn sự nóng chảy tro ở thuyền đốt.

5.5 Bộ hấp thụ liên hoàn, để hấp thụ nước và cacbon đioxit sinh ra khi đốt mẫu. Các ống Midvale (Hình 2), tạo một diện tích phản ứng rộng, được sử dụng để làm giảm bớt áp suất ngược trong bộ hấp thụ, và ngăn trạng thái rò rỉ qua màng sông cao su sang thanh đẩy. Lắp ghép bộ liên hoàn sử dụng các thuốc thử sau đây theo thứ tự quy định:

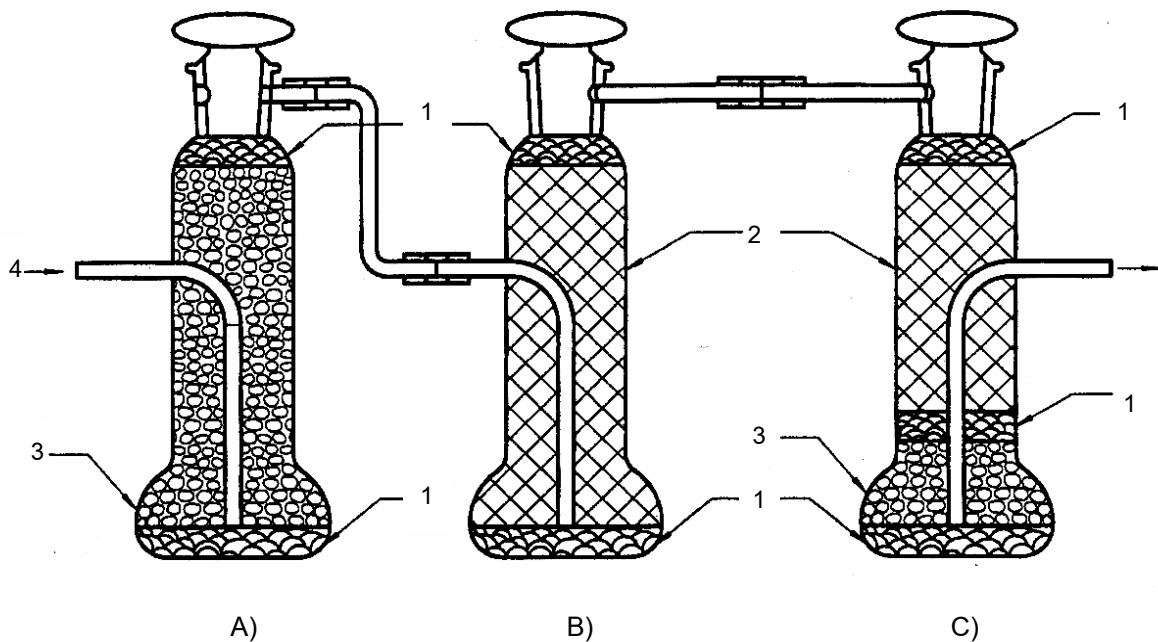
Kích thước tính bằng milimét



- a) Magie peclorat (4.1) để hấp thụ nước sinh ra trong lúc đốt;
- b) Natri hydroxit bảo quản trong môi trường trơ (4.2) để hấp thụ cacbon hydroxit;
- c) Magiê peclorat để hấp thụ nước sinh ra từ phản ứng giữa cacbon đioxit và natri hydroxit.

Đặt bông thuỷ tinh (4.10) đã làm khô ở 105 °C trong 1 giờ, trên và dưới các chất hấp thụ để ngăn mang bụi vào do luồng oxy mạnh và giữ cho ống Midivale không bị rạn nứt do nhiệt độ của phản ứng. Hình 3 mô tả một bộ hấp thụ liên hoàn đặc trưng cùng với chi tiết của vật liệu nhồi. A là bình hấp thụ nước; B và C là bình hấp thụ cacbon đioxit, C là bộ kiểm soát hiển thị khi nào vật liệu nhồi ở B cần thay thế. Bất cứ lượng nước nào thoát ra từ B do phản ứng giữa natri hydroxit và cacbon đioxit sẽ bị hấp thụ ở C.

