

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 12032:2017
ISO 2926:2013**

**NHÔM OXIT DÙNG ĐỂ SẢN XUẤT NHÔM NGUYÊN LIỆU -
PHÂN TÍCH CỠ HẠT TRONG DẢI TỪ 45 MM ĐẾN 150 MM -
PHƯƠNG PHÁP SỬ DỤNG SÀNG ĐỘT LỖ BẰNG ĐIỆN**

*Aluminium oxide used for the production of primary aluminium - Particle size analysis for the
range 45 μm to 150 μm - Method using electroformed sieves*

HÀ NỘI - 2017

Mục lục

	Trang
Lời nói đầu	4
1 Phạm vi áp dụng.....	5
2 Tài liệu viện dẫn	5
3 Nguyên tắc.....	5
4 Thiết bị, dụng cụ.....	6
5 Cách tiến hành	6
6 Tính kết quả	7
7 Báo cáo thử nghiệm	8
8 Độ chụm.....	9
Phụ lục A (tham khảo) Ví dụ về tính toán phân tích cỡ hạt	10
Phụ lục B (tham khảo) Xác định và sử dụng kích thước lỗ hiệu dụng	11
Phụ lục C (tham khảo) Kết quả chương trình thử nghiệm liên phòng	12
Phụ lục D (tham khảo) Làm sạch sàng bằng siêu âm	14
Thư mục tài liệu tham khảo.	15

Lời nói đầu

TCVN 12032:2017 hoàn toàn tương đương với ISO 2926:2013.

TCVN 12032:2017 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC47 Hóa học biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Nhôm oxit dùng để sản xuất nhôm nguyên liệu – Phân tích cỡ hạt trong dải từ 45 μm đến 150 μm – Phương pháp sử dụng sàng đột lỗ bằng điện

Aluminium oxide used for the production of aluminium – Particle size analysis for the range 45 μm to 150 μm – Method using electroformed sieves

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp sàng khô sử dụng sàng đột lỗ bằng điện để xác định sự phân bố cỡ hạt theo khối lượng của nhôm oxit dùng để sản xuất nhôm nguyên liệu.

Phương pháp này có thể áp dụng đối với nhôm oxit đã qua nung có chứa tối đa 20 % (tính theo khối lượng) hạt có đường kính trung bình lớn hơn 150 μm , và chứa tối đa 15 % (tính theo khối lượng) hạt có đường kính trung bình nhỏ hơn 45 μm .

Phương pháp này không áp dụng đối với việc sử dụng sàng lưới đan.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

ISO 3310-3, *Test sieves – Technical requirements and testing – Part 3: Test sieves of electroformed sheets. (Sàng thử nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và thử nghiệm – Phần 3: Sàng thử nghiệm làm bằng tấm đột lỗ bằng điện).*

3 Nguyên tắc

Phần mẫu thử của mẫu thô được sàng cơ học qua sàng đột lỗ bằng điện.

Cân riêng rẽ phần mẫu thử còn lại trên mỗi sàng để tính khối lượng vật liệu còn sót lại trên các sàng đó.

4 Thiết bị, dụng cụ

4.1 **Sàng thử nghiệm**, mỗi sàng bao gồm lưới sàng cỡ vừa và khung.

Khung phải ở dạng trụ đứng, có đường kính danh nghĩa 200 mm và chiều cao trong khoảng từ 50 mm đến 75 mm. Ngoài ra, cần có nắp đậy sàng và khay thu hồi phía dưới sàng. Để tạo thành bộ sàng thử nghiệm¹⁾ liên tục, các sàng, nắp đậy sàng và khay thu hồi phía dưới sàng phải được gắn khít với nhau.

Lưới sàng được chế tạo bằng cách dùng điện để đột lỗ hình vuông trên một tấm kim loại phẳng. Dung sai cỡ lỗ phải theo ISO 3310-3.

Lỗ sàng phải có kích thước danh nghĩa 150 μm , 106 μm , 75 μm , 53 μm và 45 μm . Tham khảo Phụ lục B về việc xác định kích thước hiệu dụng và giới hạn dung sai của lỗ sàng.

