

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11656:2016

ISO 806:2004

NGUYÊN LIỆU NHÔM OXIT DÙNG ĐỂ SẢN XUẤT NHÔM - XÁC ĐỊNH KHỐI LƯỢNG HAO HỤT Ở NHIỆT ĐỘ 300 ĐỘ C VÀ 1000 ĐỘ C

Aluminium oxide primarily used for the production of aluminium - Determination of loss of mass at 300 degrees C and 1 000 degrees C

Lời nói đầu

TCVN 11656:2016 hoàn toàn tương đương với ISO 806:2004.

TCVN 11656:2016 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.

NGUYÊN LIỆU NHÔM OXIT DÙNG ĐỂ SẢN XUẤT NHÔM - XÁC ĐỊNH KHỐI LƯỢNG HAO HỤT Ở NHIỆT ĐỘ 300 ĐỘ C VÀ 1000 ĐỘ C

Aluminium oxide primarily used for the production of aluminium - Determination of loss of mass at 300 degrees C and 1 000 degrees C

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định khối lượng hao hụt khi gia nhiệt nhôm oxit ở nhiệt độ 300 °C và khối lượng hao hụt thêm khi nung ở nhiệt độ 1000 °C. Theo quy ước công nghiệp, những hao hụt khối lượng này thường được quy về “hàm lượng ẩm (MOI)” và “mất khi nung (LOI)”.

Phương pháp này thích hợp với mẫu nhôm oxit đã được nung, có khối lượng hao hụt nằm trong dải từ 0,2% đến 5% ở nhiệt độ 300 °C và từ 0,1% đến 2% ở nhiệt độ 1000 °C.

Phương pháp này quy định phép xác định MOI thực tế và LOI trong mẫu nhôm oxit đã qua xử lý trên nền mẫu “như đã nhận”. Để cải thiện độ chụm của phép phân tích, trong trường hợp các kết quả của mẫu “như đã nhận” ban đầu không được yêu cầu, các mẫu có thể để “cân bằng trong không khí” trước khi tiến hành phân tích. “Cân bằng trong không khí” có thể ảnh hưởng lớn đến các kết quả MOI và thay đổi đáng kể các kết quả LOI. Quy trình “cân bằng trong không khí” và các ảnh hưởng của nó được nêu tại Phụ lục A.

Các phương pháp công cụ cũng được thảo luận.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên 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).

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 xây dựng kế hoạch và thực hiện).

3 Nguyên tắc

Phần mẫu thử của nhôm oxit được sấy ở nhiệt độ 300 °C trong 2 h và khối lượng hao hụt được xác định từ sự chênh lệch về khối lượng. Sau đó phần mẫu thử được tiếp tục nung ở nhiệt độ 1000 °C trong 2 h và xác định khối lượng hao hụt thêm khi nung.

4 Chất hút ẩm

CẢNH BÁO: Do nguy cơ nổ nên không được hoàn nguyên magie perchlorat bằng cách sấy trong tủ sấy. Magie perchlorat và phospho pentoxit đều nguy hại và phải tham khảo thông tin an toàn vật liệu thích hợp.

Phải sử dụng một trong các chất hút ẩm sau:

a) Phospho pentoxit;

b) Nhôm oxit đã hoạt hóa;

c) Magie perclorat.

Nếu nhôm oxit được sử dụng làm chất hút ẩm thì nó phải được hoạt hóa mới bằng cách gia nhiệt ở $300\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 12 h và sau đó được làm nguội trong bình hút ẩm ít nhất 4 h trước khi sử dụng. Nhôm oxit phải được hoạt hóa hàng ngày.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Bình hút ẩm chân không (xem Hình 1), gồm một bộ tản nhiệt bằng nhôm oxit (5) có các hốc định vị cho bốn chén và khay chứa chất hút ẩm.

Hình 2 trình bày thiết kế thích hợp cho bộ tản nhiệt. Một khay kim loại có đường kính khoảng 150 mm, chiều sâu khoảng 30 mm và chứa khoảng 250 g chất hút ẩm là phù hợp. Bình hút ẩm nên có kích thước như vậy để không khí lưu thông không bị gặp trở ngại (xem cấu hình phù hợp ở Hình 1). Đầu vào của nắp bình hút ẩm cũng nên được lắp với bẫy ẩm chứa chất hút ẩm dạng hạt.

5.2 Chén platin có nắp đậy, dung tích 25 mL, đường kính khoảng 35 mm và chiều sâu khoảng 40 mm.

5.3 Tủ sấy điện, có khả năng kiểm soát nhiệt độ ở $(300 \pm 2)\text{ }^{\circ}\text{C}$ được trang bị tuần hoàn không khí cơ học.