Đầu vào của ống hấp thụ nước được đưa vào qua nút chịu nhiệt, sao cho nước sẽ phun ở phía trong của nút. Tất cả các chỗ nối của ống được làm bằng khớp nối thuỷ tinh, dùng ống lót cao su để làm kín.



Chú giải

- 1 Bông thuỷ tinh
- 2 Natri hydroxit (xem 4.2)
- 3 Magie perclorat, có cỡ hạt từ 1,2 mm đến 0,7 mm
- 4 Đầu vào

Hình 3 - Bộ hấp thụ

5.6 Hai lưu lượng kế, cả hai có khả năng đo lưu lượng không khí đến 300 ml/phút.

5.7 Nút chịu nhiệt (acrilonitril hoặc clopren), để nối bộ hấp thụ với ống đốt.

5.8 Que đẩy bằng silica hoặc bằng thép, là một thanh hoặc một ống được bịt kín, có đường kính khoảng 6 mm và dài 450 mm một đầu đĩa đường kính 12 mm, dùng để đẩy thuyền vào vùng nóng của ống đốt. Que đẩy dễ dàng luồn qua ống thuỷ tinh hoặc ống kim loại hình chữ T, một đầu của ống này lắp khít vào nút đậy kín, đầu vào của ống đốt, đầu kia được gắn bằng một ống lót bằng cao su (xem Chú thích 5), mà que đẩy luôn qua ống nối này. Ống lót cao su ngăn sự thoát oxy qua ống ngang của ống chữ T. Que đẩy được đánh dấu từ đầu đĩa để nhận biết chắc chắn vị trí của thuyền trong ống đốt khi đẩy thuyền vào.

CHÚ THÍCH 5 Ống cao su được thay đổi định kỳ để tránh sự rò rỉ.

5.9 Cuộn lưới bạc, để hấp thụ clo và lưu huỳnh oxit. Cuộn lưới bạc tinh khiết (4.6) để tạo thành hình nút, có chiều dài 75 mm và đường kính đủ để đảm bảo có thể trượt vừa khít trong ống đốt (5.4.2). Một sợi dây bạc tinh khiết dày được luồn qua giữa cuộn dây để cuộn dây dễ dàng dịch chuyển trong ống.

5.10 Bình tạo bọt, dùng khi xác định vị trí chính xác cuộn lưới bạc (xem 6.2). Có thể là ống sôi lớn, chai cổ rộng hoặc chai Dreschel có đĩa thuỷ tinh sục khí, với kích thước lỗ lớn nhất từ 0,015 mm đến 0,040 mm đặt trong ống đốt khí. Đường kính của bình hấp thụ phải phù hợp để đĩa ngập sâu ít nhất 90 mm trong dung dịch hấp thụ; bình có đường kính trong 35 mm và sâu 150 mm là phù hợp. Nối ống nối silic hoặc ống đốt được lắp vào ống của bình tạo bọt.

Để ngăn ngừa trạng thái rò rỉ tại ống bọc bằng cao su ở đầu vào của bình tạo bọt, nối bình tạo bọt với bơm hút qua bộ điều áp để duy trì sự hút nhẹ tại đầu vào của ống đốt.

Để lắp ráp các thiết bị một cách thuận tiện, xem minh hoạ trong Hình 4.

