

TCVN 6254 : 1997

ISO 331 : 1983

**THAN – XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM TRONG MẪU PHÂN TÍCH
– PHƯƠNG PHÁP TRỌNG LƯỢNG TRỰC TIẾP**

*Coal – Determination of moisture in the analysis sample
– Direct gravimetric method*

Lời nói đầu

TCVN 6254 : 1997 hoàn toàn tương đương với ISO 331 : 1983.

TCVN 6254 : 1997 do Ban kỹ thuật TCVN/TC 27 "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.

Lời giới thiệu

Than là chất hút nước, hàm lượng ẩm thay đổi theo độ ẩm của môi trường và vì vậy hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích phải được xác định khi cân các phần mẫu để xác định các chỉ số khác như chất bốc, trị số toả nhiệt toàn phần, cacbon và hidro .v.v... Nếu các phần mẫu để phân tích được cân trong cùng ngày, trong cùng khoảng thời gian và nếu được tiến hành phân tích kịp thời thì chỉ cần xác định hàm lượng ẩm một lần là đủ.

Than – Xác định hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích – Phương pháp trọng lượng trực tiếp

Coal – Determination of moisture in the analysis sample – Direct gravimetric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng ẩm của mẫu phân tích than đá, than nâu và lignit bằng phương pháp trọng lượng.

Chú thích – Các phương pháp thể tích được trình bày trong TCVN 4915 : 89 (ISO 348) và (ISO 1015).

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

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

ISO/R 1015 Than nâu và lignit – Xác định hàm lượng ẩm – Phương pháp thể tích trực tiếp.

3 Nguyên tắc

Sấy mẫu than ở 105 đến 110°C trong dòng nitrơ khô không chứa oxi và hơi nước thoát ra được thu lại trong ống hấp thụ có chứa chất hút ẩm. Phần tăng khối lượng của ống hấp thụ (sau khi trừ đi kết quả của lần xác định mẫu trắng) là hàm lượng ẩm trong mẫu than.

Chú thích – Nếu dùng biện pháp để phòng thích hợp để than khô không hút ẩm trở lại thì lượng hao hụt khối lượng mẫu có thể đo được và so sánh với mức tăng khối lượng của ống. Phương pháp này có ưu điểm là không phân biệt giữa than chứa nhiều và không chứa khí hấp thụ.

4 Hoá chất

4.1 Chất hút ẩm

Chất hút ẩm thích hợp là perclorat manhê khan (xem chú thích). Điều quan trọng là phải dùng cùng loại chất hút ẩm cả trong tháp sấy và trong ống hấp thụ bởi vì nitơ đi vào và khí đi ra khỏi hệ thống phải được làm khô ở cùng điều kiện.

Chú thích – Cần phải thận trọng khi xử lý và huỷ bỏ perclorat manhê. Phải tuân theo các quy định của nhà nước.

4.2 Nitơ

Có hàm lượng oxi lớn nhất đến 30 phần triệu (xem phụ lục A).

5 Thiết bị

Phải sử dụng cân có độ chính xác đến 0,1 mg.

5.1 Nguồn nhiệt – phải đảm bảo sao cho ống chứa mẫu bằng thủy tinh được duy trì ở nhiệt độ không đổi và đồng đều trong khoảng 105 đến 110°C. Nguồn nhiệt đốt nóng bằng điện và tủ sấy vỏ nhôm có điều chỉnh nhiệt.

5.2 Tháp sấy được nạp chất hút ẩm để làm khô dòng nitơ đi vào ống chứa mẫu.

5.3 Lưu lượng kế, có thể đo lưu lượng đủ để duy trì sự thay đổi dòng khí trong ống chứa mẫu 2 lần/phút. Nếu dùng mức giảm áp ở chỗ thất làm phương tiện đo lưu lượng thì chất lỏng trong áp kế phải là loại dầu không bốc hơi.

5.4 Ống chứa mẫu thủy tinh, dung lượng khoảng 50 ml, có nhánh thích hợp cho nitơ khô đi vào và nitơ ẩm đi ra và có khả năng chứa 1 g mẫu rải thành lớp dày đều trong ống hoặc trên thuyền đặt trong ống.

