

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 4918 : 1989

ISO 602 : 1983

THAN -

XÁC ĐỊNH THÀNH PHẦN KHOÁNG

Coal - Determination of mineral matter

HÀ NỘI – 2008

Lời nói đầu

TCVN 4918 : 1989 do Trung tâm Tiêu chuẩn Chất lượng biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật Nhà nước (nay là Bộ Khoa học và Công nghệ) ban hành.

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

Than - Xác định thành phần khoáng

Coal - Determination of mineral matter

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định lượng vật chất khoáng trong tất cả các loại than, bao gồm cả than nâu và than linhhit.

1 Nguyên tắc của phương pháp

Xác định thành phần khoáng là sự tách khoáng trong mẫu than bằng cách xử lý với axit clohydric và fluoric ở điều kiện mà bản chất của than không bị thay đổi.

Xác định được độ giảm khối lượng của than do xử lý với axit và xác định phần khoáng không hoà tan bằng cách xác định độ tro của mẫu than sau khi đã xử lý với axit.

Xác định hàm lượng sắt trong tro để có thể tính được lượng pyrit có trong than đã khử khoáng. Xác định lượng axit clohydric bị than hấp thụ.

2 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích chỉ được sử dụng những thuốc thử có độ tinh khiết phân tích và chỉ được sử dụng nước cất hoặc nước có độ sạch tương tự.

2.1 Axit clohydric, $d = 1,18$ g/ml.

2.2 Dung dịch axitclohydric, nồng độ 5 mol/l.

2.3 Axit fluohydric, $d = 1,13$ g/ml.

Đề phòng: Rất độc đối với hô hấp; tiếp xúc với da hoặc nếu uống phải – gây ra bỏng nặng.

TCVN 4918 : 1989

Giữ bình chứa axit fluohydric thật kín ở nơi thoáng khí. Trong trường hợp bị dính vào mắt phải rửa ngay bằng nhiều nước và hỏi ý kiến của y tế.

Phải mặc quần áo bảo hộ lao động và đeo găng tay. Trong trường hợp bị tai nạn hay cảm thấy khó chịu, phải hỏi ngay ý kiến của y tế (phải có bảng chỉ dẫn ở nơi cần thiết).

3 Dụng cụ và thiết bị

Tất cả các thiết bị nêu dưới đây phải bền với axit, đặc biệt với axit fluohydric. Vật liệu thích hợp là nhựa polyvinyl clorua (PVC).

3.1 Cốc dung tích 200 ml, có nắp đậy.

3.2 Ống đựng nhiệt kế: Ống bịt kín một đầu dưới để cắm nhiệt kế.

3.3 Que khuấy.

3.4 Bình rửa.

3.5 Bộ lọc với tấm lọc bằng nhôm xốp, như nêu ở hình vẽ.

3.6 Bình lọc.

3.7 Cân, có độ chính xác g đến 0,1 mg.

4 Chuẩn bị mẫu

Than để xác định thành phần khoáng là mẫu phân tích đã nghiền và sàng qua sàng với kích thước lỗ 200 mm.

Trong trường hợp cần thiết, rải mẫu thành lớp mỏng trong thời gian ngắn nhất đủ để cho độ ẩm của mẫu xấp xỉ cân bằng với độ ẩm phòng thí nghiệm.

Trước khi bắt đầu xác định, trộn cẩn thận mẫu phân tích đã sấy khô trong không khí (xem chú thích) ít nhất một phút, tốt nhất là trộn bằng các phương tiện cơ giới.

CHÚ THÍCH Cũng có thể chọn cách sấy mẫu than ở 105 °C đến 110 °C trước khi tiến hành thử.

5 Tiến hành thử

Cân khoảng 6 g mẫu than với độ chính xác 0,1 mg đựng trong cốc (3.1) và rót vào đó 40 ml dung dịch axit clohydric (2.2) (Xem chú thích 1). Lắp que khuấy (3.3), ống đựng nhiệt kế (3.2) và đậy nắp cốc. Đặt cốc vào bếp cách thủy, giữ ở nhiệt độ 55 °C đến 60 °C. Cứ 5 phút khuấy hỗn hợp một lần, sau 45 phút lấy cốc ra và để huyền phù than lắng trong 10 phút. Lọc dung dịch qua bộ lọc (3.5) bằng cách lọc hút.

Rửa phần than nằm trên bộ lọc bằng nước, gạt nước rồi dùng không lớn hơn 5 ml nước để chuyển phần than vào cốc đốt. Cần cẩn thận để tránh mất than do bắn tung toé (xem chú thích 2).

Thêm 40 ml axit flohydric (2.3) vào cốc đốt, và tiếp tục xử lý nhiệt và lọc như mô tả ở trên. Sau đó dùng không lớn hơn 1 ml nước để rửa phần than trên bộ lọc và cho vào cốc đốt.

