

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 172:2019

Xuất bản lần 2

THAN ĐÁ – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ẨM TOÀN PHẦN

Hard coal – Determination of total moisture

HÀ NỘI - 2019

Lời nói đầu

TCVN 172:2019 thay thế TCVN 172:2011

TCVN 172:2019 tương đương có sửa đổi với ISO 589:2008.

TCVN 172:2019 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC27
Nhiên liệu khoáng rắn biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường
Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

TCVN 172:2019**Lời giới thiệu**

Hàm lượng ẩm là một thông số quan trọng đối với chất lượng của than.

Hàm lượng ẩm của than không phải là một giá trị tuyệt đối và những điều kiện xác định hàm lượng ẩm phải được tiêu chuẩn hoá. Các kết quả thu được theo những phương pháp khác nhau quy định ở đây phải so sánh được trong phạm vi giới hạn dung sai.

Khi xác định hàm lượng ẩm toàn phần của than đá phải quan tâm chặt chẽ với việc lấy mẫu. Vì thế tiêu chuẩn này có mối quan hệ khăng khít với bộ ISO 13909, *Hard coal and coke – Mechanical sampling (Than đá và cốc – Lấy mẫu cơ giới)* và TCVN 1693 (ISO 18283) *Than đá và cốc – Lấy mẫu thủ công*.

Một vấn đề quan trọng của việc chuẩn bị mẫu thử để xác định hàm lượng ẩm là nguy cơ của độ chệch do sự hao hụt vô ý của hàm lượng ẩm. Điều này phụ thuộc vào sự kín khít của vật chứa mẫu, mức hàm lượng ẩm trong mẫu, các điều kiện môi trường, loại than, các quy trình chia và giảm mẫu được sử dụng. Các nội dung này được nêu chi tiết trong ISO 13909-4 hoặc TCVN 1693 (ISO 18283).

Phụ thuộc vào khối lượng, kích thước danh nghĩa lớn nhất và sử dụng những điều kiện thuận lợi trong lấy mẫu, có thể làm khô mẫu ngay sau khi lấy mẫu (khô không khí), sau đó làm giảm cỡ hạt và chuẩn bị mẫu thử để xác định hàm lượng ẩm của mẫu khô không khí. Hoặc cách khác là chuyển toàn bộ mẫu đến phòng thử nghiệm và xác định hàm lượng ẩm toàn phần.

ISO 589:2008 *Than đá – Xác định hàm lượng ẩm toàn phần*, tại Điều 9 độ chụm của phương pháp qui định giới hạn lặp lại và giới hạn tái lập của hàm lượng ẩm giai đoạn thứ hai và hàm lượng ẩm toàn phần. TCVN 172:2019 thay đổi qui định giới hạn lặp lại và giới hạn tái lập theo các dải hàm lượng ẩm toàn phần để phù hợp với yêu cầu thực tế.

Điều**Sửa đổi****9 Độ chụm**

thay thế nội dung Bảng 1 như sau:

Hàm lượng ẩm toàn phần % (khối lượng)	Giới hạn lặp lại	Giới hạn tái lập
Nhỏ hơn hoặc bằng 13 %	0,3 %	0,5 % giá trị tuyệt đối
Lớn hơn 13 % đến bằng 23 %	0,5 %	1/20 của kết quả trung bình
Lớn hơn 23 %	0,5 %	1,5 % giá trị tuyệt đối

Giải thích: TCVN 172:2019 sửa đổi độ chênh lệch tới hạn độ tái lập giữa các phòng thử nghiệm và quy định dải hàm lượng ẩm toàn phần của than cho phù hợp với quy định kỹ thuật và thực tế sản xuất kinh doanh than tại Việt Nam.

Than đá – Xác định hàm lượng ẩm toàn phần

Hard coal – Determination of total moisture

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định hai phương pháp xác định hàm lượng ẩm toàn phần của than đá, phương pháp hai giai đoạn và phương pháp một giai đoạn. Đối với cả hai phương pháp, có sự lựa chọn giữa làm khô trong không khí và làm khô trong môi trường nitơ. Phụ thuộc vào cấp than, có thể có sự chênh lệch mang tính hệ thống giữa các kết quả thu được bằng cách sử dụng các phương pháp khác nhau trên các phần mẫu nhỏ của cùng một mẫu. Phương pháp sử dụng môi trường khí nitơ phù hợp với tất cả các loại than đá; phương pháp làm khô trong môi trường không khí chỉ phù hợp với loại than đá không bị oxy hoá.

CHÚ THÍCH: Rất khó định nghĩa thuật ngữ “không bị oxy hoá”. Thông thường, than thuộc phẩm cấp cao (như than antraxit) không bị oxy hoá dưới điều kiện mô tả trong tiêu chuẩn này. Đối với các loại than khác có thể kiểm tra xác nhận thông qua các thí nghiệm.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết khi 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 bản sửa đổi (nếu có).