4.2 **Thiết bị rung cơ học**, có khả năng kẹp các sàng, nắp đậy sàng và khay thu hồi dưới sàng theo phương thẳng đứng.

Thiết bị phải truyền đồng thời đến bộ sàng sự chuyển động quay ngang theo phương ngang và tác động để búa rơi gõ theo phương thẳng đứng. Hành động kết hợp này là nguyên nhân tạo ra sự dịch chuyển đáng kể của các hạt nhôm oxit để ngăn việc kết khối nhưng không gây nên bất kỳ sự biến dạng nào của lưới sàng hoặc giảm cỡ của các hạt nhôm oxit do lắc mạnh hoặc mài mòn.

4.3 **Cân đĩa điện từ phòng thử nghiệm**, có khả năng cân sàng chính xác đến 0,01 g.

Cân có thể được lắp với khung có trọng lượng nhẹ được gắn trên đĩa cân để có thể cân trực tiếp các sàng thử nghiệm và vật chứa.

4.4 **Bàn chải**, lông mềm, mịn, rộng vài centimet.

5 Cách tiến hành

5.1 Chuẩn bị mẫu

Chia mẫu thành các phần mẫu thử bằng dụng cụ chia quay hoặc dụng cụ gạt mẫu cho đến khi thu được khối lượng theo yêu cầu.

Cân phần chia cuối cùng chính xác đến 0,01 g. Khối lượng (m_0) của phần chia cuối trong khoảng từ 45 g đến 55 g.

¹⁾ Các sàng đột lỗ bằng điện đã được chứng nhận được sản xuất bởi Precision Eforming của Cortland, New York, Hoa Kỳ, là những ví dụ về các sản phẩm thích hợp có sẵn trên thị trường. Thông tin này được đưa ra để thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn này và không phải là chỉ định của ISO cho những sản phẩm này.

5.2 Chuẩn bị sàng thử nghiệm

Chuẩn bị sàng thử nghiệm như sau.

- a) Làm sạch từng sàng thử nghiệm (4.1) theo thứ tự bằng cách đảo sàng qua hộp chứa phù hợp, chải mất lưới sàng để loại bỏ các hạt mắc kẹt và gõ nhẹ vào khung sàng để loại bỏ các hạt còn bám dính.
- b) Kiểm tra từng sàng để đảm bảo rằng mất lưới không bị đứt và các lỗ sàng không bị dính vào nhau. Khi giữ sàng hướng về nguồn sáng, các vùng ánh sáng không lọt qua sẽ có màu sẫm hơn. Nếu có hơn 10 % lưới sàng bị che lấp ánh sáng thì sàng không đủ độ sạch để sử dụng. Các phần đứt gãy lớn hơn trên sàng có thể quan sát được bằng mắt thường. Để nhìn thấy được các phần đứt gãy nhỏ hơn, cần phải phóng to. Nên sử dụng kính hiển vi lập thể để kiểm tra; quét toàn bộ khu vực lưới và các cạnh để kiểm tra đứt gãy.

CHÚ THÍCH 1: Phần lưới bị đứt gãy có thể được sửa thành công bằng cách sử dụng hàn bằng bạc hoặc bằng nhựa tổng hợp đóng rắn. Kiểm tra khu vực được sửa chữa dưới kính phóng đại trong quá trình thực hiện sửa chữa để đảm bảo phần đứt gãy đã được xử lý và mối hàn đã gắn với phần mất lưới.

CHÚ THÍCH 2: Các lựa chọn làm sạch sàng khác được đưa ra trong Phụ lục D.

