

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 12033:2017
ISO 17500:2006**

**NHÔM OXIT DÙNG ĐỂ SẢN XUẤT NHÔM NGUYÊN LIỆU -
XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ MÀI MÒN**

Aluminium oxide used for the production of primary aluminium - Determination of attrition index

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.....	5
5 Xử lý và chuẩn bị mẫu	7
6 Cách tiến hành	7
7 Tính toán và báo cáo kết quả.....	12
8 Độ chụm.....	12
9 Kiểm soát chất lượng	12
10 Báo cáo thử nghiệm	13
Phụ lục A (tham khảo) Kết quả chương trình thử nghiệm	14
Thư mục tài liệu tham khảo	15

Lời nói đầu

TCVN 12033:2017 hoàn toàn tương đương với ISO 17500:2006.

TCVN 12033:2017 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 – Xác định chỉ số mài mòn

Aluminium oxide used for the production of primary aluminium – Determination of attrition index

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định chỉ số mài mòn của nhôm nhiệt luyện.

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).

TCVN 12032:2017 (ISO 2926:2005), *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.*

3 Nguyên tắc

Sử dụng luồng khí tốc độ cao với các điều kiện kiểm soát của thiết bị xác định chỉ số mài mòn để mài mòn phần mẫu thử. Dòng chảy trong thiết bị được hiệu chuẩn bằng nhôm oxit chuẩn. Phân bố cỡ hạt được xác định trước và sau mài mòn. Chỉ số mài mòn được tính bằng phần trăm tương đối của mức độ giảm cỡ hạt lớn hơn 45 μm trong các điều kiện thử xác định.

4 Thiết bị, dụng cụ

4.1 Thiết bị xác định chỉ số mài mòn

Thiết bị lắp ráp điển hình được thể hiện ở Hình 1 bao gồm:

a) Cột

Thực nghiệm cho thấy, các cột thủy tinh, nhôm và thép không gỉ có chiều dài 1500 mm đến 1600 mm và đường kính trong 25 mm là phù hợp. Các cột có phần trên đường kính lớn hơn nhằm

giảm thiểu sự cuốn bụi cũng thích hợp để sử dụng. Cũng có thể sử dụng cột ngắn hơn (chiều dài 700 mm) và đường kính trên 64 mm. Tuy nhiên trong bất kỳ trường hợp nào, các cột cải tiến phải có đường kính trong là 25 mm duy trì trong khoảng chiều dài tối thiểu là 200 mm tính từ tấm lỗ. Đồng thời, các cột này còn phải được chế tạo với phần chuyển tiếp vót thon trơn mịn giữa các phần nối để đảm bảo nhôm oxit không bị giữ ở phần trên của cột. Các cột cũng có thể được gắn kèm với dụng cụ gỡ mẫu tự động theo thời gian để việc gỡ cột gỡ mẫu được thuận tiện [xem 6.2 f)].

b) Tấm lỗ và tổ hợp

Tổ hợp tấm lỗ giữ và gắn tấm lỗ vào phần tâm đế của cột. Tấm lỗ có một lỗ tròn đường kính (400 ± 15) μm xuyên qua một vật liệu cứng. Tấm lỗ điển hình và hướng chuẩn của nó được thể hiện ở Hình 2.

Sự thay đổi lưu lượng do biến đổi nhỏ về kích thước giữa các tấm lỗ được khắc phục bằng cách hiệu chuẩn bằng nhôm oxit chuẩn.

c) Bộ lọc bụi và tổ hợp

Tổ hợp bộ lọc bụi giữ và gắn bộ lọc bụi lên phía trên cùng của cột. Tốt nhất là tổ hợp bao gồm bộ lọc để cho phép đo lưu lượng tiếp theo vào khí quyển, sao cho lưu lượng có thể được kiểm soát nhằm đảm bảo rằng lưu lượng được duy trì trong suốt thời gian thử nghiệm.

