

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 13652:2023

ISO 18122:2015

Xuất bản lần 1

NHIÊN LIỆU SINH HỌC RẮN - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO

Solid biofuels - Determination of ash content

HÀ NỘI - 2023

Mục lục

Lời nói đầu	4
1 Phạm vi áp dụng	5
2 Tài liệu viện dẫn	5
3 Thuật ngữ và định nghĩa	5
4 Nguyên tắc.....	6
5 Dụng cụ và thiết bị	6
6 Chuẩn bị mẫu.....	7
7 Quy trình	7
8 Biểu thị kết quả	8
9 Đặc tính thử nghiệm.....	9
10 Báo cáo thử nghiệm.....	9
Thư mục tài liệu tham khảo.....	10

TCVN 13652:2023

Lời nói đầu

TCVN 13652:2023 hoàn toàn tương đương ISO 18122:2015.

TCVN 13652:2023 do Viện Khoa học Lâm nghiệp Việt Nam biên soạn, Bộ Nông nghiệp và Phát triển nông thôn đề nghị, Tổng Cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Nhiên liệu sinh học rắn - Xác định hàm lượng tro

Solid biofuels - Determination of ash content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng tro của viên nén gỗ và các loại nhiên liệu sinh học rắn khác.

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 phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

ISO 16559, *Solid biofuels - Terminology, definitions and descriptions* (Nhiên liệu sinh học rắn - Thuật ngữ, định nghĩa và mô tả)

ISO 18134-3, *Solid Biofuels - Determination of moisture content - Oven dry method - Part 3: Moisture in general analysis sample* (Nhiên liệu sinh học rắn - Xác định độ ẩm - Phương pháp cân sấy - Phần 3: Độ ẩm trong mẫu phân tích chung)

ISO 18135, *Solid Biofuels - Sampling* (Nhiên liệu sinh học rắn - Lấy mẫu)

ISO 14780, *Solid Biofuels - Sample preparation* (Nhiên liệu sinh học rắn - chuẩn bị mẫu)

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Tiêu chuẩn này sử dụng một số thuật ngữ và định nghĩa trong ISO 16559 và các thuật ngữ và định nghĩa sau.

3.1

Cỡ danh nghĩa lớn nhất (nominal top size)

Cỡ của mắt sàng trong đó ít nhất 95 % khối lượng của vật liệu lọt qua.

3.2

Mẫu phòng thí nghiệm (laboratory sample)

Mẫu kết hợp hoặc mẫu phụ của mẫu kết hợp sử dụng trong phòng thí nghiệm.

TCVN 13652:2023

3.3

Mẫu thử (test sample)

Mẫu được gửi đến phòng thí nghiệm để phân tích.

3.4

Phần mẫu thử (test portion)

Mẫu được lấy ra từ mẫu thử và được sử dụng trong quá trình phân tích.

3.5

Mẫu phân tích chung (general analysis sample)

Mẫu phụ của mẫu phòng thí nghiệm có cỡ danh nghĩa lớn nhất bằng hoặc nhỏ hơn 1 mm và được sử dụng cho một số phân tích hóa học và vật lý.

4 Nguyên tắc

Hàm lượng tro được xác định bằng cách tính khối lượng còn lại của mẫu sau khi được gia nhiệt trong môi trường không khí dưới các điều kiện kiểm soát nghiêm ngặt về thời gian, khối lượng mẫu và các thông số kỹ thuật của thiết bị được kiểm soát đến nhiệt độ là (550 ± 10) °C.

Thiết bị tự động (ví dụ như máy phân tích trọng lượng) có thể được sử dụng khi phương pháp được hiệu chuẩn với các mẫu sinh khối đối chứng của loại nhiên liệu sinh khối thích hợp. Thiết bị tự động phải đáp ứng tất cả các yêu cầu đưa ra trong Điều 7 liên quan đến kích thước mẫu, quy trình gia nhiệt, áp suất, nhiệt độ, và độ chính xác của cân.

CHÚ THÍCH: Sự chênh lệch về hàm lượng tro nếu được xác định ở nhiệt độ cao hơn 815 °C, theo [1] so với nhiệt độ 550 °C được giải thích thông qua sự phân hủy của muối cacbonat tạo thành CO₂ do hao hụt của các hợp chất vô cơ dễ bay hơi cơ và sự oxy hóa các hợp chất vô cơ (đến trạng thái oxy hóa cao hơn).

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Đĩa

Bảng vật liệu trơ ví dụ sứ, silica, hoặc platin. Đĩa có kích thước sao cho lượng mẫu thử đưa vào không vượt quá 0,1 g/cm² diện tích đáy.

CHÚ THÍCH: Nếu lượng mẫu thử đưa vào vượt quá 0,1 g/cm² diện tích đáy thì có nguy cơ đốt cháy không hoàn toàn (ở lớp dưới của mẫu) hoặc sự hấp thụ CO₂ ở lớp tro trên cùng (như CaCO₃) của các mẫu giàu canxi (như gỗ nguyên).

