

TCVN 12122:2017

ISO 5072:2013

Xuất bản lần 1

**THAN NÂU VÀ THAN NON - XÁC ĐỊNH KHỐI LƯỢNG
RIÊNG TƯƠNG ĐỐI THỰC VÀ KHỐI LƯỢNG RIÊNG
TƯƠNG ĐỐI BIỂU KIẾN**

Brown coals and lignites - Determination of true relative density and apparent relative density

HÀ NỘI - 2017

Lời nói đầu

TCVN 12122:2017 hoàn toàn tương đương với ISO 5072:2013.

TCVN 12122:2017 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.

Than nâu và than non – Xác định khối lượng riêng tương đối thực và khối lượng riêng tương đối biểu kiến

Brown coals and lignites – Determination of true relative density and apparent relative density

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định các phương pháp để xác định khối lượng riêng tương đối thực và khối lượng riêng tương đối biểu kiến 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.*

ISO 5069-2, *Brown coals and lignites – Principles of sampling – Part 2: Sample preparation for determination of moisture content and for general analysis (Than nâu và than non – Nguyên tắc lấy mẫu – Phần 2: Chuẩn bị mẫu để xác định hàm lượng ẩm và dùng cho các phép phân tích chung).*

3 Thuật ngữ, định nghĩa

3.1

Khối lượng riêng tương đối thực (true relative density)

Tỷ số giữa khối lượng mẫu than khô đã nghiền để lọt qua sàng 212 μm với khối lượng của thể tích nước tương đương tại nhiệt độ qui định.

3.2

Khối lượng riêng tương đối biểu kiến (apparent relative density)

Tỷ số giữa khối lượng mẫu than khô với khối lượng của thể tích nước tương đương với thể tích biểu kiến của than tại nhiệt độ qui định.

4 Xác định khối lượng riêng tương đối thực bằng phương pháp sử dụng nước

4.1 Nguyên tắc

Khối lượng riêng thực được xác định theo phương pháp tỷ trọng do sự chuyển dịch nước, bao gồm cả chất thấm ướt nhằm đảm bảo sự phân tán của chất rắn trong môi trường chuyển dịch.

CHÚ THÍCH: Việc sử dụng các môi chuyển dịch khác như metanol là không khuyến nghị do một số loại than nâu và than non có thể trương nở trong các chất lỏng như vậy.

4.2 Hóa chất, thuốc thử

4.2.1 Nước cất hoặc nước khử ion, mới đun sôi.

4.2.2 Chất thấm ướt, dung dịch chất tẩy rửa 5 % (theo thể tích) (như natri dodecyl sulfat) là phù hợp.

4.2.3 Hỗn hợp axit kali dicromat-sulfuric, dùng để làm sạch tỷ trọng kế.

4.3 Thiết bị, dụng cụ

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

4.3.2 Bàn chải, có đường kính đủ để các lông cứng có thể chải xuyên qua cuống phễu.

4.3.3 Giấy lọc, dùng để thấm khô phần cổ của tỷ trọng kế.

4.3.4 Phễu, cuống phễu có chiều dài đủ để chạm tới giữa cổ bình tỷ trọng kế.

4.3.5 Vải thủy tinh, không sợi để lau bóng các tỷ trọng kế trước khi cân.

4.3.6 Xy lanh thủy tinh, có kim để lấy chất lỏng vào để đánh dấu tỷ trọng kế.

4.3.7 Điểm nối đất, để loại bỏ tĩnh điện từ tỷ trọng kế.

4.3.8 Nhiệt kế thủy ngân, có khả năng đo nhiệt độ trong phạm vi từ 20 °C đến 30 °C với giá trị vạch chia tối thiểu là 0,1 °C.

4.3.9 Tỷ trọng kế, có dung tích 50 ml, có nút mài khoan lỗ mao quản, đường kính trong của cổ không lớn hơn 5 mm.

4.3.10 Bình hút ẩm chân không, có khung bảo vệ.

CHÚ THÍCH: Việc sử dụng bình hút ẩm chân không là thích hợp đối với các mẫu khử khí.