5.3 Xác định

Xác định sự phân bố cỡ hạt như sau:

- a) Cân từng sàng (khối lượng m_1) trên cân đĩa điện tử (4.3) chính xác đến 0,01 g. Tương tự, cân khay thu hồi.
- b) Lắp bộ sàng thử nghiệm (4.1) vào trong thiết bị rung cơ học (4.2) theo thứ tự: đầu tiên là khay thu hồi và sau đó là các sàng với kích thước lỗ tăng dần từ dưới lên trên.
- c) Rải đều phần mẫu thử (5.1) lên trên lưới sàng trên cùng. Đóng chặt nắp sàng và đập tám phủ định vị lên trên. Hạ thấp búa đến vị trí phía trên tám phủ.
- d) Bật thiết bị rung cơ học và để hoạt động trong 30 min.
- e) Lấy sàng ra và cân từng sàng bao gồm cả phần vật liệu còn lại trên sàng, chính xác đến 0,01 g (khối lượng m_2).
- f) Tương tự cân khay thu hồi và vật liệu bên trong.

6 Tính kết quả

Tính kết quả như sau:

- a) Tính khối lượng của từng phần mẫu thử còn lại theo công thức sau

$$m_3 = m_2 - m_1 \quad (1)$$

trong đó

m_3 là khối lượng còn lại của mẫu, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng của sàng thử nghiệm và khối lượng còn lại của mẫu, tính bằng gam;

m_1 là khối lượng của sàng thử nghiệm, tính bằng gam.

Trong trường hợp mẫu thử được gom từ khay thu hồi cuối cùng, thì m_1 là khối lượng của khay thu hồi và m_2 là khối lượng của khay thu hồi có chứa mẫu bên trong.

b) Tính khối lượng sót tích lũy m_4 đối với mỗi cỡ sàng.

c) Tính khối lượng thu hồi m_5 , sử dụng công thức sau:

$$m_5 = \sum m_3$$

trong đó m_3 là khối lượng các vật liệu chứa trong mỗi sàng và khay thu hồi.

Nếu khối lượng m_5 vượt quá 0,5 g so với khối lượng phần mẫu thử ban đầu (m_0), hoặc nếu m_5 nhỏ hơn m_0 , khi đó nên phân tích phần mẫu thử khác. Thường sẽ có sự tăng về khối lượng do sự hấp thụ hơi ẩm trong quá trình thử nghiệm. Nhưng nếu có sự giảm về khối lượng thì phần lớn nguyên nhân là do sự thất thoát mẫu thử về phương diện vật lý.

d) Tính phần trăm sót tích lũy theo khối lượng cuối cùng, chính xác đến hai chữ số thập phân, m_6 đối với mỗi cỡ lỗ sàng theo công thức sau:

$$m_6 = \frac{m_4}{m_5} \times 100$$

e) Lập bảng ghi lại các giá trị của m_6 ứng với từng cỡ lỗ danh nghĩa của sàng tiếp theo. Báo cáo từng giá trị m_6 đến một chữ số thập phân.

CHÚ THÍCH 1: Điều này là cần thiết để vẽ biểu đồ đường cong phân bố tích lũy theo phần trăm khối lượng của phần lọt qua sàng và kích thước lỗ danh nghĩa của sàng tương ứng, xếp theo thứ tự giảm dần.

CHÚ THÍCH 2: Phụ lục A đưa ra ví dụ về phép tính (Bảng A.1) và báo cáo (Bảng A.2) của phân tích cỡ hạt.

7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin sau:

a) Bảng khối lượng phần trăm tích lũy được giữ lại đối với từng cỡ lỗ danh nghĩa (giá trị m_6), tính theo phần trăm khối lượng của mẫu ban đầu;

b) Viện dẫn tiêu chuẩn này, nghĩa là TCVN 12032:2017 (ISO 2926:2013);

c) Bất kỳ đặc tính bất thường nào được ghi nhận trong quá trình xác định và bất kỳ thao tác nào không bao gồm trong tiêu chuẩn này có thể có ảnh hưởng đến kết quả.

8 Độ chụm

Chương trình thử nghiệm (xem Phụ lục C) do bảy phòng thử nghiệm thực hiện trên bốn mẫu sử dụng việc trộn trước và phân chia bằng dụng cụ chia quay. Điều này chỉ ra rằng độ chụm là phụ thuộc từng phần mẫu thử và do vậy không thể bao gồm giới hạn độ chụm tổng thể. Giá trị trung bình, độ lặp lại (r) và độ tái lập (R) được xác định đối với mỗi mẫu thử từ chương trình thử nghiệm được đưa ra trong Bảng 1.