5.2 Lò nung

Có khả năng cung cấp nhiệt đồng đều trong lò tại nhiệt độ yêu cầu và đạt tới nhiệt độ này trong khoảng thời gian nhất định. Hệ số trao đổi không khí qua lò nung phải đảm bảo không được thiếu lượng oxy cần thiết để đốt cháy trong quá trình gia nhiệt.

CHÚ THÍCH: Hệ số trao đổi không khí cần khoảng từ 5 đến 10 lần thay đổi không khí trong 1 giờ.

5.3 Cân

Có độ chính xác đến 0,1 mg.

5.4 Bình hút ẩm và chất hút ẩm

Cần có bình hút ẩm cùng với chất hút ẩm thích hợp để ngăn mẫu thử hút ẩm từ không khí.

CẢNH BÁO - Tro từ nhiên liệu sinh học rắn có khả năng hút ẩm rất cao và có nguy cơ ẩm trong chất hút ẩm có thể bị hấp thụ vào trong mẫu. Do đó, chất hút ẩm phải được kiểm tra thường xuyên và sấy khô nếu cần. Ngoài ra, sử dụng các nắp đậy các đĩa trong bình hút ẩm để ngăn cản sự hấp thụ ẩm.

6 Chuẩn bị mẫu

Mẫu để xác định hàm lượng tro phải được lấy phù hợp với ISO 18135. Từ mẫu phòng thí nghiệm, mẫu phân tích chung được chuẩn bị phù hợp với ISO 14780 và có cỡ hạt danh nghĩa lớn nhất nhỏ hơn hoặc bằng 1 mm.

6.1 Cỡ mẫu

Lượng mẫu phân tích chung phải đủ cho việc xác định hàm lượng tro và độ ẩm.

6.2 Ổn định mẫu

Việc xác định hàm lượng tro cũng phải được thực hiện

- a) Trực tiếp trên một phần mẫu thử của mẫu phân tích chung, bao gồm cả việc đồng thời xác định độ ẩm của một phần mẫu thử tương tự phù hợp với ISO 18134-3, hoặc
- b) Từ một phần mẫu thử của mẫu phân tích chung đã được sấy khô sử dụng quy trình sấy như khi xác định độ ẩm của phần mẫu thử và được giữ tuyệt đối khô trước khi cân để xác định hàm lượng tro (phần mẫu thử phải được giữ trong bình kín và đặt trong bình hút ẩm có chất hút ẩm).

CHÚ THÍCH: Đối với một số nhiên liệu sinh học rắn, có thể cần chuẩn bị một mẫu phân tích chung với kích thước danh nghĩa lớn nhất nhỏ hơn 1 mm (ví dụ 0,25 mm) nhằm đảm bảo độ chính xác đã được chỉ ra.

7 Cách tiến hành

7.1 Ổn định đĩa thử nghiệm

Đưa đĩa không chứa mẫu thử vào lò nung và gia nhiệt đến nhiệt độ $(550 \pm 10) ^\circ\text{C}$ trong khoảng thời gian ít nhất là 60 min. Lấy đĩa ra khỏi lò nung, để đĩa nguội trên tấm chịu nhiệt trong khoảng thời gian từ 5 min đến 10 min sau đó đưa đĩa vào bình hút ẩm có chất hút ẩm và để nguội đến nhiệt độ môi trường. Khi đĩa đã nguội thì tiến hành cân đĩa chính xác đến 0,1 mg và ghi lại khối lượng.

CHÚ THÍCH 1: Một số đĩa có thể được ổn định cùng một lúc.

CHÚ THÍCH 2: Đối với việc xác định hàm lượng tro ở $815 ^\circ\text{C}$, xem [1].

TCVN 13652:2023

7.2 Ổn định mẫu phân tích chung

Mẫu phân tích chung phải được trộn một cách cẩn thận trước khi cân phần mẫu thử. Lượng mẫu thử tối thiểu là 1 g được dàn đều trên bề mặt đáy đĩa. Cân khối lượng đĩa và phần mẫu thử chính xác đến 0,1 mg và ghi lại khối lượng. Nếu mẫu thử nghiệm đã được sấy khô trước đó, cả đĩa và mẫu thử nghiệm phải được sấy lại ở nhiệt độ 105 °C và sau đó được cân như một biện pháp phòng ngừa sự hút ẩm trở lại.

CHÚ THÍCH: Nếu hàm lượng tro được dự đoán là rất thấp, sử dụng phần thử nghiệm có kích thước lớn hơn (với một đĩa lớn hơn) để đảm bảo độ chính xác.

7.3 Tro hóa phần mẫu thử

Đặt đĩa vào lò nung và tiến hành gia nhiệt phù hợp với chế độ như sau:

- Tăng nhiệt độ lò nung đều đến nhiệt độ 250 °C trong khoảng thời gian từ 30 min đến 50 min (tốc độ gia nhiệt là 4,5 °C/min đến 7,5 °C/min), duy trì nhiệt độ ở mức này trong khoảng thời gian 60 min để các chất bay hơi bay khỏi phần mẫu thử trước khi cháy.