CHÚ THÍCH: Ống Soxhlet xenlulo, có đường kính trong 43 mm và chiều dài 123 mm, cho thấy là một bộ lọc phù hợp.

d) Phép đo dòng và thiết bị kiểm soát

Phép đo dòng và thiết bị kiểm soát phải bao gồm các bộ phận đo và kiểm soát dòng không khí, chính xác đến 0,1 l/min, tại lưu lượng vận hành (thường từ 5 L/min đến 8 L/min).

4.2 Cân

Cân phân tích có khả năng cân 100 g, chính xác đến 0,01 g.

4.3 Thiết bị đo cỡ hạt

Sàng đột lỗ bằng điện và dụng cụ như được xác định trong TCVN 12032 (ISO 2926). Đối với kỹ thuật định cỡ thay thế, xem chú thích tại 6.3.

4.4 Dụng cụ tách mẫu

Tốt nhất là sử dụng dụng cụ chia quay để có được mẫu đại diện.

4.5 Cung cấp nitơ hoặc không khí khô

Hệ thống điều chỉnh có khả năng cung cấp áp suất ổn định, điển hình trong dải 400 kPa đến 800 kPa.

4.6 Hộp chứa mẫu

Có khả năng gắn kín được và có dung tích từ 60 mL đến 125 mL.

4.7 Nhôm oxit chuẩn

Có giá trị chỉ số mài mòn đã được chứng nhận.

CHÚ THÍCH: Vật liệu chuẩn phù hợp có sẵn theo chuẩn Úc - (ASCRM 025).

5 Xử lý và chuẩn bị mẫu

5.1 Nhôm oxit chuẩn

Đối với phép xác định chỉ số mài mòn và phân tích cỡ hạt, nhôm oxit chuẩn phải được chia thành các phần từ 50 g đến 60 g.

5.2 Mẫu thử

Mẫu thử phải được cân bằng trạng thái ở điều kiện môi trường phòng thử nghiệm bằng cách phơi tãi trong phòng với độ dày tối đa là 5 mm trong khoảng thời gian ít nhất 2 h. Sau đó mẫu thử phải được phân chia thành các phần 50 g đến 60 g để dùng cho chỉ số mài mòn và phân tích cỡ hạt. Ngay sau khi phân chia, để mẫu vào trong hộp (4.6) và đậy kín.

6 Cách tiến hành

6.1 Hiệu chuẩn dòng

Sử dụng một vài phần nhôm oxit chuẩn để xác định tốc độ dòng hiệu chuẩn (F_c) cần thiết để tạo ra giá trị chỉ số mài mòn chuẩn. F_0 phải được sử dụng liên tiếp để phân tích mẫu thử. Quy trình xác định F_0 như sau:

