

TCVN 4919 : 2007

ISO 687 : 2004

Xuất bản lần 2

**NHIÊN LIỆU KHOÁNG RẮN – CỐC –
XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM TRONG MẪU PHÂN TÍCH CHUNG**

*Solid mineral fuels – Coke –
Determination of moisture in general analysis test sample*

HÀ NỘI – 2007

Lời nói đầu

TCVN 4919 : 2007 thay thế TCVN 4919 – 89.

TCVN 4919 : 2007 hoàn toàn tương đương với ISO 687 : 2004.

TCVN 4919 : 2007 do Tiểu ban Kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC27/SC3 *Nhiên liệu khoáng rắn – Than* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lời giới thiệu

Xác định độ ẩm trong mẫu phân tích chung là cần thiết để hiệu chỉnh các kết quả của một phép xác định cụ thể, ví dụ chất bay hơi và nước, đối với các ảnh hưởng của nước trong phép xác định và cho phép các phép xác định được hiệu chỉnh về trạng thái khô.

Vì cốc hút ẩm, độ ẩm của cốc sẽ thay đổi theo sự thay đổi theo độ ẩm của không khí, do đó phải xác định hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích chung cho tất cả các phần mẫu cân, dùng cho các phép phân tích khác. Nếu các phần mẫu thử dùng cho các phép phân tích khác được cân tại cùng một thời điểm thì một phép xác định hàm lượng ẩm là đủ để tiến hành hiệu chỉnh các phép phân tích này.

Nhiên liệu khoáng rắn – Cốc – Xác định độ ẩm trong mẫu phân tích chung

Solid mineral fuels – Coke – Determination of moisture in the general analysis test sample

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định độ ẩm trong mẫu phân tích chung của cốc. Có thể áp dụng phương pháp này để xác định độ ẩm trong cốc lò cao, cốc lò đúc, và các sản phẩm các bon hoá nhiệt độ cao khác.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết cho việc 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 (nếu có).

ISO 1213-2 : 1992 Solid mineral fuels – Vocabulary – Part 2: Terms relating to sampling, testing and analysis (Nhiên liệu khoáng rắn – Từ vựng – Phần 2: Thuật ngữ liên quan đến lấy mẫu, thử nghiệm và phân tích).

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa nêu trong ISO 1213-2 : 1992.

4 Nguyên tắc

Mẫu cốc có khối lượng xác định được sấy trong không khí ở nhiệt độ từ 120 °C đến 200 °C và duy trì ở nhiệt độ này đến khối lượng không đổi. Hàm lượng ẩm được tính theo lượng mất về khối lượng của cốc. Cốc không có khả năng oxy hoá trong điều kiện nêu trên.

TCVN 4919 : 2007

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,1 mg.

5.2 Tủ sấy, có khả năng kiểm soát nhiệt độ từ 120 °C đến 200 °C và được cung cấp bằng dòng không khí hoặc nitơ.

5.3 Chén cân, nông, bằng thủy tinh hoặc bằng kim loại không bị ăn mòn, có nắp đậy kín khí với kích thước sao cho lớp cốc không vượt quá 0,20 g/cm³.

5.4 Bình làm nguội, ví dụ bình hút ẩm, không dùng chất làm khô, có một miếng sứ hoặc một tấm kim loại, tốt nhất là bằng nhôm hoặc đồng. Bình có thể được cấp dòng không khí hoặc nitơ thổi qua trong suốt chu kỳ làm nguội

6 Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu cốc dùng để xác định độ ẩm là mẫu thử phân tích chung (xem ISO 1213-2 : 1992). Đảm bảo độ ẩm của mẫu cân bằng với độ ẩm môi trường phòng thí nghiệm mà mẫu tiếp xúc, nếu cần rải mẫu thành lớp mỏng trong thời gian ngắn để cân bằng độ ẩm.

Trước khi xác định, trộn đều mẫu thử đã chuẩn bị ít nhất là một phút, tốt nhất là trộn bằng máy.

