

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 12120:2017

ISO 975:2013

Xuất bản lần 1

**THAN NÂU VÀ THAN NON -
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT TAN TRONG BENZEN -
PHƯƠNG PHÁP CHIẾT BÁN TỰ ĐỘNG**

Brown coals and lignites -

Determination of yield of benzene-soluble extract - Semi-automatic method

HÀ NỘI - 2017

Lời nói đầu

TCVN 12120:2017 hoàn toàn tương đương với ISO 975:2013.

TCVN 12120:2017 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.

Lời giới thiệu

Xác định hàm lượng chất tan trong benzen thực hiện bằng cách sử dụng bộ dụng cụ chiết bán-tự động; hệ thống thiết bị kết hợp quá trình chiết, xúc rửa và làm bay hơi. Ngay khi mẫu được đưa vào khoang chiết của bộ dụng cụ, phép thử có thể được thực hiện tự động.

Than nâu và than non – Xác định hàm lượng chất tan trong benzen – Phương pháp chiết bán tự động

*Brown coals and lignites – Determination of yield of benzene-soluble extract –
Semi-automatic method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp chiết bán tự động để xác định hàm lượng chất tan trong benzen của than nâu và than non.

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 ban hành thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các bản sửa đổi (nếu có).

TCVN 8620-2 (ISO 5068-2) *Than nâu và than non – Xác định hàm lượng ẩm – Phần 2: Phương pháp khối lượng gián tiếp xác định hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích.*

3 Nguyên tắc

Phần mẫu thử của than nâu hoặc than non được chiết với benzen trong bộ dụng cụ chiết bán tự động. Sau đó loại bỏ dung môi bằng cách làm bay hơi và sấy phần cặn tan đến khối lượng không đổi. Phần trăm lượng chất tan trong benzen được tính từ khối lượng cặn sau khi sấy và báo cáo trên trạng thái khô.

4 Thuốc thử

4.1 Benzen, cấp tinh khiết phân tích, $\rho_{20} = 0,876$ g/ml, dải chưng cất từ 80 °C đến 81 °C. Trong khoảng này cất được ít nhất 95 %.

CẢNH BÁO: Benzen là chất dễ cháy và độc hại khi hít, nuốt phải hoặc hấp thụ qua da. Phép thử phải được thực hiện trong tủ hút và benzen phải được thu hồi càng nhiều thì càng tốt.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Bộ dụng cụ chiết bán tự động, gồm hai bộ phận chính: dụng cụ chiết-bay hơi liên tục và bộ điều khiển. Dụng cụ chiết-bay hơi liên tục gồm bình tam giác dung tích 100 ml, khoang chiết và bộ

ngưng. Khoảng chiết có chiều dài 180 mm, đường kính trong 30 mm, và có lớp vỏ tuần hoàn nước để duy trì nhiệt độ chiết xung quanh khoảng chiết.

5.2 Ống chiết, có kích thước 25 mm × 80 mm. Sử dụng các ống xenlulo hoặc các ống khác mua được, hoặc chuẩn bị theo cách sau:

Cắt giấy lọc thành các miếng có kích thước 75 mm × 75 mm và 25 mm × 25 mm. Dùng nước cất làm ẩm miếng giấy lớn và cuộn khít vào mặt ngoài ống nghiệm có đường kính 25 mm tạo lỗ nhỏ dưới đáy. Tiếp tục làm ẩm miếng giấy nhỏ và cuộn vào đáy ống nghiệm. Sau đó lấy ba miếng lớn và hai miếng nhỏ cuộn xen kẽ lên ống nghiệm. Loại bỏ ống chiết tạo ẩm bằng cách thổi tại miệng ống nghiệm và làm khô trong không khí hoặc trong tủ sấy ở nhiệt độ 100 °C.

5.3 Tủ sấy, có khả năng duy trì nhiệt độ từ 105 °C đến 110 °C, hoặc **tủ chân không**, gia nhiệt bằng điện, có thể duy trì nhiệt độ $80\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ và áp suất khoảng 50 kPa.

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

6 Điều chỉnh sơ bộ thiết bị

6.1 Điều chỉnh nhiệt độ chiết

Cho 2 g mẫu vào ống chiết và đặt vào trong khoảng chiết. Cho 60 ml đến 70 ml benzen vào bình tam giác. Nối bình tam giác với khoảng chiết. Bật điện và bấm nút chương trình. Thiết bị chiết-bay hơi sẽ tự động hạ xuống cho đến khi bình tam giác nhúng chìm vào bồn cách thủy và bắt đầu gia nhiệt. Khi giọt benzen đầu tiên ngưng tụ rơi xuống từ bình ngưng, thì điều chỉnh nhiệt độ của bồn cách thủy sao cho tốc độ nhỏ giọt benzen đạt khoảng từ 4 ml/min đến 5 ml/min và mẫu hoàn toàn được nhúng chìm trong benzen trong ống chiết. Ghi lại nhiệt độ và cố định vị trí của bộ kiểm soát nhiệt độ. Điều chỉnh lại nhiệt độ này khi nhiệt độ môi trường thay đổi.

6.2 Lựa chọn các khoảng thời gian chiết, rửa và bay hơi

Thông thường, các khoảng thời gian phù hợp cho ba bước trên là 180 min, 10 min và 50 min. Các chu kỳ này có thể được điều chỉnh trước bằng các đồng hồ bấm giờ thích hợp. Trong trường hợp hàm lượng các thành phần có trong mẫu tan được trong benzen cao hoặc áp suất khí quyển quá thấp, v.v... thì có thể phải điều chỉnh lại khoảng thời gian chiết để đảm bảo điểm cuối của quá trình chiết chính xác, điều này có thể đánh giá bằng tính không màu của các giọt cuối cùng của dung dịch chiết.