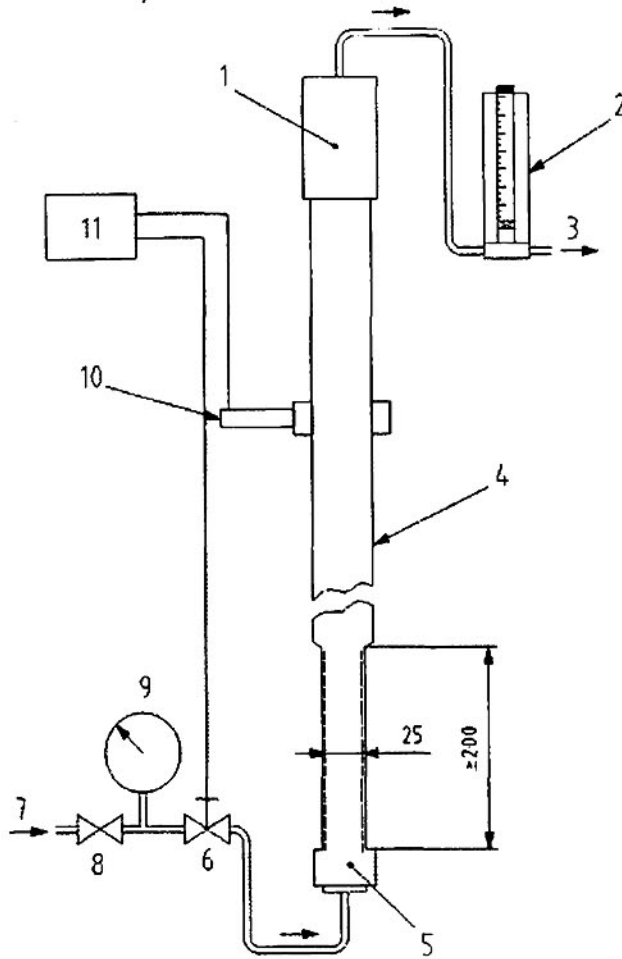
- Xác định phần trăm cỡ hạt lớn hơn 45 μm của nhôm oxit chuẩn khi chưa bị mài mòn theo 6.3. Thực hiện phép xác định này ba lần lặp. Giá trị trung bình của ba phép xác định được sử dụng để tính chỉ số mài mòn của tất cả các phần hiệu chuẩn.
- Cân sáu phần 50 g \pm 0,5 g nhôm oxit chuẩn, sử dụng cân (4.2) và ghi lại khối lượng thực chính xác đến 0,01 g (m_1).
- Mài mòn phần đầu tiên trong sáu phần của nhôm oxit chuẩn theo 6.2 c) đến i) và xác định phần trăm cỡ hạt lớn hơn 45 μm của vật liệu đã bị mài mòn. Sử dụng tốc độ dòng chảy danh định trong dải 5 L/min đến 8 L/min.
- Tính chỉ số mài mòn của phần đầu tiên của nhôm oxit chuẩn theo Điều 7.

- e) Sử dụng kết quả ban đầu này, mài mòn thêm ba phần nhôm oxit chuẩn tại các tốc độ dòng khác nhau, xác định phần trăm cỡ hạt lớn hơn 45 μm của từng phần và tính chỉ số mài mòn của từng phần. Chọn tốc độ dòng sao cho:
- 1) Giá trị chỉ số mài mòn được xác định lớn hơn và nhỏ hơn giá trị chuẩn đề xuất; và
 - 2) Sự chênh lệch giữa tốc độ dòng tối thiểu và tối đa ít nhất là 1,0 L/min, nhưng phải nhỏ hơn 3,0 L/min.
- f) Vẽ biểu đồ chỉ số mài mòn so với tốc độ dòng đối với bốn phần và bao gồm đường xu hướng tuyến tính phù hợp nhất. Bỏ sung thanh sai số 5 % dọc theo trục y tại các điểm dữ liệu. Nếu một thanh sai số của điểm dữ liệu không nằm trên đường xu hướng chung, khi đó cần tiến hành phân tích lại đối với tốc độ dòng tương ứng đó. Sử dụng biểu đồ để xác định tốc độ dòng hiệu chuẩn (F_c) được yêu cầu để đạt được chỉ số mài mòn của nhôm oxit chuẩn. Hình 3 thể hiện mẫu hiệu chuẩn điển hình.

CHÚ THÍCH: Chỉ số mài mòn đã được biểu thị không là hàm tuyến tính của dòng, tuy nhiên, tuyến tính được giả định đối với dải hẹp của tốc độ dòng được sử dụng hiệu chuẩn.

- g) Sử dụng hai phần còn lại, lặp lại quy trình mài mòn [6.2 c] đến i]] hai lần tại tốc độ dòng hiệu chuẩn. Xác định phần trăm cỡ hạt lớn hơn 45 μm của từng phần và tính chỉ số mài mòn của từng phần. Giá trị trung bình của những kết quả này nên có giá trị chỉ số mài mòn chuẩn $\pm 0,8$. Nếu không đạt được giá trị này, khi đó dụng cụ phải được kiểm tra và hiệu chuẩn lại.