- Tiếp tục tăng nhiệt lò nung đều đến (550 ± 10) °C trong khoảng thời gian là 30 min (tốc độ tăng nhiệt là 10 °C/min, duy trì nhiệt độ này trong thời gian ít nhất là 120 min.

7.4 Cân

Lấy đĩa ra khỏi lò nung để nguội trên tấm chịu nhiệt trong khoảng thời gian từ 5 min đến 10 min sau đó đưa vào bình hút ẩm có chất hút ẩm và để nguội đến nhiệt độ phòng. Cân đĩa cùng với lượng tro chính xác đến 0,1 mg và ghi lại khối lượng. Tính hàm lượng tro của phần mẫu thử được miêu tả chi tiết theo Điều 8.

7.5 Tro hóa hoàn toàn mẫu thử

Nếu có bất cứ sự nghi ngờ nào về việc đốt cháy không hoàn toàn (ví dụ phát hiện có muối bằng mắt thường) đưa đĩa cùng tro vào lò nung, nung lại ở nhiệt độ 550 °C thêm 30 min cho đến khi sự thay đổi về khối lượng không quá 0,5 mg.

Để cải thiện quá trình đốt, nhỏ thêm các giọt nước nguyên chất hoặc dung dịch Ammonium nitrat vào mẫu trước khi đưa lại vào lò nung (ở nhiệt độ môi trường) và sau đó gia nhiệt lại đến (550 ± 10) °C, giữ ở nhiệt độ này thêm 30 min cho đến khi sự thay đổi về khối lượng không quá 0,5 mg.

Ít nhất 02 mẫu xác định phải được thực hiện cho mẫu phân tích chung.

8 Biểu thị kết quả

Hàm lượng tro ở trạng thái khô, A_d của mẫu phân tích được tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức (1)

$$A_d = \frac{(m_2 - m_1)}{(m_2 - m_1)} \times 100 \times \frac{100}{100 - M_{ad}} \quad (1)$$

Trong đó:

- m_1 là khối lượng của đĩa không có mẫu, tính bằng gam;
- m_2 là khối lượng của đĩa và phần mẫu thử, tính bằng gam;
- m_3 là khối lượng của đĩa và tro, tính bằng gam;
- M_{ad} là độ ẩm của mẫu thử, tính bằng %

Kết quả được lấy đến hai chữ số thập phân. Báo cáo kết quả chính xác đến 0,1 % khối lượng.

9 Đặc tính thử nghiệm

9.1 Độ lặp lại

Kết quả của hai lần thử nghiệm (được thực hiện trong một thời gian ngắn, nhưng không đồng thời) tiến hành trong cùng một phòng thí nghiệm, do cùng một người thao tác, trên cùng một thiết bị cho hai phần mẫu thử đại diện lấy từ cùng một mẫu phân tích, sẽ không được chênh lệch lớn hơn giá trị ghi ở Bảng 1.

9.2 Độ tái lập

Giá trị trung bình các kết quả của hai lần thử nghiệm, được thực hiện ở hai phòng thí nghiệm độc lập, trên các mẫu thử đại diện lấy từ một mẫu phân tích, sẽ không được chênh lệch lớn hơn giá trị ghi ở Bảng 1, xem tài liệu tham khảo [2].

Bảng 1 – Độ lặp lại và độ tái lập đối với tro

Hàm lượng tro % khối lượng	Chênh lệch lớn nhất cho phép giữa các kết quả	
	Giới hạn độ lặp lại	Giới hạn độ tái lập
< 1 %	0,1 % giá trị tuyệt đối	0,2 % giá trị tuyệt đối
> 1 %	10 % giá trị tương đối	20 % giá trị tương đối

10 Báo cáo thử nghiệm

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

- a) Nhận biết tên phòng thử nghiệm và ngày thử nghiệm;
- b) Nhận biết sản phẩm (mẫu) được thử nghiệm;
- c) Viện dẫn tiêu chuẩn này, ví dụ TCVN 13652:2023 (ISO 18122);
- d) Kết quả thử nghiệm ở trạng thái khô (dành cho tiêu chuẩn này, kết quả thử nghiệm bao gồm cả trạng thái mẫu khi tính toán, được chỉ ra ở Điều 8);
- e) Bất kỳ đặc điểm bất thường được ghi lại trong quá trình thử nghiệm có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- f) Bất kỳ sai khác nào so với tiêu chuẩn này hoặc các thao tác trong quá trình thử nghiệm được coi là tùy chọn.

Thư mục tài liệu tham khảo

[1] ISO 1171, *Solid mineral fuels - Determination of ash: Nhiên liệu khoáng rắn - Xác định tro*

[2] Bionorm II Validation round robin report. Task 11.2 deliverable D II.2 - 6 Austrian Research Institute for Chemistry and Technology Vienna, October 2009