Độ chụm trung bình đối với bốn mẫu thử được đưa ra trong Bảng 1. Những giá trị trung bình này là biểu thị độ chụm có thể mong đợi từ phương pháp này nhưng người sử dụng cũng lưu ý rằng dải độ chụm có thể đối với các mẫu khác nhau như được biểu thị theo kết quả đối với bốn mẫu thử riêng.

Bảng 1 – Độ chụm đối với phân tích cỡ (tại độ tin cậy 95 %)

Giá trị trung bình tính bằng phần trăm khối lượng (tuyệt đối)

Mẫu		Phân qua sàng				
		+150 μm	+106 μm	+75 μm	+53 μm	+45 μm
S128	Giá trị trung bình	1,1	19,7	65,7	90,5	95,5
	r	0,4	1,5	2,2	1,1	0,7
	R	0,6	2,6	5,2	1,6	1,2
S129	Giá trị trung bình	3,4	22,0	57,4	82,3	90,0
	r	0,3	0,9	1,1	0,8	0,7
	R	1,1	2,3	3,0	1,9	1,1
S130	Giá trị trung bình	11,0	42,0	71,2	87,0	91,9
	r	0,8	1,6	1,9	1,5	1,1
	R	2,3	2,5	2,5	2,2	1,6
S131	Giá trị trung bình	2,7	44,1	85,7	97,6	99,2
	r	0,4	0,7	0,8	0,6	0,4
	R	1,6	3,1	1,5	1,0	0,5
Trung bình	r	0,5	1,2	1,5	1,0	0,7
	R	1,4	2,6	3,0	1,7	1,1

Những giá trị từ các kết quả của chương trình thử nghiệm được trình bày tại Phụ lục C.

Phụ lục A

(tham khảo)

Ví dụ về tính toán phân tích cỡ hạt

Bảng A.1 – Ví dụ về tính toán phân tích cỡ hạt

Lỗ sàng hoặc giã	Khối lượng của sàng hoặc giã	Khối lượng sàng + khối lượng được giữ lại	Khối lượng được giữ lại	Khối lượng tích lũy	Tích lũy được giữ lại
	m_1	m_2	m_3	m_4	m_6
μm	g	g	g	g	%
150	411,06	412,49	1,43	1,43	3,76
106	435,93	446,10	10,17	11,60	30,48
75	430,88	446,38	15,50	27,10	71,20
53	427,12	434,60	7,48	34,58	90,86
45	408,80	410,18	1,38	35,98	94,48
Giã	284,62	286,72	2,10		
Khối lượng ban đầu $m_0 = 37,81$ g					
Tổng khối lượng thu hồi được $m_5 = 38,06$ g					

Bảng A.2 – Ví dụ về báo cáo phân tích cỡ hạt

Phần qua sàng	Phần khối lượng được giữ lại (tích lũy)
	%
+150 μm	3,8
+106 μm	30,5
+75 μm	71,2
+53 μm	90,9
+45 μm	94,5

Phụ lục B

(tham khảo)

Xác định và sử dụng kích thước lỗ hiệu dụng

Lỗ sàng hiệu dụng (EA) là kích cỡ mà sàng “cắt” phân bố cỡ hạt của mẫu. Nó được xác định bằng cách sàng vật liệu chuẩn đã được chứng nhận phù hợp (CRM), tính cân nặng theo tỷ lệ qua sàng và sử dụng dữ liệu phân bố cỡ hạt của CRM để có thể suy ra EA. Sự khác biệt EA giữa các sàng có cùng cỡ lỗ danh nghĩa sẽ giải thích các độ chệch giữa chúng. Sàng có EA cao hơn sẽ mang lại tỷ lệ khối lượng được giữ lại thấp hơn. Nếu EA của sàng được so sánh, phải sử dụng cùng CRM để xác định lỗ sàng hiệu dụng của chúng do EA phụ thuộc vào CRM được sử dụng để xác định nó. EA được xác định đối với tất cả sàng được sử dụng trong theo chương trình thử nghiệm độ chụm của phương pháp này (xem Phụ lục C). Năm phòng thử nghiệm báo cáo kết quả EA của mình và kết quả này được đưa ra trong Bảng B.1.