TCVN 1693 (ISO 18283), *Than đá và cốc – Lấy mẫu thủ công*.

TCVN 11152 (ISO 11722), *Nhiên liệu khoáng rắn – Than đá – Xác định hàm lượng ẩm trong mẫu thử phân tích chung bằng cách làm khô trong nitơ*.

ISO 1213-2, *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).

ISO 13909-1:2001, *Hard coal and coke – Mechanical sampling – Part 1: General introduction* (Than đá và cốc – Lấy mẫu cơ giới – Phần 1: Giới thiệu chung).

ISO 13909-2:2001, *Hard coal and coke – Mechanical sampling – Part 2: Coal – Sampling from moving streams* (Than đá và cốc – Lấy mẫu cơ giới – Phần 2: Than – Lấy mẫu từ dòng chuyển động).

TCVN 172:2019

ISO 13909-3:2001, *Hard coal and coke – Mechanical sampling – Part 3: Coal – Sampling from stationary lots* (Than đá và cốc – Lấy mẫu cơ giới – Phần 3: Than – Lấy mẫu từ lô tĩnh).

ISO 13909-4:2001, *Hard coal and coke – Sampling – Part 4: Coal – Preparation of test samples* (Than đá và cốc – Lấy mẫu – Phần 4: Than – Chuẩn bị mẫu thử).

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa được quy định trong ISO 1213-2.

4 Nguyên tắc

4.1 Phương pháp A - Phương pháp hai giai đoạn

4.1.1 Phương pháp A 1 - Làm khô trong môi trường nitơ ở giai đoạn thứ hai

Mẫu được làm khô trong không khí ở nhiệt độ xung quanh hoặc ở nhiệt độ nâng cao không quá 40 °C (giai đoạn thứ nhất hoặc ẩm ngoài) và ghi lại sự hao hụt khối lượng. Mẫu làm khô trong không khí được nghiền đến kích thước danh nghĩa lớn nhất là 2,8 mm sau đó được làm khô tại nhiệt độ 105 °C đến 110 °C trong tủ sấy có dòng nitơ (giai đoạn thứ hai hoặc giai đoạn hàm lượng ẩm còn lại).

CHÚ THÍCH: Hàm lượng ẩm còn lại thường được gọi là hàm lượng ẩm của mẫu khô không khí.

Điều này được chứng minh theo kết quả thu được khi xác định hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích theo TCVN 11152 (ISO 11722), đã cho kết quả tương tự như khi xác định hàm lượng ẩm ở giai đoạn hai. Hàm lượng ẩm được tính từ lượng hao hụt khối lượng tại một trong hai giai đoạn.

4.1.2 Phương pháp A 2 - Làm khô trong không khí

Mẫu được làm khô trong không khí ở nhiệt độ xung quanh hoặc ở nhiệt độ nâng cao không quá 40 °C (giai đoạn thứ nhất hoặc ẩm ngoài) và ghi lại sự hao hụt khối lượng. Mẫu làm khô trong không khí được nghiền đến kích thước danh nghĩa lớn nhất là 2,8 mm sau đó được làm khô tại nhiệt độ từ 105 °C đến 110 °C (giai đoạn thứ hai hoặc hàm lượng ẩm còn lại).

Hàm lượng ẩm được tính từ hao hụt khối lượng tại từng giai đoạn.

CHÚ THÍCH: Phương pháp này chỉ phù hợp đối với than đá không bị oxy hoá.

4.2 Phương pháp B - Phương pháp một giai đoạn

4.2.1 Phương pháp B 1 - Làm khô trong môi trường nitơ

Mẫu được đập đến kích thước danh nghĩa lớn nhất là 11,2 mm hoặc 10 mm. Sau đó được làm khô trong tủ sấy có dòng nitơ ở nhiệt độ từ 105 °C đến 110 °C. Hàm lượng ẩm được tính theo lượng hao hụt khối lượng.

4.2.2 Phương pháp B 2 - Làm khô trong không khí

Mẫu được đập đến kích thước danh nghĩa lớn nhất là 11,2 mm hoặc 10 mm. Sau đó được làm khô ở nhiệt độ từ 105 °C đến 110 °C. Hàm lượng ẩm được tính từ lượng hao hụt khối lượng.

CHÚ THÍCH: Phương pháp này chỉ phù hợp đối với than đá không bị oxy hoá.

5 Thuốc thử

Nitơ, khô, có hàm lượng oxy nhỏ hơn 30 µl/L.

CHÚ THÍCH: Loại nitơ bán sẵn có hàm lượng nước nhỏ hơn 5 µl/L không cần phải làm khô thêm.

