

TCVN 174 : 1995

ISO 562 - 1981(E)

Soát xét lần 3

**THAN ĐÁ VÀ CỐC _
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT BỐC**

Hard coal and coke _ Determination of volatile content

HÀ NỘI - 1995

Lời nói đầu

TCVN 174 : 1995 thay thế TCVN 174 - 86.

TCVN 174 : 1995 hoàn toàn tương đương với ISO 562 - 1981 (E).

TCVN 174 : 1995 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC27 Nhiên liệu khoáng rắn biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

Than đá và cốc – Xác định hàm lượng chất bốc

Hard coal and coke – Determination of volatile content

0 Lời giới thiệu

Hàm lượng chất bốc được xác định là phần mất mát về khối lượng trừ đi hàm lượng ẩm, trong lúc nung than hoặc cốc trong môi trường không có không khí ở điều kiện tiêu chuẩn. Tiêu chuẩn này có tính chất kinh nghiệm để đảm bảo tính tái lập của các kết quả lặp lại. Về cơ bản phải luôn luôn kiểm tra đầy đủ các thông số như: tốc độ đốt cháy, nhiệt độ cuối cùng của toàn bộ thời gian thí nghiệm. Phải xác định hàm lượng ẩm và hàm lượng chất bốc trong từng thời gian để hiệu chỉnh một cách phù hợp.

Lượng khoáng chất liên kết trong mẫu cũng có thể bị mất đi trong cùng điều kiện thí nghiệm. Phần lớn lượng mất mát này còn phụ thuộc vào hai yếu tố: bản chất tự nhiên và chất lượng các khoáng chất hiện có. Khi than có hàm lượng cacbonat cao hoặc khi cần để phân loại than, thì nhất thiết phải điều chỉnh hàm lượng chất bốc để xác định sự mất mát của hàm lượng khí cacbonic (CO_2) xảy ra trong khi thí nghiệm. Phép tính gần đúng đầu tiên cho việc áp dụng hiệu chỉnh là áp dụng công thức (3) ở mục 8.

Chú thích – Bằng thực nghiệm chưa đầy đủ cho thấy, nên áp dụng việc hiệu chỉnh sự mất mát của CO_2 khi xác định chất bốc trong than. Mặt khác, sự sai khác xảy ra không đáng kể, vì hợp chất cacbonat đã bị phân hủy trong lò luyện cốc, cho dù một số cacbonat có thể sinh ra nếu cốc bị dội tắt bằng nước thải.

Thiết bị và cách tiến hành được quy định để có thể thực hiện một hoặc nhiều xác định trong lò múp.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định chất bốc của than đá và cốc, không áp dụng đối với than nâu và linhít.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

ISO 331 : 1933 Than – Xác định hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích. Phương pháp khối lượng trực tiếp.

TCVN 4915 - 89 (ISO 348 : 1981) Than đá – Xác định hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích. Phương pháp thể tích trực tiếp

TCVN 4919 - 89 (ISO 687 : 1974) Cốc – Xác định hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích.

TCVN 4920 - 89 (ISO 925 : 1980) Nhiên liệu khoáng rắn – Xác định hàm lượng cacbon đioxit. Phương pháp trọng lượng

ISO 1170 : 1977 Than và cốc – Tính chuyển kết quả phân tích sang các trạng thái khác nhau.

TCVN 173 : 1995 (ISO 1171 : 1981 E) Nhiên liệu khoáng rắn – Xác định hàm lượng tro.

3 Nguyên tắc

Mẫu được đốt ở 900°C trong môi trường không có không khí trong thời gian 7 phút. Tỷ lệ phần trăm chất bốc của than được tính bằng lượng mất khối lượng của mẫu sau khi trừ đi lượng mất khối lượng do hàm lượng ẩm gây ra.

4 Thuốc thử

4.1 Chất hút ẩm: là chất hút ẩm mới được tái sinh lại và tốt nhất là loại chỉ thị. Chất hút ẩm thích hợp là loại silicagen nhôm oxyt hoạt tính và canxi sunfat khan.

4.2 Benzen (để sử dụng với mẫu thử cốc).

5 Dụng cụ thí nghiệm

5.1 Lò nung: đốt bằng điện trong đó có khả năng duy trì vùng nhiệt độ đồng đều, cố định với nhiệt độ 900°C ± 10°C. Dùng loại lò mà một đầu tự ngắt hoặc phía thành dẹt sau gắn với một ống khói có đường kính thích hợp là 25 mm và chiều dài là 150 mm.