Lỗ sàng hiệu dụng đối với sàng 45 μm nên có dung sai $\pm 2 \mu\text{m}$ của lỗ sàng danh nghĩa và lỗ sàng hiệu dụng đối với sàng 150 μm , 106 μm , 75 μm và 53 μm trong phạm vi $\pm 5 \mu\text{m}$.

Một số vật liệu được khuyến nghị đối với việc xác định lỗ sàng hiệu dụng là NIST 1004a, BCR130, NIST 1004b và NIST 1017b. Tham khảo đặc tính kỹ thuật của nhà sản xuất đối với dải cỡ.

Bảng B.1 – Kết quả phép xác định lỗ sàng hiệu dụng

Phần trăm khối lượng

Danh định	Cỡ lỗ hiệu dụng					NIST CRM
	150 μm	106 μm	75 μm	53 μm	45 μm	
Phòng thử nghiệm 1	153,8	108,5	71,6	53,0	45,6	1004b
Phòng thử nghiệm 2	153,3	107,9	74,5	51,9	44,2	1004c, 1017b
Phòng thử nghiệm 3	151,8	107,5	72,9	52,5	44,9	1004c, 1017b
Phòng thử nghiệm 4	148,5	107,0	74,8	55,8	44,6	1004b
Phòng thử nghiệm 5	153,5	108,5	80,0	56,6	44,6	1004a

Phụ lục C

(tham khảo)

Kết quả chương trình thử nghiệm liên phòng

Chương trình thử nghiệm sử dụng phương pháp này được các bên tham gia từ bảy phòng thử nghiệm tinh luyện nhôm của Úc và Canada thực hiện theo AS 2850 trên bốn nhôm tinh luyện. Các mẫu được trộn và tách sử dụng bộ chia tách quay. Giá trị trung bình giữa phòng thử nghiệm, độ lặp lại (r) và độ tái lập (R) tại độ tin cậy 95 % được đưa ra trong Bảng C.1.

Tất cả các sàng trong chương trình thử nghiệm tuân thủ với giới hạn lỗ sàng hiệu dụng khuyến nghị được nêu trong Phụ lục B.

Bảng C.1 – Kết quả chương trình thử nghiệm trên bốn alumin tinh luyện do bảy phòng thử nghiệm thực hiện

Phân trăm khối lượng

Mẫu alumin	Phòng thử nghiệm	Tỷ lệ được giữ lại trên mỗi phần				
		+150 μm	+106 μm	+75 μm	+53 μm	+45 μm
S-128	Phòng thử nghiệm 1	0,8	19,1	67,0	90,0	95,5
	Phòng thử nghiệm 2	1,0	20,4	64,6	90,6	95,7
	Phòng thử nghiệm 3	1,4	20,3	66,1	90,7	95,7
	Phòng thử nghiệm 3	1,0	19,4	63,4	89,9	96,0
	Phòng thử nghiệm 5	1,1	20,8	64,0	90,8	95,7
	Phòng thử nghiệm 6	1,2	19,8	67,1	90,8	94,8
	Phòng thử nghiệm 7	1,0	18,5	67,7	91,2	95,5
	Giá trị trung bình	1,1	19,7	65,7	90,5	95,5
	r	0,4	1,5	2,2	1,1	0,7
	R	0,6	2,6	5,2	1,6	1,2
S-129	Phòng thử nghiệm 1	3,2	21,7	58,1	81,8	89,9
	Phòng thử nghiệm 2	3,3	22,1	56,3	82,1	89,9
	Phòng thử nghiệm 3	4,1	23,0	58,6	82,7	90,1
	Phòng thử nghiệm 3	3,3	21,8	56,3	81,4	90,6
	Phòng thử nghiệm 5	3,8	23,0	56,5	82,4	89,9
	Phòng thử nghiệm 6	3,5	21,7	57,6	83,2	89,9
	Phòng thử nghiệm 7	2,9	20,9	58,2	82,7	89,5
	Giá trị trung bình	3,4	22,0	57,4	82,3	90,0
	r	0,3	0,9	1,1	0,8	0,7
	R	1,2	2,3	3,0	1,9	1,1