5.5 Thuyền (nếu dùng), bằng vật liệu không bị oxi hoá như thủy tinh hoặc sứ bóng.

5.6 Ống hấp thụ, có cấu tạo phù hợp và có thể chứa lượng chất hút ẩm đủ để hút toàn bộ ẩm từ dòng nitơ.

6 Chuẩn bị mẫu

Than dùng để xác định hàm lượng ẩm là mẫu phân tích đã nghiền và lọt rây cỡ lỗ 212 μm . Nếu cần thì rải mẫu thành lớp mỏng trong thời gian tối thiểu để hàm lượng ẩm đạt đến mức xấp xỉ cân bằng với môi trường phòng thí nghiệm.

Trước khi tiến hành thí nghiệm, trộn mẫu than đã làm khô không khí ít nhất 1 phút, nên trộn bằng cơ khí.

7 Cách tiến hành

Điều chỉnh lưu lượng nitơ (4.2) đi qua tháp sấy và lưu lượng kế sao cho có được sự thay đổi dòng khí trong ống chứa mẫu 2 lần/phút. Nối ống chứa mẫu rỗng vào ống hấp thụ đóng kín và vào dòng nitơ từ lưu lượng kế. Kiểm tra sự rò rỉ trong hệ thống, mở ống hấp thụ và nếu cần thì điều chỉnh lại lưu lượng.

Đặt ống chứa mẫu vào tủ sấy ở 105 đến 110°C và cho nitơ (4.2) đi qua đó trong 15 phút. Đóng ống hấp thụ, tháo rời, lấy đi và để trong buồng cân trong 20 phút. Mở nhanh ống cho cân bằng áp lực và sau đó cân chính xác đến 0,2 mg; dùng ống tương tự làm đối chứng (xem chú thích 1).

Trong khi chờ cân ống hấp thụ thì lấy ống chứa mẫu ra khỏi tủ sấy và để nguội bằng cách cho dòng nitơ khô đi qua đó. Khi đã nguội thì cân chính xác đến 0,1 mg khoảng 1 g than cho vào ống và rải thành lớp đều, không quá 0,15 g/cm².

Nối ống hấp thụ đã cân vào, kiểm tra rò rỉ như đã làm và cho dòng nitơ chạy qua, sấy mẫu lên 105°C đến 110°C.

Sau thời gian thích hợp (xem chú thích 2), đóng, tháo và cân ống hấp thụ theo trình tự đã trình bày ở đoạn hai ở trên. Ngắt dòng nitơ và đóng nhánh ra của ống chứa mẫu khi tháo ống hấp thụ. Sau khi cân, nối lại ống hấp thụ, điều chỉnh lưu lượng nitơ như trước và tiếp tục sấy.

Lập lại trình tự đó sau mỗi lần sấy trong khoảng 30 phút cho đến khi ống hấp thụ không tăng khối lượng quá 0,2 mg.

Mặt khác có thể cân than cho vào thuyền và đặt ngay vào ống chứa mẫu sau khi đã nối ống hấp thụ. Trường hợp này không cần tháo ống chứa mẫu ra khỏi tủ sấy hoặc làm nguội nó giữa các lần xác định trừ khi nó có chức năng như một cái chai có thể đóng kín khi xác định phần giảm khối lượng than (xem chú thích ở điều 3).

Chú thích

1) Khi cân ống hấp thụ có thể dùng ống tương tự làm đối chứng. Ống này được xử lý giống như ống hấp thụ chỉ khác là không cho nitơ chạy qua. Trong khi xác định, ống đối chứng được treo cạnh ống hấp thụ.

2) Đối với antraxite và than bitum thì sấy 1 giờ là đủ. Đối với lignit và than nâu thì cần sấy lâu hơn và thời gian sấy thay đổi theo các loại than khác nhau.

8 Xác định mẫu trắng

Xác định mẫu trắng được thực hiện theo đúng trình tự đã trình bày ở điều 7 nhưng không có mẫu. Mức tăng khối lượng của ống hấp thụ khi xác định mẫu trắng sẽ không lớn hơn 1 mg. Phải trừ giá trị tìm thấy khi xác định mẫu trắng ra khỏi khối lượng nước thu được trong mỗi lần xác định.