Nhiệt nung của lò phải đảm bảo sao cho khi đặt chén nung với giá đỡ (ngụội) vào lò có nhiệt nung là 900°C ± 10°C, thì trong vòng 4 phút, tốt nhất là 3 phút, nhiệt độ lò phải đạt lại tối thiểu là 885°C, nhiệt độ lò được

đo bằng một cặp nhiệt độ không vò (5.2) thông-thường lò¹⁾ được thiết kế riêng biệt hoặc dùng để xác định một mẫu, hoặc dùng để xác định nhiều mẫu.

Chú thích – Nhiệt độ ban đầu 900°C càng đạt được càng gần càng tốt, với nhiệt độ sai lệch là $\pm 10^\circ\text{C}$ là sai số thường thấy trong khi đo nhiệt độ và thường do phân bố nhiệt không đồng đều.

Nên lựa chọn vùng nhiệt độ ổn định để đặt chén nung. Trong thí nghiệm khi đặt chén nung nên sử dụng cùng một vị trí.

5.2 Hòa kế (dụng cụ đo nhiệt) : dùng dây cặp nhiệt có đường kính không lớn hơn 1mm. Phải kiểm tra đặc tính nhiệt độ của lò. Các đầu đo của cặp nhiệt được đặt ở giữa vị trí ở đáy chén nung và cửa lò. Nếu vị trí đặt được nhiều chén nung, thì sau đó phải kiểm tra nhiệt độ của từng chén nung, theo cách đo như đã mô tả ở trên. Nếu cần thì đặt cặp nhiệt cố định vào trong lò với đầu đo nhiệt càng gần vùng nhiệt giữa lò, có nhiệt độ đồng đều càng tốt. Số ghi nhiệt độ phải phù hợp với từng thời gian theo chu kỳ một với số ghi của cặp nhiệt không vò mà chỉ khi cần thiết mới được lắp vào lò.

Chú thích – Hàm nhiệt luôn luôn có mối quan hệ tương quan với việc bố trí dây cặp nhiệt độ và duy trì ở vùng nhiệt độ cao, sẽ dần thay đổi theo thời gian.

5.3 Chén và nắp chén nung: chén dạng hình trụ có nắp dẹt thật khít. Chén nung và nắp đều được làm bằng silicat chịu nhiệt. Khối lượng của chén nung kể cả nắp từ 10 g đến 14 g. Kích thước của chén theo hình 1. Với phương pháp xác định này, độ khít của nắp chén là rất quan trọng, cần phải chọn nắp hợp với chén sao cho khe hở giữa chúng theo phương nằm ngang không lớn hơn 0,5 mm. 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.

Chú thích – Khi tiến hành thí nghiệm nhiều lần trên mẫu than tương nỏ thì cần thiết phải sử dụng các loại chén lớn. Có thể dùng loại có chiều cao 45 mm mà không làm ảnh hưởng đến việc xác định lượng chất bốc của than miễn là tốc độ của nhiệt độ đặc biệt được quy định vẫn luôn luôn được duy trì.

Có thể sử dụng loại chén bằng vật liệu chịu lửa khác hoặc chén bằng platin nếu sử dụng chúng thấy có kết quả giống nhau, trong phạm vi sai số cho phép.

5.4 Giá đỡ chén nung: dùng để đặt chén nung ở trong lò và phải bảo đảm sao cho tốc độ đốt nóng thích hợp có thể đạt được. Thí dụ giá có cấu tạo như sau :

¹⁾ Trong tiêu chuẩn của Ann BS 1016, phần 3 có sử dụng loại lò dùng một chén nung. Còn trong tiêu chuẩn của Đức DIN 51720 lại dùng lò với một vài chén nung.

a) để xác định một chén: dùng một vòng dây thép chịu nhiệt như được miêu tả ở hình 2a, với hai tấm tròn bằng amiăng có đường kính 25 mm. dây 1 mm được đặt trên phần bẻ gấp vào trong của các chân (xem hình 2a); hoặc

b) để xác định nhiều chén : làm một khung dây bằng thép chịu nhiệt như được miêu tả ở hình 2b theo kích thước đã cho và một tấm amiăng dày 2 mm đặt ở dưới đáy chén.

5.5 Cân: có độ chính xác đến 0,1 mg.

6 Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu thử sử dụng để xác định hàm lượng chất bốc là mẫu phân tích đã được nghiền và sàng qua sàng có kích thước lỗ 200 μm .

Nếu cần phải rải mẫu thành một lớp mỏng trong một thời gian tối thiểu để hàm lượng ẩm đạt tới tương đương với độ ẩm của môi trường trong phòng thí nghiệm.