CHÚ THÍCH: Tủ sấy dùng đối lưu với không khí tự nhiên không kiểm soát được nhiệt độ quy định.

5.4 Lò nung điện, có khả năng kiểm soát nhiệt độ ở $(1000 \pm 10)\text{ }^{\circ}\text{C}$

5.5 Cân, có khả năng cân chính xác đến 0,0001 g.

5.6 Thiết bị đo nhiệt trọng lượng, nếu yêu cầu (xem Điều 11)

6 Xử lý mẫu và chuẩn bị mẫu

Nhôm oxit dùng để sản xuất nhôm là hỗn hợp nhiều pha, đa số các pha là hoạt tính và hút ẩm nhanh từ môi trường khí quyển. Do vậy, cần phải rất thận trọng để hạn chế tiếp xúc với không khí.

Ngay sau khi thu gom mẫu, bọc mẫu trong hộp kín. Để lại khoảng trống trong hộp để có thể lắc trộn mẫu. Nếu các mẫu không được chuẩn bị ngay và hạn chế tiếp xúc với môi trường phòng thử nghiệm, thì sẽ nhận được các giá trị không chính xác về hàm lượng ẩm và khối lượng hao hụt khi nung trên nền mẫu "như đã nhận".

Xoay, lật hộp mẫu để đảo trộn mẫu trước khi phân tích. Lấy phần mẫu thử ra và bọc kín ngay sau khi lấy. Không sử dụng bất kỳ kỹ thuật lấy mẫu phụ thêm hoặc kỹ thuật đảo trộn liên quan đến việc bỏ mẫu ra ngoài hộp chứa.

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị chén và nắp

Chuẩn bị chén và nắp như sau:

a) Gia nhiệt chén và nắp trong lò (5.4) ở $(1000 \pm 10)\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 15 min.

b) Lấy chén và nắp ra khỏi lò, đặt vào trong bình hút ẩm (5.1) và để nguội trong 10 min.

c) Cân chén và nắp rồi ghi lại khối lượng, chính xác đến 0,0001 g (m_1).

7.2 Xác định khối lượng hao hụt ở 300 °C (hàm lượng ẩm)

Xác định khối lượng hao hụt ở 300 °C như sau:

a) Chuyển phần mẫu thử ($5 \pm 0,5$) g từ mẫu thử vào chén, đậy nắp, cân và ghi tổng khối lượng chính xác đến 0,0001 g (m_2).

b) Chuyển ngay chén có phần mẫu thử vào tủ sấy (5.3). Lấy nắp ra khỏi chén và đặt vào trong bình hút ẩm hoặc để trong tủ sấy. Để tủ trở lại nhiệt độ làm việc $(300 \pm 2)\text{ }^{\circ}\text{C}$ và giữ nhiệt độ này trong 120 min.

c) Lấy chén ra khỏi tủ sấy, đặt trong bộ tản nhiệt trong bình hút ẩm (5.1), đậy nắp bình hút ẩm. Ngay sau đó, rút khí bình hút ẩm và để nguội trong 10 min.

d) Xả từ từ chân không trong bình hút ẩm qua bẫy ẩm không làm xáo trộn phần mẫu thử. Cân ngay chén và nắp, ghi lại khối lượng chính xác đến 0,0001 g (m_3).

Hạn chế tiếp xúc không khí ở mức thấp nhất, ví dụ trong khi mở nắp hoặc trong khi cân, để tránh các phần mẫu thử đã sấy bị hấp thụ ẩm nhanh.

7.3 Xác định khối lượng hao hụt ở 1000 °C (mất khi nung)

Xác định khối lượng hao hụt ở 1000 °C như sau:

a) Chuyển chén đáy nắp có chứa phần mẫu thử đã sấy khô (xem 7.2) vào lò (5.4). Lấy nắp ra khỏi chén và đặt trong bình hút ẩm hoặc trong lò. Để lò trở lại nhiệt độ làm việc $(1000 \pm 10) ^\circ\text{C}$. Giữ nhiệt độ này trong 120 min.

b) Lấy chén ra khỏi lò, đặt trong bộ tản nhiệt trong bình hút ẩm (5.1), đáy nắp bình hút ẩm. Ngay sau đó, rút khí bình hút ẩm và để nguội trong 30 min.

c) Xả từ từ chân không trong bình hút ẩm qua bể ẩm không làm xáo trộn phần mẫu thử. Cân ngay chén và nắp, ghi lại khối lượng chính xác đến 0,0001 g (m_4)

Hạn chế tiếp xúc với không khí ở mức thấp nhất, ví dụ trong khi mở nắp hoặc trong khi cân, để tránh các phần mẫu thử đã sấy bị hấp thụ ẩm nhanh.