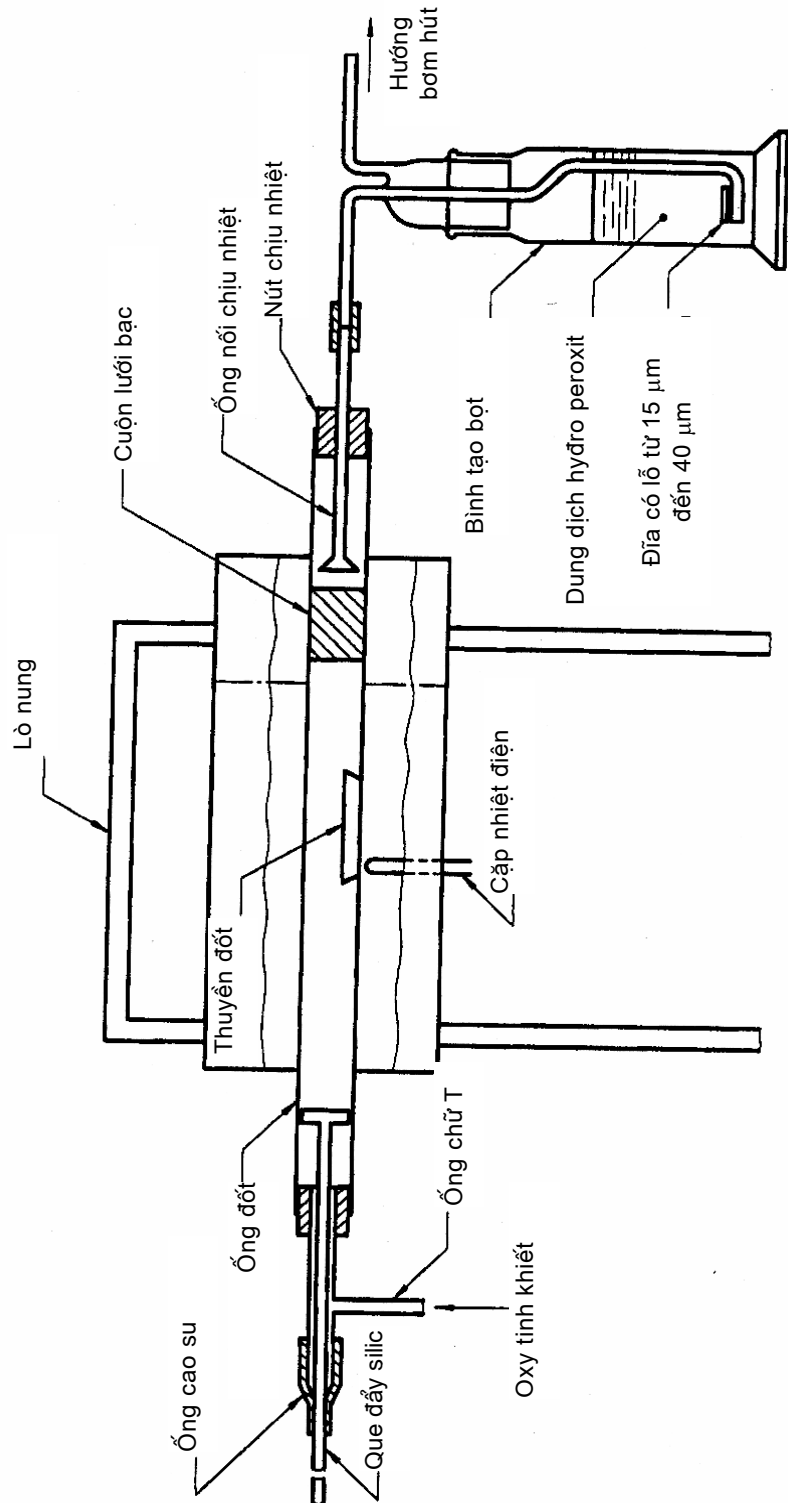
5.11 Dây chịu nhiệt, đường kính khoảng 2,5 mm và dài 450 mm, một đầu có móc để di chuyển thuyền từ ống đốt ra đặt trên tấm cứng chịu nhiệt.

6 Chuẩn bị thiết bị

6.1 Chuẩn bị ống đốt

Luồn ống đốt (5.4.2) vào lò (xem 5.4.1) sao cho đầu ống nhô ra ngoài 75 mm. Bọc phần nhô ra bằng sợi khoáng để ngăn nước ngưng tụ trong ống. Đưa nút cao su có que đẩy silica hoặc thép (5.8) vào đầu vào của ống đốt và nối nguồn cung cấp oxy tinh khiết (xem 4.7 và 5.3) vào ống ngưng của ống thủy tinh hoặc ống kim loại hình chữ T.