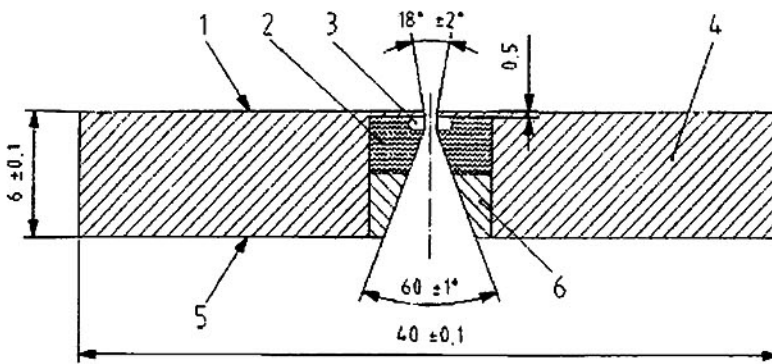
CHÚ THÍCH: Độ chụm $\pm 0,8$ ở trên xuất phát từ $(r\sqrt{2})$, nghĩa là độ lặp lại của phương pháp (xem Bảng 1) như đã áp dụng phép xác định hai lần lặp lại.

**CHÚ DẪN**

- | | |
|---|--------------------------------|
| 1 tổ hợp lọc bụi | 6 van mở/tắt |
| 2 đồng hồ đo dòng | 7 không khí nén khô hoặc ni tơ |
| 3 không khí | 8 van điều khiển dòng |
| 4 đường kính mở rộng tùy chọn để giảm thiểu bụi, giảm tổng độ cao | 9 đồng hồ áp suất khí cấp vào |
| 5 tổ hợp tấm lọc | 10 dụng cụ gỡ mẫu |
| | 11 thiết bị bấm giờ |

CHÚ THÍCH: Dụng cụ gỡ mẫu tự động là tùy chọn.

Hình 1 – Thiết bị mài mòn điển hình

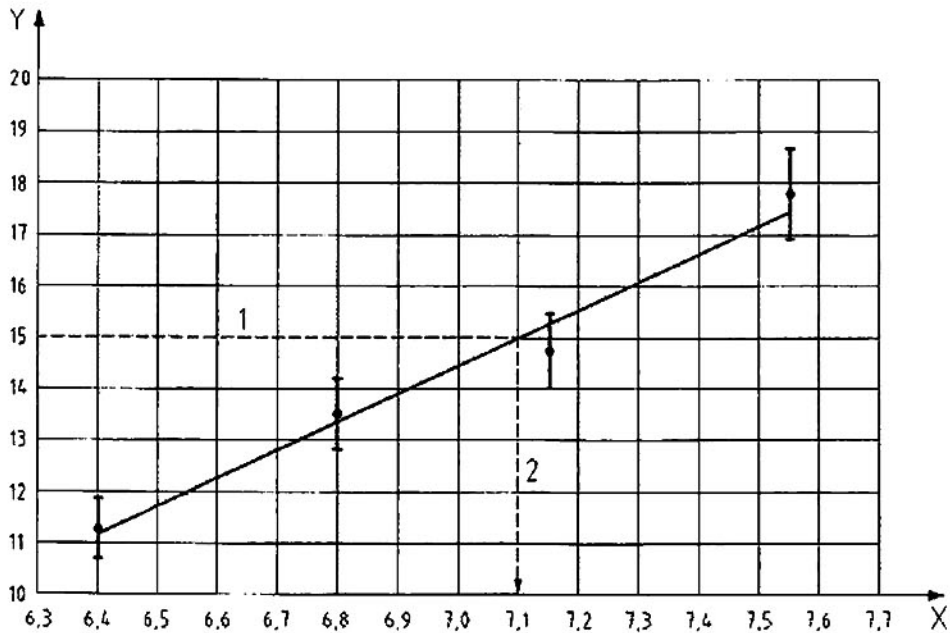
**CHÚ DẪN**

1 đỉnh	4 bộ
2 epoxy	5 đáy
3 lỗ hình thoi	6 chốt

CHÚ THÍCH 1: Bộ và chốt: thép không gỉ 40 mm x 6 mm

CHÚ THÍCH 2: Lỗ: 0,400 mm ± 2 μm (được cung cấp bởi Balloffet) - khoan laze bằng kim cương tự nhiên.