8 Tính kết quả

Tính khối lượng hao hụt ở 300 °C, w_{300} , bằng phần trăm khối lượng theo công thức (1)

$$W_{300} = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \quad (1)$$

trong đó

m_1 là khối lượng của chén rỗng và nắp sau khi ổn định (xem 7.1), tính bằng gam;

m_2 là khối lượng của chén, nắp và phần mẫu thử, tính bằng gam;

m_3 là khối lượng của chén, nắp và phần mẫu thử đã sấy, tính bằng gam.

Khối lượng hao hụt khi nung, nghĩa là từ 300 °C đến 1000 °C, có thể được báo cáo hoặc theo mẫu không sấy hoặc theo mẫu đã sấy ở nhiệt độ 300 °C, được tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức (2) hoặc (3).

Tính khối lượng hao hụt khi nung (300 °C đến 1000 °C được ký hiệu là $\Delta 1000$) dựa trên mẫu không sấy, $w_{\Delta 1000, u}$, theo công thức (2)

$$W_{\Delta 1000 u} = \frac{m_3 - m_4}{m_2 - m_1} \times 100 \quad (2)$$

trong đó

m_1, m_2, m_3 đã được định nghĩa ở công thức (1);

m_4 là khối lượng của chén, nắp và phần mẫu thử đã được nung, tính bằng gam.

Tính khối lượng hao hụt khi nung (300 °C đến 1000 °C được ký hiệu là $\Delta 1000$) dựa trên mẫu đã sấy, $w_{\Delta 1000, d}$, theo công thức (3)

$$W_{\Delta 1000 d} = \frac{m_3 - m_4}{m_3 - m_1} \times 100 \quad (3)$$

trong đó

m_1, m_2, m_3, m_4 đã được định nghĩa ở công thức (1) và (2).

Các kết quả được báo cáo chính xác đến 0,01%.

9 Độ chụm

Kế hoạch thử nghiệm được thực hiện theo AS 2850. Mẫu nhôm oxit nung chảy ở 5 cấp độ được phân tích trên cơ sở mẫu "như đã nhận", độ ẩm trong khoảng từ 0,5% đến 3,0% và hao hụt khi nung từ 0,7% đến 0,9%. Các kết quả được cung cấp theo phép phân tích lặp lại bốn lần từ sáu phòng thử nghiệm. Kết quả khối lượng hao hụt khi nung được tính trên mẫu đã sấy. Độ chụm trong một phòng thử nghiệm (r) và giữa các phòng thử nghiệm (R) (ở các giới hạn tin cậy 95%) được tính từ các kết quả nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 - Số liệu độ chụm đối với hao hụt khối lượng

Tính bằng %

Hao hụt khối lượng	Dải các kết quả	Phương pháp thủ công		Phương pháp thủ công Phương pháp công cụ		Phương pháp công cụ Phương pháp công cụ
		Độ lặp lại r	Độ tái lập R	Độ tái lập R Độ lặp lại r	Độ tái lập R	Độ tái lập R
Ở 300 °C (Ấm)	< 1	0,07 (5)	0,21	0,210,04	0,22	0,22
	≥ 1	0,05	0,12	0,120,04	0,20	0,20
Ở 1 000°C (Mất khi nung)	Toàn bộ	0,06	0,12	0,120,03	0,07	0,07

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm những thông tin sau:

- Nhận dạng mẫu;
- Viện dẫn tiêu chuẩn này, TCVN 11656 (ISO 806);
- Khối lượng hao hụt ở nhiệt độ 300 °C (ấm) và 1000 °C (mất khi nung), biểu thị bằng phần trăm khối lượng phần mẫu thử và phải công bố là mẫu đã được xử lý ở trạng thái “như đã nhận” hoặc “cân bằng trong không khí”;
- Phần trăm khối lượng hao hụt ở nhiệt độ 1000 °C (mất khi nung) được tính trên mẫu đã sấy (300 °C) hoặc không sấy;
- ngày thử nghiệm;
- những biểu hiện bất thường trong quá trình thử nghiệm có thể ảnh hưởng đến kết quả.

11 Phân tích công cụ

Sự phát triển các thiết bị nhiệt trọng lượng hiện đại cho phép tự động xác định hàm lượng ẩm và mất khi nung của nhôm oxit ở dạng nung chảy.