CHÚ THÍCH 6 Khoảng cách ống đốt nhô ra khỏi lò có thể giảm xuống đến khoảng 40 mm, nếu có lò phụ.



CHÚ THÍCH Trong quá trình xác định, thay bình tạo bọt bằng bộ hấp thụ và tháo bơm hút ra.

Hình 4 - Bố trí thiết bị định vị cuộn lưới bạc

6.2 Định vị cuộn lưới bạc

Đưa cuộn lưới bạc (5.9) vào miệng ống đốt (5.4.2) dài khoảng 75 cm với lò. Tại nhiệt độ làm việc của lò chính 1 350 °C và lò phụ (nếu có) ở nhiệt độ yêu cầu vẽ đường cong nhiệt độ đốt như nêu ở Hình 1. Nối bình tạo bọt (5.10) chứa dung dịch hydro peroxit (4.5) 3 % khối lượng vào đầu ra của ống đốt sử dụng nút chịu nhiệt (5.7), và bật công tắc bơm hút (xem Hình 4).

Đốt 0,5 g than có chứa lưu huỳnh từ 1 % khối lượng đến 2 % khối lượng, sử dụng quy trình mô tả ở 8.2 (nhưng không bao gồm bộ hấp thụ liên hoàn). Rửa ống nối silic đioxit (xem 5.10) và chuyển dung dịch trong bình tạo bọt vào bình lọc hình nón 250 ml, thêm 2 giọt hoặc 3 giọt dung dịch chỉ thị hỗn hợp (4.8) và đo lượng clo và lưu huỳnh oxit đi qua cuộn lưới bạc bằng cách chuẩn độ hydro peroxit với dung dịch natri tetraborat (4.4) đến màu xám trung tính.

Đẩy cuộn lưới bạc từng nấc 5 mm và làm lại thí nghiệm cho đến khi tìm đúng vị trí của cuộn lưới bạc, tại đó thể tích của dung dịch natri tetraborat ứng với điểm cuối không lớn hơn 0,2 ml, thể tích này biểu thị ít nhất 99 % lượng lưu huỳnh oxit bị cuộn lưới bạc giữ lại. Dùng cách như trên để xác định chính xác vị trí của cuộn lưới bạc.

Tháo bình tạo bọt, bộ điều chỉnh áp suất và bơm hút. Dùng dây chịu nhiệt (5.11), lấy thuyền đốt ra đặt trên tấm vật liệu chịu nhiệt phù hợp.

Cuộn lưới bạc có xu hướng co lại khi bị sử dụng liên tục do đó rất cần kiểm tra đường kính để đảm bảo cuộn lưới trượt vừa khít trong ống đốt.

Khi không dùng ống đốt, để bảo vệ cuộn lưới bạc khỏi nhiễm bẩn không khí cần bịt kín cả hai đầu ống.

CHÚ THÍCH 7 Cuộn lưới bạc có thể hấp thụ một lượng lưu huỳnh tương đương đến 7 % khối lượng của mẫu; với lượng lưu huỳnh cao hơn, cần giảm bớt lượng mẫu theo tỷ lệ. Cuộn lưới bạc cần được thường xuyên làm sạch bằng cách đun trong nước sôi (để loại bạc sunfat), đun trong dung dịch amôniac đậm đặc (để loại bạc clorua) và cuối cùng trong nước, sau đó đem sấy khô. Tổng hàm lượng lưu huỳnh trong mẫu thử trong hai lần rửa cuộn lưới không quá 0,035 gam.

6.3 Chuẩn bị bộ hấp thụ liên hoàn

Bắt đầu của mỗi ngày làm việc, ống Midvale phải được chuẩn bị bằng cách các ống này phải được làm sạch trong không khí 10 phút trong khi nối với các thiết bị. Sau khi làm sạch, ống Midvale được gắn kín, để nguội trong khoảng 20 phút trong một thùng bọc kín gió, lau kỹ bằng vải và cân với thao tác nhẹ nhàng nhất. Thực hiện lại quy trình cho đến khi chênh lệch khối lượng của mỗi ống nhỏ hơn 1 mg.