Thêm 50 ml axit clohydric (2.1) vào cốc đốt, lại đặt cốc đốt vào bếp cách thủy và tiếp tục xử lý nhiệt như đã mô tả ở trên. Lọc và rửa than 3 lần. Chuyển toàn bộ phần than vào bộ lọc và rửa 20 lần bằng nước nóng, mỗi lần khoảng 25 ml. Dùng que cao su nhọn và nước lạnh để thu nốt phần than còn dính ở cốc đốt. Tách nước khỏi than bằng cách lọc hút trong 5 phút đến 10 phút.

Tháo bộ lọc, đánh hơi phần than ướt rồi sấy bộ lọc và than trong tủ sấy chân không ở 50 °C và dưới áp suất 3,5 kPa (tức là 35 mbar) tuyệt đối trong khoảng 1,5 giờ.

Lấy bộ lọc đựng than ra khỏi tủ sấy và để đạt tới cân bằng, sau đó cân khối lượng. Chuyển phần than càng nhiều càng tốt vào bình thủy tinh có nút. Gạt sạch than khỏi đỉnh bộ lọc và giấy lọc rồi cân lại. Mức chênh lệch của hai lần cân cho biết khối lượng than được chiết.

Trộn cẩn thận phần than được chiết và xác định độ ẩm, độ tro, hàm lượng clo, tổng hàm lượng sắt chứa trong tro than. Mẫu ban đầu cũng được xác định độ ẩm và độ tro. Khi xác định các chỉ tiêu trên phải tuân theo các tiêu chuẩn phù hợp (xem Phụ lục 2).

Tính đương lượng axit clohydric theo hàm lượng clo và đương lượng pyrit theo tổng hàm lượng sắt.

CHÚ THÍCH

- 1 Đối với than có khả năng phản ứng cao bao gồm cả than nâu và linhhit, có thể cho axit vào cốc đốt trước khi cho mẫu vào để tránh quá nóng cục bộ.
- 2 Đối với than có hàm lượng dioxit cacbon nhỏ hơn 0,5% (m/m) không cần tiến hành chiết axit clohydric lần đầu.

6 Tính kết quả

Tất cả các kết quả sử dụng trong tính toán đều phải tính theo trạng thái khô. Vật chất khoáng được ký hiệu là MM, biểu thị bằng phần trăm khối lượng, xác định theo công thức (xem các chú thích):

$$MM = \frac{m_1 - m_2 + m_3 + m_4 + 1,1 m_5}{m_1} \cdot 100$$

trong đó:

m_1 là khối lượng mẫu đã lấy, g;

m_2 là khối lượng mẫu sau khi chiết, g;

m_3 là khối lượng của pyrit trong than đã chiết, g;

TCVN 4918 : 1989

m_4 là khối lượng của axit clohydric trong than đã chiết, g;

m_5 là khối lượng tro không tính đến lượng oxyt sắt tạo ra từ pyrit trong than đã chiết, g.

Hệ số vật chất khoáng (F_{MM}) được tính theo công thức:

$$F_{MM} = \frac{MM}{A}$$

trong đó: A là độ tro của mẫu than ban đầu, %.

Thí dụ tính toán xem Phụ lục 1.

Các kết quả (nên là trị số trung bình của hai lần thử song song, xem điều 7) được báo cáo với độ chính xác tới 0,1 %.

CHÚ THÍCH

- 1 Nếu cần tính chuyển vật chất khoáng theo phần trăm độ tro bằng cách áp dụng công thức, xem TCVN 318 : 1969
- 2 Hệ số 1,1 cho phép tính gần đúng lượng nước hydrat hoá của các cấu tử nhôm và silic trong than khử khoáng. Trong hầu hết các trường hợp, sự hiệu chỉnh là nhỏ và có thể bỏ qua.

7 Độ chính xác của phương pháp

Vật chất khoáng	Sai lệch cho phép lớn nhất	
	Độ lặp lại	Độ tái lập
	0,4 % tuyệt đối	Xem điều 7.2

7.1 Độ lặp lại

Những kết quả xác định mẫu kép tiến hành ở các thời điểm khác nhau trong cùng một phòng thí nghiệm do cùng một người thao tác trên cùng thiết bị và cùng mẫu phân tích, không được khác nhau vượt quá trị số nêu trong bảng.