9 Biểu thị kết quả

Hàm lượng ẩm M trong than khi phân tích biểu thị bằng phần trăm khối lượng được tính theo công thức sau :

$$M = \frac{(m_2 - m_3)}{m_1} \times 100$$

trong đó

m_1 là khối lượng than được sử dụng, tính bằng gam;

m_2 là mức tăng khối lượng của ống hấp thụ trong quá trình thí nghiệm, tính bằng gam;

m_3 là mức tăng khối lượng của ống hấp thụ trong xác định mẫu trắng, tính bằng gam.

Các kết quả (thường là trung bình của các phép xác định song song, xem 10.1) sẽ được tính chính xác đến $\pm 0,1\%$.

10 Độ chính xác

Hàm lượng ẩm	Sai lệch tối đa có thể chấp nhận giữa các kết quả	
	Cùng phòng thí nghiệm (độ lặp lại)	Các phòng thí nghiệm khác nhau (độ tái lập)
	0,2% tuyệt đối	(xem 10.2)

Kết quả của các phép xác định hai lần đo cùng người tiến hành ở cùng phòng thí nghiệm với cùng loại thiết bị, trên các phần mẫu được cân trong cùng thời gian, từ cùng mẫu phân tích thì được phép sai lệch không vượt quá giá trị nêu trên.

10.1 Độ lặp lại

Kết quả của các phép xác định hai lần đo cùng người tiến hành ở cùng phòng thí nghiệm với cùng loại thiết bị, trên các phần đại diện được cân ở cùng thời gian, từ cùng mẫu phân tích thì không sai khác nhiều so với các giá trị nêu trên.

10.2 Độ tái lập

Vì những kết quả nhận được sẽ phụ thuộc vào những điều kiện độ ẩm của các phòng thí nghiệm luôn khác nhau nên sẽ không thực tế nếu dẫn ra một giá trị giới hạn để phòng theo.

Phụ lục A

(Quy định)

Bộ lọc nitơ

Nitơ dùng để thổi qua lò với khoảng trống nhỏ nhất cần rất sạch, đó là điều cốt yếu, vì chỉ cần có một lượng nhỏ oxi trong nitơ thương phẩm có thể gây ra oxi hoá do đó tạo ra kết quả thấp về số liệu hàm lượng ẩm mất khối lượng khi nung. Vì vậy cần trang bị bộ lọc nitơ chất lượng tốt. Thiết bị thích hợp mô tả ở đây có thể xử lý ít nhất 600 ml/ph dưới áp lực một vài mililit thủy ngân. Nguồn khí thường dùng là bình nitơ nén. Bộ lọc gồm một ống thạch anh dài 500 mm, đường kính trong 37 mm, chứa 1,2 kg đồng hoàn toàn nguyên dạng sợi. Ống lọc được đốt nóng bằng một lò nung thích hợp bao lấy một đoạn ống dài 380 mm và để phần ống chứa sợi đồng nhô ra khoảng 80 mm ở đầu ra, để tạo nên sự giảm nhiệt độ trong dòng khí. Đồng hoàn nguyên được nung đến 500°C. Những vết oxi cuối cùng sẽ được khử hết bởi diện tích bề mặt sợi đồng rất rộng.

Nếu cần hoàn nguyên một lượng oxit đồng nào đó tạo thành trong quá trình lọc nitơ thì cần tiến hành bằng cách cho hidro đi qua ống chứa đồng, ống được nung đến 450°C - 500°C. Nước tạo ra trong quá trình hoàn nguyên sẽ thoát ra ngoài. Trước khi sử dụng phải lấy nitơ rửa sạch ống, cho hết đồng hoàn nguyên ra khỏi ống, rửa sạch bất kỳ vật liệu kết bám nào và nạp ống trở lại.

Trường hợp không có bộ lọc thì cũng có thể dùng nguồn nitơ thương phẩm với điều kiện tỷ lệ oxi trong khí không quá 30 phần triệu.

Nitơ đã lọc, trong bất kỳ trường hợp nào cũng phải cho đi qua cột perclorat manhê để khử hết các cặn ẩm có thể có.