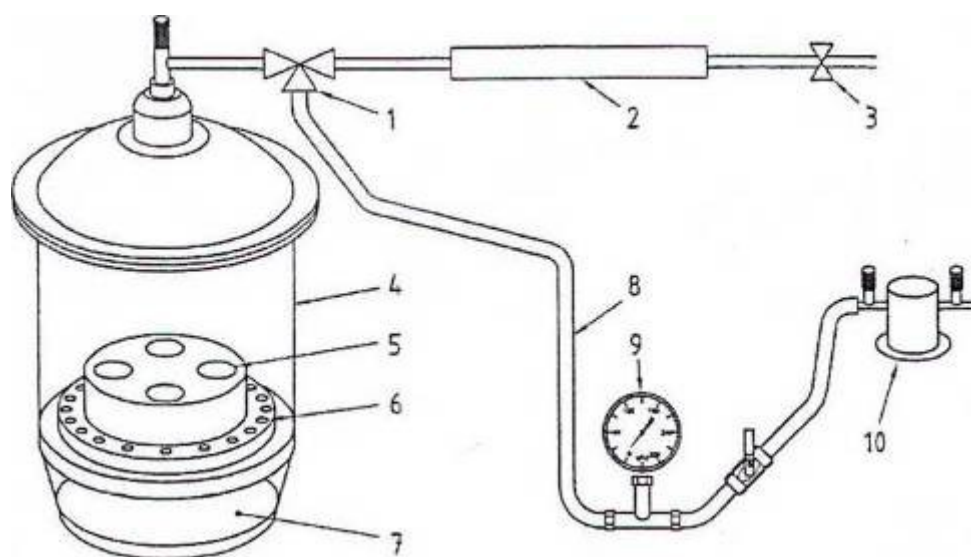
Để đảm bảo việc sử dụng các thiết bị nhiệt trọng lượng không gây sai sót về độ chính xác phân tích

hoặc độ chụm, những khía cạnh sau của phép xác định phải được hiểu rõ trước khi chúng có thể được áp dụng thành công.

Các thông số được ấn định trong phương pháp thử công, chẳng hạn như thời gian ở 300 °C và ở 1000 °C, khả năng kiểm soát tủ sấy ở (300 ± 2) °C, kiểm soát lò ở (1000 ± 10) °C, khả năng cân chính xác đến 0,0001 g và khả năng cân tổng khối lượng của chén và phần mẫu thử đều có ảnh hưởng lớn khi thực hiện ở thiết bị nhiệt trọng lượng.

Ngoài ra, các thiết bị nhiệt trọng lượng cần có thời gian để đạt nhiệt độ 300 °C. Khi đạt được nhiệt độ này, không khí trong lò phải khô và cần phải làm sạch lò bằng không khí khô. Ngay cả trong môi trường khô, thời gian để lò đạt đến 300 °C không nên quá 15 min và thời gian để tăng nhiệt độ từ 300 °C đến 1000 °C cũng không nên quá 20 min để đảm bảo không có sự sai lệch lớn so với quy trình thử công.

Sử dụng các thiết bị nhiệt trọng lượng được chấp nhận, miễn là chứng minh được các kết quả có độ chính xác tương đương với các kết quả nhận được từ phương pháp thử công và đối với vật liệu cụ thể được thử nghiệm có độ chụm nêu trong Bảng 1.