7 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử để phân tích theo TCVN 1963 (ISO 1988), ISO 2309 hoặc ISO 5069-2. Đảm bảo hàm lượng ẩm của mẫu phải cân bằng với độ ẩm phòng thí nghiệm mà mẫu tiếp xúc. Nếu cần, rải mẫu thành lớp mỏng để mẫu cân bằng về độ ẩm trong thời gian ngắn nhất.

Trước khi bắt đầu phép xác định, trộn đều mẫu thử ít nhất một phút, tốt nhất là trộn bằng máy.

Sau khi cân phần mẫu thử (xem điều 8), sử dụng phần còn lại của mẫu thử xác định hàm lượng ẩm theo TCVN 4919 (ISO 687), ISO 1015 hoặc ISO 5068). Chuẩn bị một phần mẫu thử nếu yêu cầu xác định cacbon đioxit như TCVN 4920 (ISO 925).

8 Cách tiến hành

8.1 Chuẩn bị

Nâng nhiệt độ của lò nung hoặc các lò nung (xem 5.4.1) đến khi đạt yêu cầu của đường cong phân bố nhiệt độ như trong Hình 1 và đảm bảo cuộn lưới bạc (5.9) đã nằm đúng vị trí. Cho oxy tinh khiết vào thiết bị trong 30 phút (xem 4.7 và 5.3) trước khi nhiệt độ đạt đến 1 350 °C và điều chỉnh lưu lượng đến 300 ml/phút.

8.2 Đốt phần mẫu thử

Cân khoảng 0,5 g mẫu thử chính xác đến 0,1 mg, và trải đều trên đáy thuyền đốt (5.4.3) khô sạch, phủ kín mẫu trong thuyền đốt bằng 0,5 g nhôm oxit (4.3) (làm cẩn thận để 0,5 g nhôm oxit có thể phủ kín mẫu trong thuyền). Nối một bộ hấp thụ (5.5) đã được làm sạch đã cân trước và chuyển thuyền chứa mẫu thử vào ống đốt (5.4.2) tại vị trí sao cho tâm của thuyền cách tâm của vùng nóng nhất là 240 mm. Rút que đẩy silica hoặc thép ra ngoài, thay nút cao su và tiếp tục đưa oxy tinh khiết vào với lưu lượng 300 ml/phút. Sau một phút, đẩy thuyền về phía trước 40 mm. Ở cuối của chu kỳ thứ năm mỗi chu kỳ một phút, đẩy thuyền về phía trước khoảng 40 mm, mỗi lần như vậy kéo que đẩy bằng silica hoặc bằng thép (5.8) ra để tránh sự biến dạng; sau lần đẩy cuối cùng tâm của thuyền đốt trùng với tâm của vùng nóng nhất (xem Chú thích 8). Sau đó giữ thuyền đốt ở vùng nóng nhất thêm 4 phút.

CHÚ THÍCH 8 Đối với các loại than giải phóng hàm lượng chất bốc với tốc độ cao trong giai đoạn nung nóng ban đầu, có thể làm bay theo các hạt cacbon không cháy. Đối với các loại than này, tốc độ đẩy có thể giảm bớt theo cách sau:

Chuyển thuyền đốt chứa mẫu thử vào sao cho tâm của thuyền đốt cách tâm của vùng nóng nhất là 240 mm. Sau một phút đẩy thuyền đốt về phía trước 20 mm. Ở cuối mỗi chu kỳ một phút của chu kỳ thứ mười một, đẩy thuyền về phía trước 20 mm. Giữ thuyền đốt ở vùng nóng nhất thêm 4 phút nữa.

TCVN 255 : 2007

Đối với loại than kém phản ứng, ví dụ như than chứa dưới 0,5 % chất bốc, tốc độ đẩy cũng có thể giảm bớt theo cách trên.