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 Phương pháp A

6.1.1 Tủ sấy, dùng cho phép xác định hàm lượng ẩm ở giai đoạn thứ nhất, có khả năng kiểm soát nhiệt độ từ 30 °C đến 40 °C và có tốc độ khí đủ nhanh để thay đổi khí (ví dụ 5 lần một giờ). Tốc độ khí phải đảm bảo sao cho hạt mẫu không bị bay ra khỏi khay đựng mẫu.

6.1.2 Tủ sấy có dòng nitơ, dùng cho phép xác định hàm lượng ẩm ở giai đoạn thứ hai, có khả năng kiểm soát nhiệt độ từ 105 °C đến 110 °C, đảm bảo cho dòng nitơ khô đi qua với tốc độ dòng khí đủ để thay đổi khí trong tủ sấy khoảng 15 lần thể tích tủ sấy trong một giờ. Tốc độ khí phải đảm bảo sao cho hạt mẫu không bị bay ra khỏi khay đựng mẫu.

6.1.3 Tủ sấy, dùng cho phép xác định hàm lượng ẩm ở giai đoạn thứ hai, có khả năng kiểm soát nhiệt độ từ 105 °C đến 110 °C, với tốc độ khí đủ nhanh để thay đổi khí (ví dụ 5 lần thể tích tủ sấy trong một giờ). Tốc độ khí phải đảm bảo sao cho hạt mẫu không bị bay ra khỏi khay đựng mẫu.

6.2 Phương pháp B

6.2.1 Tủ sấy có dòng nitơ, phương pháp B 1, có khả năng kiểm soát nhiệt độ từ 105 °C đến 110 °C, đảm bảo cho dòng nitơ khô đi qua với tốc độ đủ để thay đổi khí trong tủ sấy khoảng 15 lần thể tích trong một giờ. Tốc độ khí phải đảm bảo sao cho hạt mẫu không bị bay ra khỏi khay đựng mẫu.

TCVN 172:2019

6.2.2 Tủ sấy, phương pháp B 2, có khả năng kiểm soát nhiệt độ từ 105 °C đến 110 °C, có tốc độ không khí đủ nhanh để thay đổi không khí (ví dụ 5 lần thể tích tủ sấy trong một giờ). Tốc độ khí phải đảm bảo sao cho hạt mẫu không bị bay ra khỏi khay đựng mẫu.

6.3 Phương pháp A và B

6.3.1 Khay cân, làm bằng vật liệu chịu nhiệt và không bị ăn mòn, có kích thước đủ để chứa lớp than không quá 1 g/cm².

6.3.2 Đĩa cân, dùng các bình thấp bằng thủy tinh, silicat, hoặc bằng vật liệu không bị ăn mòn và có nắp đậy kín, có kích thước đủ để chứa lớp than không quá 0,3 g/cm².

6.3.3 Thiết bị làm giảm cỡ hạt (tới 11,2 mm và 2,8 mm) không làm hao hụt hàm lượng ẩm nhiều.

6.3.4 Cân, có độ chính xác đến 0,1 g.

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

6.3.6 Dụng cụ chia mẫu, ví dụ: máng chia mẫu.

7 Mẫu

7.1 Quy định chung

Phụ thuộc vào khối lượng, kích thước danh nghĩa lớn nhất và các điều kiện sẵn có khi lấy mẫu, có thể làm khô mẫu (khô không khí) ngay sau khi lấy mẫu, sau đó giảm cỡ hạt (đập/nghiền các hạt to) và chuẩn bị mẫu thử để xác định hàm lượng ẩm của mẫu khô không khí ("xử lý tại chỗ"). Hoặc cách khác là chuyển toàn bộ mẫu đến phòng thử nghiệm và xác định hàm lượng ẩm toàn phần.

7.2 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Lấy mẫu cơ giới theo ISO 13909-1, ISO 13909-2 và ISO 13909-3, hoặc lấy mẫu thủ công theo TCVN 1693 (ISO 18283). Việc chuẩn bị mẫu tại chỗ/trên hiện trường áp dụng theo ISO 13909-4 hoặc TCVN 1693 (ISO 18283).

CHÚ THÍCH: Nếu thuận lợi, có thể lấy mẫu để xác định hàm lượng ẩm từ mẫu chung cho các phép phân tích chung và phân tích xác định hàm lượng ẩm (xem ISO 13909-4) hoặc TCVN 1693 (ISO 18283).

7.3 Phòng ngừa sự hao hụt hàm lượng ẩm

Một trong các khó khăn chính khi xác định hàm lượng ẩm toàn phần là việc giảm thiểu các thay đổi về hàm lượng ẩm trong khi chuẩn bị mẫu cuối cùng. Mọi sự phòng ngừa phải được xem xét để giảm thiểu sự thay đổi hàm lượng ẩm do việc sử dụng vật chứa không phù hợp và do sự bay hơi trong quá trình bảo quản, đặc biệt nếu than quá ướt. Tất cả các mẫu để xác định hàm lượng ẩm