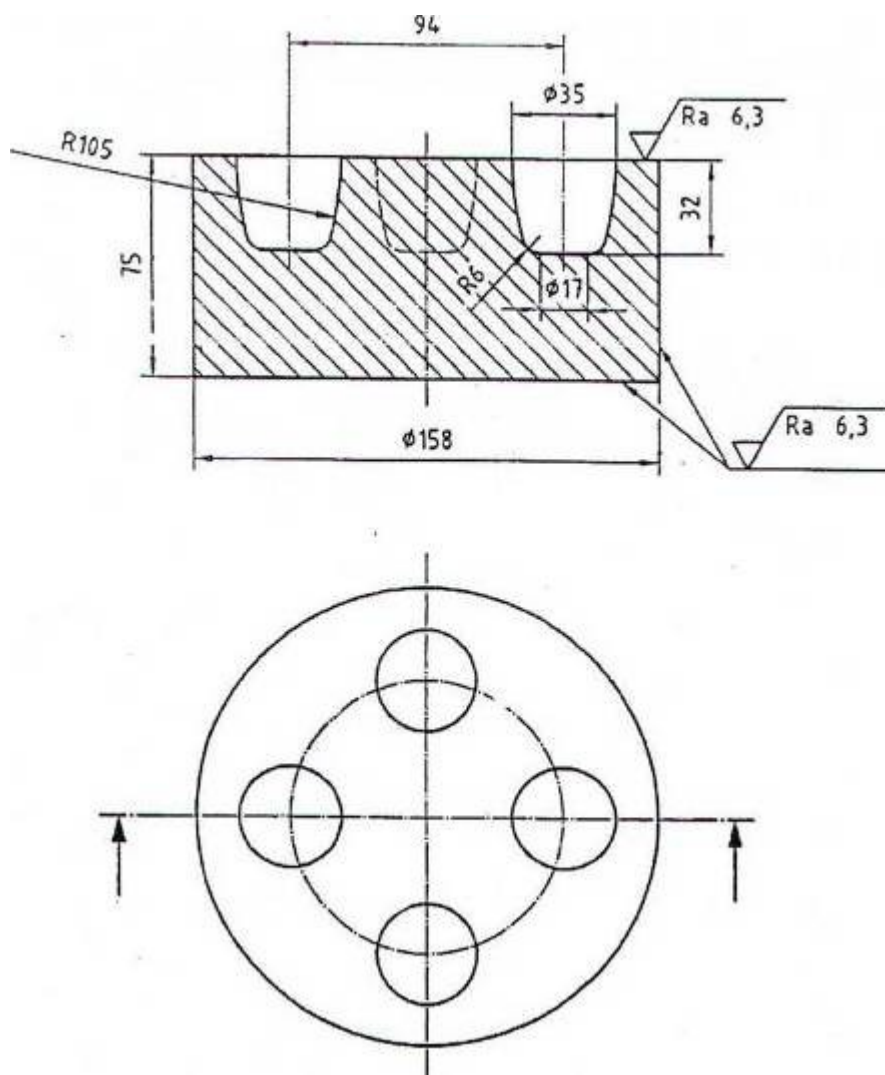


CHÚ DẪN:

- 1 Van ba nhánh
- 2 Bẫy ẩm
- 3 Van không khí vào
- 4 Bình hút ẩm
- 5 Bộ tản nhiệt bằng nhôm
- 6 Đĩa có đục lỗ
- 7 Chất hút ẩm và khay
- 8 Ống chân không
- 9 Đồng hồ chân không
- 10 Bơm chân không

Hình 1 - Sơ đồ điện hình của bộ tản nhiệt bằng nhôm và chất hút ẩm trong bình hút ẩm

Kích thước tính bằng milimet



Hình 2 - Bộ tản nhiệt bằng nhôm

Phụ lục A

(quy định)

Quy trình và ảnh hưởng của việc xử lý mẫu đối với mẫu cân bằng trong không khí

Một quy trình chuẩn bị mẫu khác với quy trình trong Điều 6 là để mẫu “cân bằng trong không khí”. Quy trình này cải thiện độ chụm nhưng dẫn đến độ ẩm bị tăng và các giá trị lượng mất khi nung không hẳn đại diện cho lô nhôm oxit.

Quy trình để “cân bằng trong không khí” như sau:

- Ổn định mẫu bằng cách trải lớp mẫu có độ dày tối đa 5 mm, để tiếp xúc với môi trường phòng thử nghiệm ít nhất trong 2 h, sau đó trộn và phân chia thành các phần mẫu thử trước khi phân tích.
- Sử dụng phần mẫu thử khoảng 300 g cho mỗi phép xác định.
- Lấy một mẫu đơn khoảng 50 g cho vào hộp chứa kín để phân tích ẩm.

Một ví dụ về ảnh hưởng của “cân bằng trong không khí” được nêu trong Bảng A.1.

Bảng A.1 - Ảnh hưởng của việc phơi nhôm oxit nhiệt luyện trong môi trường phòng thử nghiệm

Thời gian phơi	Khối lượng hao hụt ở 300 °C (ẩm)	Khối lượng hao hụt ở 1000 °C (mất khi nung)
min	%	%
0	0,18	0,75

10	0,60	0,80
20	0,95	0,86
30	1,30	0,89
60	2,02	0,91
90	2,40	0,92
120	2,70	0,92
240	3,05	0,93

Chú ý là sự thay đổi khối lượng hao hụt ở 300 °C và 1000 °C do sự hấp thụ ẩm từ môi trường phòng thử nghiệm. Ngoài ra, kết quả khối lượng hao hụt ban đầu ở 1000 °C sẽ không đạt được ngay cả sau khi sấy khô kéo dài ở 300 °C.

TaiLieu.vn