

THAN		TCVN 174 - 86
Phương pháp xác định hàm lượng chất bốc và cacbon cố định		
Уголь	Coal	Có hiệu lực từ 1-1-1988
Метод определения выхода летучих веществ и углерода	Method for determina- tion of volatile matter and carbon contents	

Tiêu chuẩn này thay thế cho TCVN 174—75, áp dụng cho than nâu, than đá, antraxit và đá cháy.

1. XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT BỐC

1.1. Nguyên tắc của phương pháp

Đốt mẫu thử trong chén nung bằng sứ hay thạch anh đầy nắp kín, ở nhiệt độ $850 \pm 10^\circ\text{C}$ trong 7 phút và xác định lượng mất của mẫu thử do phần bay hơi bao gồm các chất bốc và nước, từ đó tính ra phần trăm chất bốc quy ước gọi là hàm lượng chất bốc.

1.2. Thiết bị và dụng cụ

Lò múp đốt nóng bằng điện có bộ phận điều chỉnh tự động để khống chế nhiệt độ đến $850 \pm 10^\circ\text{C}$; lò cần có các lỗ phía trước để chất bốc bay ra và ở phía sau để cắm pin nhiệt điện;

Pin nhiệt điện và điện kế để đo nhiệt độ;

Chén nung bằng sứ có nắp không tráng men, hay thạch anh có nắp mài, đường kính miệng 36 — 44 mm, đường kính đáy 18 — 24 mm, cao 36 — 44 mm;

Máy ép thí nghiệm để ép than thành viên;

Cân phân tích;

Bình hút ẩm tốt nhất là loại có khóa, dùng axit sunfuric đặc hay canxi clorua hạt làm chất hút ẩm, sau một thời gian phải thay: axit sunfuric khi khối lượng riêng thay đổi (1 tháng 1 lần khi dùng thường xuyên), canxi clorua khi bắt đầu vỡ vụn;

Cặp chén nung.

1.3. Chuẩn bị thử

Cần chuẩn bị các chén nung có nắp đậy kín khi nung mẫu. Dùng bột corinden ướt đều mài vào mặt dưới của nắp đậy sâu độ 1 mm vừa với miệng chén nung. Các chén nung và nắp phải được đánh số trước khi dùng và phải nung đến khối lượng không đổi, sau đó để nguội trong bình hút ẩm và cân trên cân phân tích cùng với nắp.

Dùng môi hay bay trộn đều mẫu phân tích đã chuẩn bị theo TCVN 1693 - 86, lấy $1 \pm 0,01$ g từ 2 - 3 vị trí khác nhau, cho vào chén nung đã cân trước, các phép cân chính xác đến 0,0002 g.

Đối với than nâu, trước lúc thử phải nén mẫu thử thành viên.

Khi xác định hàm lượng chất bốc trong than đá và antraxit nhằm mục đích phân loại than thì độ tro của mẫu thử không vượt quá 10 %. Nếu mẫu thử có độ tro lớn hơn, cần tuyển trước khi xác định hàm lượng chất bốc. Đối với mẫu than khó tuyển và antraxit việc tuyển được thực hiện trong dung dịch cacbon tetraclorea hoặc dung dịch kẽm clorua. Phần mẫu nổi trong dung dịch đưa xác định hàm lượng chất bốc.

1.4. Tiến hành thử

Khi làm thí nghiệm hàng loạt, để các chén nung có nắp đậy đã đựng mẫu và đã được cân trước vào giá rồi dùng cặp nhanh chóng đưa vào lò nung đã đốt nóng đến 850°C và đóng lò lại.

Khi để giá vào lò, nhiệt độ ban đầu của lò giảm xuống, nhưng sau 2 - 3 phút phải đạt trở lại $850 \pm 10^{\circ}\text{C}$ và 4 phút cuối cùng phải giữ ở khoảng nhiệt độ này. Trong trường hợp không được như vậy phải thử nghiệm lại.