Hình 2 – Tầm đọc lỗ điển hình

**CHÚ DẪN**

X	tốc độ dòng (L/min)	1	giá trị chuẩn
Y	chỉ số mài mòn	2	tốc độ dòng hiệu chuẩn (Fc)

Hình 3 – Chỉ số mài mòn của vật liệu chuẩn so với tốc độ dòng

6.2 Quy trình mài mòn đối với mẫu thử và nhôm oxit chuẩn

Quy trình mài mòn phải được thực hiện như sau :

- Xác định phần trăm cỡ hạt lớn hơn 45 μm của phần mẫu không mài mòn sử dụng phương pháp được mô tả ở 6.3.
- Cân 50 g \pm 0,5 g nhôm oxit, sử dụng cân (4.2) và ghi lại khối lượng thực tế chính xác đến 0,01 g (m_1).
- Thiết lập thiết bị mài mòn không có bộ phận thu gom bụi.
- Sử dụng phễu, cho phần mẫu này từ từ vào ống mài mòn, giảm tối thiểu thất thoát bụi. Lắp lại bộ phận thu gom bụi.
- Kích hoạt cung cấp không khí, cài đặt tốc độ dòng và bắt đầu thiết bị đếm giờ. Tốc độ dòng, khi xác định F_0 sử dụng nhôm oxit chuẩn, phải như được mô tả trong 6.1 c) và e), và đối với mẫu thử phải là tốc độ dòng hiệu chuẩn (F_0). Tốc độ dòng phải được duy trì trong \pm 0,1 L/min của tốc độ cài đặt trong suốt quá trình thử nghiệm.
- Gõ cột ít nhất 3 min một lần để gỡ nhôm oxit dính vào cột.

CHÚ THÍCH: Thiết bị gỡ mẫu theo thời gian tự động tùy chọn có thể được gắn vào cột

Sau đúng 15 min, tắt nguồn cung cấp khí và dừng thiết bị đếm giờ.

- Chuyển định lượng các chất có trong bộ thu gom bụi và ống mài mòn vào hộp mẫu (4.6). Loại bỏ bất kỳ vật liệu nào ở trong dụng cụ và bổ sung vào hộp.
- Xác định tổng khối lượng vật liệu được thu hồi đến \pm 0,01 g. Xem phần tiếp theo nếu khối lượng nhiều hơn 0,5 g so với khối lượng ban đầu (m_1).

Khối lượng thu hồi được sẽ ít hơn khối lượng ban đầu (m_1) do thất thoát hơi ẩm. Thông thường, hao hụt khối lượng này sẽ nhỏ hơn 0,5 g nhưng đối với mẫu có hàm lượng hơi ẩm cao, hao hụt này có thể cao hơn đáng kể. Cần cẩn trọng để đảm bảo rằng hao hụt khối lượng không phải do thất thoát phần hạt mịn hoặc thu hồi không hoàn toàn vật liệu từ dụng cụ.

- Xác định phần trăm cỡ hạt lớn hơn 45 μm sau mài mòn, sử dụng phương pháp giống như đối với mẫu chưa bị mài mòn trong 6.3

Nếu quy trình định cỡ yêu cầu lấy mẫu phụ, vật liệu mài mòn trước tiên phải được đồng nhất bằng cách cho qua sàng có cỡ lỗ 200 μm đến 500 μm (để làm vỡ những khối vật liệu mịn kết tụ) và sau đó nhào trộn.

6.3 Phân tích sự phân bố cỡ hạt

Xác định phần trăm cỡ hạt lớn hơn 45 μm nhôm oxit theo TCVN 12032 (ISO 2926).