Trước khi tiến hành phân tích cần trộn mẫu đã sấy khô không khí ít nhất là trong thời gian một phút, tốt nhất là trộn bằng máy.

7 Quá trình thử

Nung nóng ở nhiệt độ $900^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ trong 7 phút một chén kể cả nắp dây (5.3) hoặc nung tất cả chén nung đặt kín trên giá đỡ (5.4). Lấy chén nung ra khỏi lò rồi để nguội trên tấm kim loại và đưa sang bình hút ẩm để bên cạnh cân. Ngay sau khi để nguội, tiến hành cân từng chén nung với cả nắp dây (chén không chứa mẫu), rồi cân chính xác đến 0,1 mg khoảng từ 1,00 g đến 1,01 g mẫu cho từng chén nung. Đậy nắp lại và gỡ nhẹ chén lên bề mặt sạch, cứng cho tới khi mẫu tạo thành một lớp mỏng đều trên đáy chén.

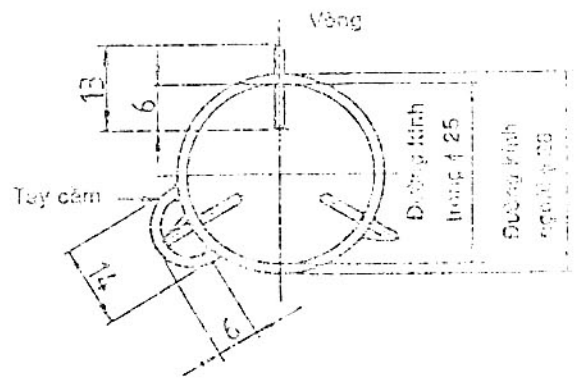
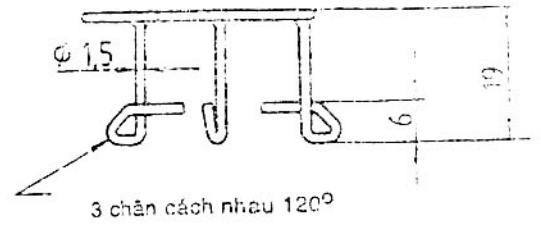
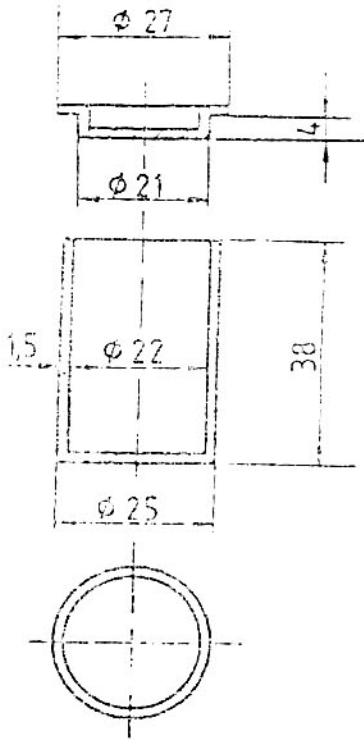
Chú thích - Việc xử lý chén chính xác trước và sau khi xác định sẽ hạn chế tới mức thấp nhất ảnh hưởng của màng nước hấp thụ trên bề mặt của nó, còn làm nguội nhanh giảm được sự hấp thụ ẩm của cặn than hoặc cốc.

Điều chỉnh nhiệt độ của vùng lò đốt trong lò múp nơi đặt một (hay nhiều) chén lúc chưa chứa mẫu tới $900^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$. Khi dùng dây cặp nhiệt để trần hoặc tới nhiệt độ tương đương khi dùng cặp nhiệt có vỏ.

Lấy giá đỡ và chén nung ra khỏi lò, rồi đóng cửa lò lại để giữ nhiệt độ không đổi. Nếu mẫu là cốc thì mở nắp chén đã có mẫu cho thêm từ 2 đến 4 giọt benzen rồi mới đậy nắp lại. Đặt chén (một hoặc nhiều) đã có mẫu lên giá đỡ khác rồi đưa vào lò, đóng cửa rồi để đúng 7 phút. Lấy ra, để nguội và cân theo cách đã chỉ dẫn với chén không.