7 Cách tiến hành

Cân chén cân chưa có mẫu cùng với nắp khô, chính xác đến 0,1 mg. Cho 1 g ± 0,1 g mẫu cốc rải đều và cân lại. Sấy chén cân không đậy nắp trong tủ sấy ở nhiệt độ từ 120 °C đến 200 °C.

Khi kết thúc chu kỳ sấy, lấy chén cân với mẫu khô ra khỏi tủ sấy và ngay lập tức đậy nắp lại. Nếu cỡ tủ sấy cho phép, có thể đậy nắp lại khi chén cân vẫn nằm trong tủ sấy. Đặt chén cân lên tấm kim loại dày để nguội khoảng 10 phút. Ở cuối chu kỳ làm nguội 10 phút, chuyển đĩa vào bình làm nguội (5.4) và để nguội đến nhiệt độ phòng, Ngay khi đạt đến nhiệt độ phòng, cân lại chính xác đến 0,1 mg.

CHÚ THÍCH 1 Nếu bình làm nguội bằng dòng không khí hoặc dòng nitơ, có thể chuyển đĩa trực tiếp lên tấm kim loại mà không cần làm nguội.

Nếu có sự nghi ngờ trong quá trình sấy, sấy lại ở 120 °C đến 200 °C thêm khoảng hơn 30 phút cho đến khi khối lượng thay đổi không quá 1 mg.

Đối với từng tủ sấy cụ thể, thời gian cần để đảm bảo khối lượng không đổi được kiểm tra xác nhận qua thực nghiệm.

CHÚ THÍCH 2 Thông thường sấy trong khoảng 4 giờ là đủ.

Thời gian để tiến hành xác định sẽ ngắn hơn nhiều nếu tiến hành sấy ở nhiệt độ 320 °C trong khí nitơ, thông thường sấy trong khoảng 1 giờ là đủ. Đối với quy trình này, sử dụng tủ sấy có khoang trống nhỏ nhất.

Nếu thích hợp, có thể sấy ở nhiệt độ thấp hơn, ví dụ 105 °C đến 110 °C như đối với than đá. Thời gian cần để đảm bảo khối lượng không đổi có thể kiểm tra xác nhận qua thực nghiệm.

8 Biểu thị kết quả

Độ ẩm trong mẫu cốc phân tích, M_A , biểu thị bằng phần trăm khối lượng, tính theo công thức sau

$$M_A = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100$$

trong đó

m_1 là khối lượng của chén cân sạch và nắp, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng của chén cân, nắp và mẫu cốc trước khi sấy, tính bằng gam;

m_3 là khối lượng của chén cân, nắp và mẫu cốc sau khi sấy, tính bằng gam.

Kết quả là giá trị trung bình của hai lần xác định, chính xác đến 0,1 %.

9 Độ chụm

9.1 Giới hạn độ lặp lại

Kết quả của các phép xác định song song (thực hiện trong một thời gian ngắn, nhưng không đồng thời) trong cùng một phòng thí nghiệm, do cùng một người thao tác, trên cùng một thiết bị, trên hai phần mẫu thử đại diện lấy từ cùng một mẫu phân tích, không được chênh nhau quá các giá trị ghi trong Bảng 1.

9.2 Chênh lệch tới hạn của độ tái lập

Vì độ ẩm trong các phòng thí nghiệm rất khác nhau, do vậy sẽ không thực tế nếu quy định một giá trị giới hạn đối với độ tái lập.

Bảng 1 – Độ chụm của phép xác định độ ẩm

Chênh lệch lớn nhất cho phép giữa các kết quả	
Giới hạn độ lặp lại	Chênh lệch tới hạn của độ tái lập
0,2 % giá trị tuyệt đối	Xem điều 9.2

TCVN 4919 : 2007

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm gồm các nội dung sau:

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - b) nhận dạng mẫu thử;
 - c) các kết quả của phép xác định;
 - d) ngày, tháng tiến hành xác định.
-