8.3 Kết thúc

Tháo bộ hấp thụ (5.5) ra, nối với bộ lọc và thổi không khí sạch khoảng 10 phút với lưu lượng từ 200 ml/phút đến 250 ml/phút. Tháo các bình hấp thụ A, B và C, đậy nắp lại và nút các nhánh bên trung tâm rồi để nguội trong thùng kín gió (xem Chú thích 9).

Lau ống Midvale (xem 5.5) cẩn thận bằng vải, lấy các miếng đệm kín ra và cân các bình hấp thụ (xem Chú thích 9) với thao tác nhẹ nhàng nhất (xem Chú thích 10).

Dùng dây chịu nhiệt một đầu có móc (5.11), để kéo thuyền đốt ra và để lên một tấm vật liệu chịu lửa dày.

CHÚ THÍCH

9) Các ống Midvale dùng để hấp thụ khí cacbonic, cho phép làm nguội chậm trong 60 phút trước khi cân. Khi không nối với các thiết bị, cần bảo vệ các bình Midvale khỏi bị ô nhiễm do không khí bằng cách đóng nắp và miếng đệm kín bằng cao su vào các nhánh hở. Thông thường, cân các ống hấp thụ sau khi lau sạch và không có miếng đệm kín. Nếu khối lượng của ống C tăng thêm không quá 0,05 gam, loại bỏ ống B và nhồi lại.

10) Trong điều kiện ẩm ướt nhất định khi lau ống hấp thụ bằng vải có thể gây tĩnh điện, và ảnh hưởng đáng kể kết quả cân. Trường hợp đó cần tính đến việc sử dụng máy khử tĩnh điện.

9 Phép thử trắng

Tiến hành phép thử trắng theo quy trình như mô tả trong điều 8, bao gồm nhôm oxit nhưng không có mẫu thử.

Nếu trong phép thử trắng khối lượng của ống Midvale tăng lớn hơn 0,001 gam, loại bỏ mẫu và nhồi lại.

10 Biểu thị kết quả

10.1 Tổng hàm lượng cacbon

Tổng hàm lượng cacbon, w_C , của mẫu phân tích, biểu thị theo phần trăm khối lượng, được tính theo công thức sau:

$$w_C = 27,29 \times \frac{m_2 - m_3}{m_1}$$

trong đó

m_1 là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam;

m_2 là lượng tăng khối lượng của các bình hấp thụ B và C trong phép xác định, tính bằng gam;

m_3 là lượng tăng khối lượng của các bình hấp thụ B và C trong phép thử trắng (xem điều 9), tính bằng gam.

10.2 Hàm lượng cacbon hữu cơ

Hàm lượng cacbon hữu cơ, $w_{C,o}$, của mẫu phân tích tổng cacbon trừ cacbonat tồn tại trong thành phần khoáng biểu thị bằng phần trăm khối lượng, theo công thức:

$$w_{C,o} = w_C - 0,2729 \times w_{CO_2}$$

trong đó

w_{CO_2} là hàm lượng cacbon đioxit, của cacbonat vô cơ trong mẫu phân tích [xác định theo TCVN 4920 (ISO 925)] biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

10.3 Tổng hàm lượng hydro

Hàm lượng hydro, w_H , trong mẫu như đã phân tích, được biểu thị bằng phần trăm khối lượng, theo công thức:

$$w_H = 11,19 \times \frac{m_4 - m_5}{m_1}$$

trong đó

m_1 là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam;

m_4 là lượng tăng khối lượng của bình hấp thụ A, trong phép xác định, tính bằng gam;

m_5 là lượng tăng khối lượng của bình hấp thụ A, trong phép thử trắng (xem điều 9), tính bằng gam.