TCVN 12033:2017

CHÚ THÍCH: Có thể sử dụng các phương pháp phân tích sự phân bố cỡ hạt khác, miễn là có thể chứng minh rằng các phương pháp đó có kết quả chỉ số mài mòn có thể so sánh được với kết quả đạt được khi xác định cỡ hạt theo TCVN 12032 (ISO 2926).

7 Tính toán và báo cáo kết quả

Chỉ số mài mòn (I_A) được tính như sau:

$$I_A = \frac{w_b - w_a}{w_b} \times \frac{100}{1}$$

trong đó

I_A chỉ số mài mòn;

w_b là phần trăm tính theo khối lượng của cỡ hạt lớn hơn 45 μm trước khi mài mòn;

w_a là phần trăm tính theo khối lượng của cỡ hạt lớn hơn 45 μm sau khi mài mòn.

Kết quả phải được báo cáo đến một chữ số thập phân.

8 Độ chụm

Chương trình thử nghiệm của phương pháp trong tiêu chuẩn này được thực hiện theo AS 2850^[2]. Từ kết quả của chương trình này, độ lặp lại trong phòng thử nghiệm (r) và độ tái lập giữa các phòng thử nghiệm (R) đạt được mức tin cậy 95 % được đưa ra trong Bảng 1.

CHÚ THÍCH: Kết quả của chương trình thử nghiệm được nêu trong Phụ lục A.

Bảng 1 – Dữ liệu chụm đối với chỉ số mài mòn

Độ lặp lại (r)	Độ tái lập (R)
1,2	3,3

9 Kiểm soát chất lượng

Nếu dụng cụ được cải biến và đặc biệt nếu tám lỗ thay đổi khi đó phải tiến hành hiệu chuẩn lại theo quy định tại 6.1.

Nên thường xuyên chạy các chuẩn nội và nếu các chuẩn nội vượt quá các giới hạn kiểm soát thì khi đó phải kiểm tra các thiết bị, dụng cụ. Nếu cần thiết, phải thực hiện các hiệu chuẩn đồng bằng cách sử dụng nhôm oxit chuẩn.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm thông tin sau:

- a) Nhận dạng mẫu thử;
- b) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- c) Chỉ số mài mòn của mẫu (chỉ số này được báo cáo không có đơn vị);
- d) Ngày thử nghiệm.

Phụ lục A
(tham khảo)

Kết quả chương trình thử nghiệm

Chương trình thử nghiệm của phương pháp trong tiêu chuẩn này được thực hiện theo AS 2850^[2]. Alcan DWS 92 với giá trị chỉ số mài mòn 15,0 được sử dụng là nhôm oxit hiệu chuẩn dòng để duy trì tính truy nguyên với các hiệu chuẩn sớm hơn. Phân tích bốn mẫu nhôm oxit nhiệt luyện từ các nhà máy luyện khác nhau. Kết quả của phép thử ba lần lặp lại được 8 phòng thử nghiệm cung cấp. Dữ liệu độ chụm trong phòng thử nghiệm (r) và giữa các phòng thử nghiệm (R) (tại giới hạn độ tin cậy 95 %) và giá trị chỉ số mài mòn trung bình được tính từ kết quả được đưa ra trong Bảng A.1 cũng như độ chụm tổng thể.

Bảng A.1 – Dữ liệu độ chụm đạt được sử dụng mẫu thử

Mẫu thử	Chỉ số mài mòn trung bình	Độ lặp lại (abs)	
		r	R
S-120	5,2	1,0	3,3
S-121	26,0	1,5	3,7
ASCRM 025	18,8	1,1	3,8
ALU-11	11,4	1,0	2,1
Tổng thể		1,2	3,3

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 11654:2016 (ISO 802:1976), *Nguyên liệu nhôm oxit dùng để sản xuất nhôm – Chuẩn bị và bảo quản mẫu thử*
- [2] 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 – Xác định độ chụm của phương pháp phân tích – Hướng dẫn lập kế hoạch và thực hiện)*
-