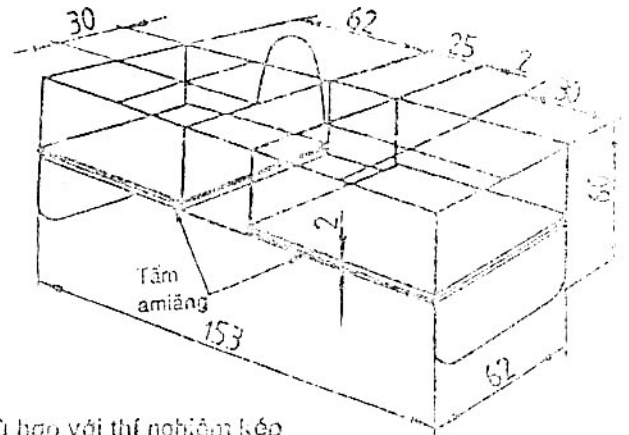
Chú thích - Khi thực hiện việc xác định nhiều chén, đặt chén không lên tất cả các chỗ còn trống trên giá đỡ.

Kích thước tính bằng milimet



a) Phù hợp với thí nghiệm đơn

Hình 1 – Nắp và chân nung



b) Phù hợp với thí nghiệm kép

Hình 2 – Giá khung đặt chén

8 Tính toán kết quả

Hàm lượng chất bốc trong than đá và cốc ở trạng thái khô không có tro ($V_{\text{daf}}^{(1)}$) được biểu thị theo phần trăm khối lượng, tính theo các công thức sau đây:

$$V = \frac{100 (m_2 - m_3)}{m_2 - m_1} - M \quad \dots (1)$$

$$V_{\text{daf}} = \frac{V \times 100}{100 - (M + A)} \quad \dots (2)$$

$$V_{\text{daf}} (\text{để tính cho } \text{CO}_2) = (V - \text{CO}_2) \times \frac{100}{100 - (M + A)} \quad \dots (3)$$

trong đó

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

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

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

M là hàm lượng ẩm trong mẫu thử khi phân tích, được tính theo ISO 331 : 1983; TCVN 4915 - 89 hoặc TCVN 4919 - 89 tính bằng phần trăm khối lượng;

A là hàm lượng tro của mẫu được phân tích theo phương pháp quy định trong TCVN 173 : 1995 (ISO 171 - 1981 E), tính bằng phần trăm khối lượng;

CO_2 là khí cacbonic trong mẫu được phân tích theo TCVN 4920 - 89, tính bằng phần trăm khối lượng;

V là hàm lượng chất bốc của mẫu được phân tích, tính theo phần trăm khối lượng.

Kết quả tốt nhất là giá trị trung bình của 2 lần xác định. Kết quả được tính với độ chính xác tới 0,1%.

⁽¹⁾ Xem tiêu chuẩn ISO 1170 để biết các phương pháp tính toán khác.

9 Độ chính xác của phương pháp

Mẫu thử %	Sai số lớn nhất cho phép giữa các kết quả (được tính cho cùng hàm lượng ẩm)	
	Trong cùng phòng thí nghiệm Độ lặp lại %	Trong các phòng thí nghiệm khác nhau Độ tái lập %
Than đá có hàm lượng chất bốc < 10	0,3 tuyệt đối	0,5 tuyệt đối
Than đá có hàm lượng chất bốc > 10	3,0 kết quả trung bình	0,5 tuyệt đối hoặc 4,0 kết quả trung bình, tùy thuộc giá trị nào lớn hơn
Than cốc	0,2 tuyệt đối	(Xem 9.3)

9.1 Độ lặp lại

Kết quả của hai lần xác định được tiến hành ở những thời điểm khác nhau trong cùng một phòng thí nghiệm, do một người làm, với cùng một thiết bị, với các phần mẫu thử lấy từ cùng một mẫu phân tích không được khác với các trị số cho ở bảng trên.

9.2 Độ tái lập (đối với than đá)

Trị số trung bình của các kết quả của hai lần xác định tiến hành tại hai phòng thí nghiệm với những phần mẫu thử lấy từ cùng một mẫu sau giai đoạn cuối cùng của chuẩn bị mẫu, không được khác với trị số ở bảng trên.

9.3 Độ tái lập (đối với cốc)

Đối với việc xác định hàm lượng chất bốc của cốc trong các phòng thí nghiệm khác nhau. Không có giá trị về độ tái lập để trích dẫn, coi như một bằng chứng không đầy đủ có sẵn cho việc thực hiện xác định này.

10 Báo cáo thí nghiệm

Báo cáo thí nghiệm cần có nội dung sau:

- a) sự nhận dạng của sản phẩm được thử;
 - b) phương pháp sử dụng;
 - c) các kết quả và cách biểu thị kết quả;
 - d) các hiện tượng bất thường nhận thấy trong lúc xác định;
 - e) các thao tác không ghi trong tiêu chuẩn này hoặc coi như tùy ý.
-