10.4 Tổng hàm lượng hydro, trừ hydro có trong độ ẩm

Tổng hàm lượng hydro trừ đi lượng hydro có trong độ ẩm, w_{H_1} của mẫu phân tích, lượng hydro vô cơ và hydro có trong nước của thành phần khoáng, được biểu thị bằng phần trăm khối lượng, theo công thức:

$$w_{H_1} = w_H - 0,1119M$$

Trong đó

M là hàm lượng ẩm của mẫu phân tích, biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

10.5 Thông tin bổ sung

Nguồn gốc của các hệ số dùng để tính toán ở điều từ 10.1 đến 10.4 được thể hiện chi tiết trong Phụ lục A.

Kết quả là giá trị trung bình của phép xác định kép, chính xác đến 0,1 % khối lượng đối với việc xác định cacbon và chính xác đến 0,01 % khối lượng đối với việc xác định hydro.

Các kết quả xác định mô tả trong tiêu chuẩn này được biểu thị ở trạng thái "khô không khí". Kết quả tính toán dựa trên các trạng thái khác được áp dụng theo TCVN 381 (ISO 1170).

11 Độ chụm

11.1 Giới hạn của độ lặp lại

Kết quả của các phép xác định kép 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 thử đại diện lấy từ cùng một mẫu phân tích, không được chênh nhau quá giá trị trong Bảng 1.

Bảng 1 – Chênh lệch lớn nhất cho phép giữa các kết quả

Nguyên tố	Chênh lệch lớn nhất cho phép giữa các kết quả (được tính theo cùng hàm lượng ẩm)	
	Giới hạn của độ lặp lại	Chênh lệch tới hạn của độ tái lập
Cacbon	0,25 % giá trị tuyệt đối	0,5 % giá trị tuyệt đối
Hydro	0,12 % giá trị tuyệt đối	0,25 % giá trị tuyệt đối

11.2 Sự chênh lệch tới hạn của độ tái lập

Giá trị trung bình của các kết quả của các phép xác định kép thực hiện ở một trong hai phòng thí nghiệm khác nhau trên các phần mẫu đại diện lấy từ cùng một mẫu, sau lần chia mẫu cuối cùng không được chênh nhau quá giá trị trong Bảng 1, ở mức 95 % độ tin cậy.

12 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) kết quả và phương pháp biểu thị kết quả;
- d) những điều kiện không bình thường được ghi nhận trong quá trình xác định;
- e) các thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc coi là tùy ý;
- f) ngày, tháng tiến hành phép thử.

Phụ lục A

(tham khảo)

Dẫn suất các hệ số sử dụng trong các công thức của điều 10

A.1 Khái quát

Trong phụ lục này các khối lượng nguyên tử và khối lượng phân tử được trình bày bằng công thức hoá học đặt trong ngoặc vuông. Khối lượng nguyên tử tương đối cho trong Bảng A.1 được sử dụng trong tính toán.

Bảng A.1

Nguyên tố	Ký hiệu	Khối lượng nguyên tử tương đối
Cacbon	C	12,011
Hydro	H	1,008
oxi	O	15,999

A.2 Cacbon (xem 10.1)

Tổng hàm lượng cacbon trong mẫu thử, w_C , tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$w_C = \frac{[C] \times (m_2 - m_3) \times 100}{[CO_2] \times m_1}$$

trong đó

m_1 là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam;

m_2 là lượng tăng khối lượng của các bình hấp thụ B và C trong phép xác định, tính bằng gam;

m_3 là lượng tăng khối lượng của các bình hấp thụ B và C trong phép thử trắng, tính bằng gam.

Do đó

$$w_C = \frac{27,29 \times (m_2 - m_3)}{m_1}$$

A.3 Hydro (Xem 10.3)

Tổng hàm lượng hydro trong mẫu thử, w_H , tính bằng phần trăm, theo công thức:

TCVN 255 : 2007

$$w_H = \frac{[H] \times (m_4 - m_5) \times 100}{[H_2O] \times m_1}$$

trong đó

m_1 là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam;

m_4 là lượng tăng khối lượng của bình hấp thụ A trong phép xác định, tính bằng gam;

m_5 là lượng tăng khối lượng của bình hấp thụ A trong phép thử trắng, tính bằng gam.

Do đó

$$w_H = \frac{11,19 \times (m_4 - m_5)}{m_1}$$