Bảng C.1 (kết thúc)

Phần trăm khối lượng

Mẫu alumin	Phòng thử nghiệm	Tỷ lệ được giữ lại trên mỗi phần				
		+150 μm	+106 μm	+75 μm	+53 μm	+45 μm
S-130	Phòng thử nghiệm 1	10,6	41,9	71,5	86,8	91,7
	Phòng thử nghiệm 2	10,4	41,2	70,0	86,7	91,5
	Phòng thử nghiệm 3	10,7	41,7	70,9	86,7	91,4
	Phòng thử nghiệm 3	11,4	42,3	70,9	86,4	92,1
	Phòng thử nghiệm 5	12,4	43,1	70,9	87,1	91,7
	Phòng thử nghiệm 6	11,0	42,7	72,1	88,2	92,8
	Phòng thử nghiệm 7	10,1	41,1	71,8	87,5	91,8
	Giá trị trung bình	11,0	42,0	71,2	87,0	91,9
	r	0,8	1,6	1,9	1,5	1,1
	R	2,3	2,5	2,6	2,2	1,6
S-131	Phòng thử nghiệm 1	2,1	42,6	85,5	97,6	99,3
	Phòng thử nghiệm 2	2,2	44,3	85,7	97,7	99,2
	Phòng thử nghiệm 3	2,9	44,5	85,4	97,5	99,1
	Phòng thử nghiệm 3	2,9	44,0	85,2	97,0	99,3
	Phòng thử nghiệm 5	3,6	45,1	85,6	97,9	99,1
	Phòng thử nghiệm 6	2,8	45,4	86,2	98,0	99,5
	Phòng thử nghiệm 7	2,1	42,8	86,5	97,8	99,1
	Giá trị trung bình	2,7	44,1	85,7	97,6	99,2
	r	0,4	0,7	0,8	0,6	0,4
	R	1,6	3,1	1,5	1,0	0,5

Phụ lục D

(tham khảo)

Làm sạch sàng bằng siêu âm

Lỗ sàng bị bịt kín bởi các hạt mịn, chài sàng có thể không hiệu quả để loại bỏ được những hạt này. Làm sạch bằng siêu âm là phương thức hiệu quả để loại bỏ những hạt này.

Để làm sạch sàng bằng siêu âm, ngâm sàng theo hướng thẳng đứng trong bồn siêu âm chứa nước hoặc nước có chất hoạt động bề mặt phù hợp hoặc 50 % dung dịch nước isopropanol. Kích hoạt siêu âm trong khoảng 10 s đến 15 s cho đến khi lỗ sàng được làm sạch. Bồn siêu âm năng lượng cao có thể làm lưới sàng bị tổn hại, sử dụng cài đặt ở chế độ năng lượng thấp làm sạch nếu có. Không nên làm sạch bằng siêu âm thường xuyên do sẽ làm tổn hại đến sàng như đã được báo cáo theo các điều kiện làm sạch bằng siêu âm.

Sau khi siêu âm hóa, rửa sàng bằng nước không chưng cất hoặc nước khử ion hóa và làm khô trong tủ ấm (40 °C đến 60 °C).

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] AS 2850, *Chemical analysis – Interlaboratory test programs – For determining precision of analytical method(s) – Guide to the planning and conduct* (Phân tích hóa học – Chương trình thử nghiệm liên phòng thử nghiệm – Xác định độ chụm của phương pháp phân tích – Hướng dẫn lên kế hoạch và thực hiện)
- [2] AS 2879.6-1995, *Alumina – Determination of the mass distribution of particle sizes using electroformed sieves* (Nhôm oxit – Xác định sự phân bố cỡ hạt theo khối lượng sử dụng sàng đột lỗ bằng điện)
-