6.3 Cách tiến hành

Cân khoảng 2 g mẫu phân tích chung, chính xác đến 0,2 mg, chuyển vào ống chiết (5.2) và đập bằng gạc bông thấm nước vừa khít vào thành ống chiết.

Đặt ống chiết có mẫu vào khoảng chiết (xem 5.1).

Cho từ 60 ml đến 70 ml benzen vào bình mà trước đó đã làm khô và cân chính xác.

Lắp ráp thiết bị.

Bật điện. Bấm nút chương trình. Thiết bị sẽ tự động thực hiện thử nghiệm theo trình tự sau:

Dụng cụ chiết-bay hơi sẽ hạ thấp xuống cho đến khi bình tam giác nhúng chìm trong bể điều nhiệt như trong bước điều chỉnh sơ bộ và bộ ngưng đang ở tại vị trí nghiêng cho phép cất hồi lưu. Đồng thời bắt đầu gia nhiệt.

Khi đạt được nhiệt độ chiết đã cài đặt trước đó, bơm bắt đầu hoạt động để tuần hoàn nước nóng giữa bể và bao ngoài của khoang chiết. Hơi benzen từ bình tam giác đi qua khoang chiết và đến bộ ngưng, tại đó benzen được ngưng tụ và nhỏ giọt vào ống chiết. Quá trình chiết diễn ra như trên.

Sau 180 min, hoặc khoảng thời gian cài đặt xác định, máy bơm ngưng lại và quá trình chiết xuất kết thúc. Nước nóng sẽ chảy về bể. Nhiệt độ khoang chiết giảm về nhiệt độ mà tại đó hơi benzen chỉ đến khoang chiết và ngưng tụ. Như vậy quá trình rửa đạt được, nhờ đó phần chất tan trong benzen bám vào thành được rửa xuống bình tam giác theo benzen ngưng tụ. Đây là quá trình xúc rửa.

Sau 10 min, quá trình rửa kết thúc. Bộ ngưng sẽ tự động thay đổi về vị trí ngược lại cho phép quá trình chưng cất. Máy bơm lại tiếp tục làm việc và tiếp tục quá trình tuần hoàn nước-nóng. Hơi benzen ngưng tụ trong bộ ngưng và chảy vào ống hứng. Giai đoạn bay hơi bắt đầu.

Sau 50 min, quá trình bay hơi kết thúc, hệ thống chiết-bay hơi được nâng cao về vị trí ban đầu, cho phép bình tam giác tách ra khỏi khoang chiết. Như vậy chương trình đã kết thúc.

Thảo bình tam giác có chứa cặn tan. Sấy cặn đến khối lượng không đổi trong tủ sấy (5.3) được duy trì nhiệt độ từ 105 °C đến 110 °C, hoặc tủ chân không (5.3) duy trì nhiệt độ tại 80 °C ± 2 °C và áp suất bằng khoảng 50 kPa.

CHÚ THÍCH: Khối lượng được coi là đạt được không đổi khi chênh lệch khối lượng giữa hai lần sấy liên tiếp không lớn hơn 0,001 g.

Thực hiện phép xác định độ ẩm trên phần mẫu thử riêng theo TCVN 8620-2 (ISO 5068-2).

7 Biểu thị kết quả

Hàm lượng chất tan trong benzen, $w_{E,ad}$, của mẫu phân tích, biểu thị theo phần trăm khối lượng, tính theo công thức:

$$w_{E,ad} = \frac{m_1 \times 100}{m_2}$$

trong đó

m_1 là khối lượng của chất tan trong benzen, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam.

Kết quả được biểu thị trên trạng thái khô, tính theo công thức:

$$w_{E,d} = \frac{100}{100 - w_M} \times w_{E,ad}$$

trong đó w_M là hàm lượng ẩm, tính theo phần trăm, của mẫu phân tích chung.

Kết quả (giá trị trung bình của phép xác định hai lần lặp lại, xem 8.1) được báo cáo trên trạng thái khô, chính xác đến 0,1 %.

8 Độ chụm của phương pháp

8.1 Giới hạn độ lặp lại

Các kết quả của các phép xác định lặp lại hai lần được tiến hành tại các thời điểm khác nhau, trong khoảng thời gian ngắn, trong cùng phòng thí nghiệm, do cùng một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, trên hai phần mẫu thử đại diện lấy từ cùng một mẫu phân tích, không được chênh lệch vượt quá các giá trị nêu trong Bảng 1.

8.2 Chênh lệch tới hạn độ tái lập

Các giá trị trung bình các kết quả của các phép xác định lặp lại hai lần được tiến hành trong hai phòng thí nghiệm khác nhau, trên các phần mẫu thử đại diện lấy từ cùng một mẫu sau bước cuối cùng của quá trình chuẩn bị mẫu, không được chênh lệch vượt quá các giá trị nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 – Giới hạn độ chụm

Hàm lượng chất tan trong benzen % (m/m)	Giới hạn độ lặp lại (trạng thái khô trong không khí)	Chênh lệch tới hạn độ tái lập (trạng thái khô)
Nhỏ hơn 5	0,3 % giá trị tuyệt đối	0,5 % giá trị tuyệt đối
Từ 5 đến bằng 10	0,5 % giá trị tuyệt đối	0,7 % giá trị tuyệt đối
Lớn hơn 10	5 % của kết quả trung bình	7 % của kết quả trung bình

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm gồm các thông tin sau:

- viện dẫn tiêu chuẩn này bao gồm năm công bố tiêu chuẩn;
- nhận dạng mẫu thử;
- kết quả xác định và trạng thái phân tích;
- các đặc điểm bất thường ghi nhận được trong quá trình xác định.