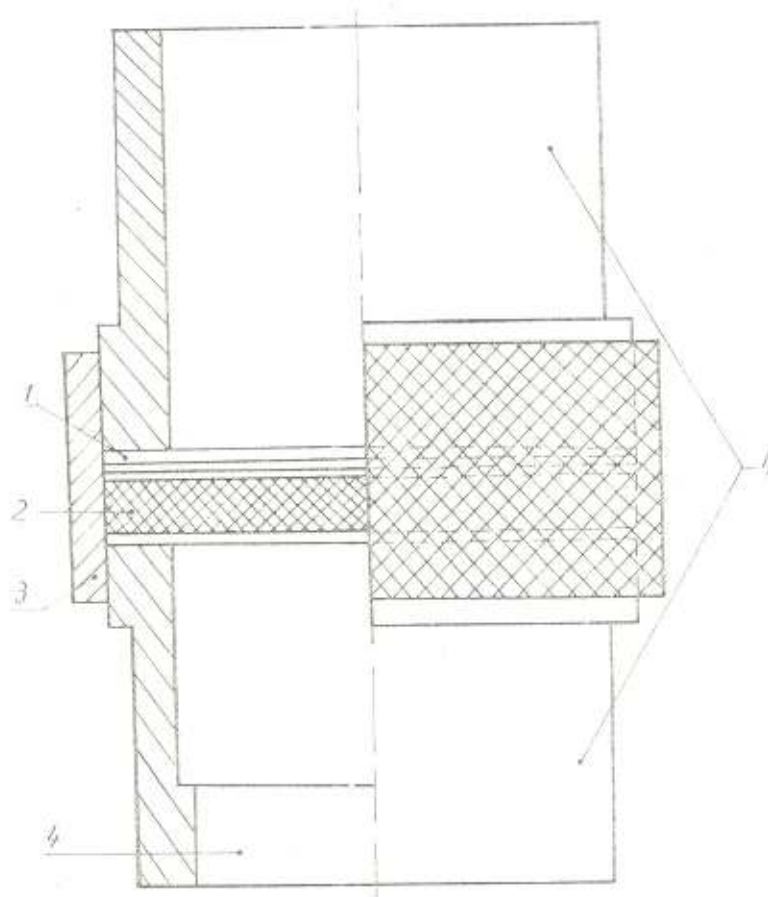
7.2 Độ tái lập

Không thể quy định những giá trị của thí nghiệm làm lại tiến hành ở các phòng thí nghiệm khác nhau bởi vì có thể thu được những số liệu không thoả đáng.

8 Báo cáo thí nghiệm

Báo cáo thí nghiệm gồm những tài liệu sau:

- a) Xuất xứ của sản phẩm đưa thử;
- b) Tài liệu tham khảo về phương pháp được sử dụng;
- c) Các kết quả và phương pháp tính toán được sử dụng;
- d) Những điểm không bình thường ghi nhận trong khi thử;
- e) Những thao tác không quy định hoặc không lưu ý trong tiêu chuẩn này coi là không bắt buộc.



- 1 Giấy lọc gắn với ống trụ trên bằng chất kết dính;
- 2 Tấm nhôm xốp (nhôm xốp được ôxy hoá bề mặt);
- 3 Vòng cao su;
- 4 Ống trụ làm bằng vật liệu chịu axit (thí dụ polivinyl clorua).

Hình - Bộ lọc (nửa phía trái được thể hiện theo mặt cắt)

Phụ lục 1

Thí dụ tính kết quả

Thí dụ dưới đây minh họa phương pháp tính.

Các kết quả đều được tính theo trạng thái khô.

	% (m/m)	g	
1 Khối lượng than ban đầu		6,836	(m_1)
2 Độ tro của than ban đầu	52,8		(A)
3 Khối lượng than đã chiết		3,205	(m_2)
4 Độ tro của than đã chiết	6,03		(A_1)
5 Lượng axit clohydric được than hấp thụ		1,06	(P_1)
6 Lượng oxyt sắt trong tro của than đã chiết	4,2		(P_2)
7 Khối lượng mẫu bị mất $m_1 - m_2$		3,631	
8 Khối lượng axit clohydric được hấp thụ ($P_1 m_2 / 100$)		0,034	(m_4)
9 Khối lượng pyrit trong than đã chiết ($1,5 P_2 m_2 / 100$)		0,202	(m_3)
10 Khối lượng tro còn lại $1,1 m_2 (A_2 - P_2) / 100$		0,065	($1,1 m_5$)
11 Tổng khối lượng vật chất khoáng ($m_1 - m_2 + m_3 + m_4 + 1,1 m_5$)		3,932	(m_6)
12 Số phần trăm vật chất khoáng ($100 m_6 / m_1$)	57,5		(MM)
13 Hệ số vật chất khoáng MM/A	1,09		

Phụ lục 2

Các tiêu chuẩn tham khảo

TCVN 4914 : 1989 (ISO 157) Than đá - Xác định các dạng lưu huỳnh.

TCVN 172 : 1975 (ISO 331) Than - Xác định độ ẩm trong mẫu phân tích - Phương pháp khối lượng trực tiếp.

TCVN 4915 : 1989 (ISO 348) Than đá - Xác định độ ẩm trong mẫu phân tích - Phương pháp thể tích trực tiếp.

ISO 352 Nhiên liệu khoáng rắn - Xác định clo - Phương pháp đốt ở nhiệt độ cao.

ISO 587 Nhiên liệu khoáng rắn - Xác định clo sử dụng hỗn hợp Eska.

TCVN 318 : 1969 (ISO 1170) Than và cốc - Tính chuyển thành phần ở những trạng thái khác nhau.

TCVN 173 : 1975 (ISO 1171) Nhiên liệu khoáng rắn - Xác định độ tro.