Dùng cặp cân thận lấy giá và chén nung ra khỏi lò để nguội dần trong không khí, sau đó trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và đem cân.

Việc khảo nghiệm đơn chiếc không tiến hành trong lò múp mà trong lò nổi. Cách tiến hành giống như trên, chú ý để đáy chén nung đặt trên vòng giữ chén nằm vào vùng có nhiệt độ $850 \pm 10^{\circ}\text{C}$.

Nếu kết quả thử mẫu than đá có hàm lượng chất bốc lớn hơn 20%, phần cặn không bay hơi dạng bột bay dính bết thì phải thử nghiệm lại với mẫu ép viên.

1.5. Tính kết quả

1.5.1. Hàm lượng chất bốc của mẫu phân tích V^{pt} tính bằng % theo công thức:

Khi hàm lượng cacbon dioxit của cacbonat trong mẫu không lớn hơn 2%.

$$V^{pt} = \frac{G_1 \cdot 100}{G} - W^{pt};$$

Khi hàm lượng cacbon dioxit của cacbonat trong mẫu lớn hơn 2%.

$$V^{pt} = \frac{G_1 \cdot 100}{G} - W^{pt} - CO_2^{pt}$$

Trong đó:

- G — khối lượng mẫu, g;
- G_1 — phần giảm khối lượng của mẫu sau khi nung, g;
- W^{pt} — độ ẩm của mẫu phân tích xác định theo TCVN 172 — 75, %;

CO_2^{pt} — hàm lượng cacbon dioxit của cacbonat, %.

1.5.2. Tính chuyển kết quả ra các trạng thái tiến hành theo TCVN 318 — 69.

1.6. Sai lệch cho phép của các kết quả xác định

1.6.1. Những kết quả phải tính với độ chính xác đến 0,01 % và làm tròn đến 0,1 %.

1.6.2. Sai lệch giữa kết quả hai lần xác định song song hàm lượng chất bốc của mẫu phân tích V^{pt} làm từ một mẫu trong cùng phòng thí nghiệm không được vượt quá.

- đối với than có V^{pt} nhỏ hơn 9 % : 0,2 % ;
- đối với than có V^{pt} từ 9 đến 45 % : 0,5 % ;
- đối với than có V^{pt} lớn hơn 45 % : 1,0 % ;

Sai lệch giữa kết quả xác định chất bốc ứng với khối lượng cháy quy ước V^o làm từ một mẫu ở những phòng thí nghiệm khác nhau không được vượt quá.

- đối với than có V^o nhỏ hơn 9 % : 0,5 % ;
- đối với than có V^o từ 9 đến 45 % : 1,0 % ;
- đối với than có V^o lớn hơn 45 % : 1,5 % . ;

1.6.3. Tiến hành xác định hàm lượng chất bốc trên hai lượng cân. Khi nhận được kết quả có các sai lệch lớn hơn sai lệch cho phép thì tiến hành xác định lần thứ 3. Kết quả thử là trung bình cộng của hai lần gần nhau nhất và nằm trong giới hạn cho phép. Nếu kết quả lần thứ 3 so với một trong hai lần trên đều nằm trong giới hạn sai lệch cho phép thì kết quả lấy trung bình cộng của cả ba lần xác định.

2. XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CACBON CỐ ĐỊNH

2.1. Hàm lượng cacbon cố định trong mẫu thử tính bằng % theo công thức :

$$C_{ca}^{pt} = 100 - (W^{pt} + A^{pt} + V^{pt})$$

Trong đó:

W^{pt} — độ ẩm ứng với mẫu phân tích xác định theo TCVN 172 — 75, % ;

A^{pt} — độ tro ứng với mẫu phân tích xác định theo TCVN 173 — 75, % ;

V^{pt} — hàm lượng chất bốc ứng với mẫu phân tích xác định theo điều 1 của tiêu chuẩn này, %.