4.3.11 Bơm chân không, có khả năng đạt chân không có áp suất dư từ 0 kPa đến 5 kPa.

4.3.12 Bể ổn nhiệt, được điều chỉnh ổn nhiệt, duy trì nhiệt độ bể tại $25\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$, và đo bằng nhiệt kế (4.3.8) được lắp cố định trong bể.

4.3.13 Thuyền cân, có dung lượng không nhỏ hơn 2 g.

4.4 Mẫu

Mẫu dùng để xác định khối lượng riêng tương đối thực là mẫu phân tích chung (được nghiền để lọt qua sàng 212 μm) được chuẩn bị theo ISO 5069-2.

4.5 Cách tiến hành

4.5.1 Hiệu chuẩn khối lượng (các) tỷ trọng kế

Dùng pipet lấy 10 ml chất thấm ướt (4.2.2) cho vào (các) tỷ trọng kế (4.3.9). Dùng pipet lấy 10 ml nước (4.2.1) cho vào (các) tỷ trọng kế đó. Xoay để trộn đều dung dịch. Đặt (các) tỷ trọng kế vào bình hút ẩm chân không (4.3.10) và hút chân không từ 0 Pa đến 500 Pa trong 15 min. Nhả chân không và dùng bơm tiêm thủy tinh (4.3.6) cho nước (4.2.1) vào (các) tỷ trọng kế đầy đến cổ cách miệng 3 mm.

Cho (các) tỷ trọng kế vào bể ổn nhiệt (4.3.12) được điều chỉnh nhiệt độ tại $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$. Để cân bằng trong ít nhất 1 h 45 min. Sử dụng bơm tiêm thủy tinh để làm đầy (các) tỷ trọng kế đến mặt khum trong khi vẫn để các tỷ trọng kế trong bể. Để yên (các) tỷ trọng kế trong bể thêm 5 min nữa.

Lấy (các) tỷ trọng kế ra khỏi bể và đập bằng (các) nút khoan lỗ mao quản sao cho không có không khí bám vào (các) tỷ trọng kế. Dùng giấy lọc (4.3.3) lau nhẹ bên ngoài (các) tỷ trọng kế loại bỏ lượng nước dư. Dùng vải thủy tinh không sợi làm bóng (các) tỷ trọng kế để loại bỏ các màng mỏng nhìn thấy được. Chạm (các) tỷ trọng kế vào điểm nổi đất (4.3.7). Cân (các) tỷ trọng kế và ghi lại (các) khối lượng chính xác đến 0,1 mg.

Giá trị trung bình của ba lần xác định khối lượng của từng tỷ trọng kế nằm trong phạm vi 1 mg thì được lấy làm khối lượng hiệu chuẩn của tỷ trọng kế.

4.5.2 Xác định khối lượng riêng tương đối thực

Cân $2\text{ g} \pm 0,1\text{ g}$ mẫu, chính xác đến 0,1 mg, cho vào thuyền cân (4.3.13). Dùng phễu (4.3.4) và bàn chải (4.3.2) chuyển mẫu vào tỷ trọng kế. Đảm bảo không bị thất thoát mẫu khi thực hiện thao tác chuyển này.

Dùng pipet lấy 10 ml chất thấm ướt (4.2.2) cho vào tỷ trọng kế cho chất này chảy xuống mặt trong của tỷ trọng kế. Dùng pipet lấy 10 ml nước (4.2.1) cho vào tỷ trọng kế cho nước chảy xuống mặt trong của tỷ trọng kế. Xoay nhẹ để mẫu ướt đều mà ít tạo bọt nhất. Đặt tỷ trọng kế vào bình hút ẩm chân không và hút chân không từ 0 Pa đến 500 Pa trong 15 min. Đảm bảo là không có mẫu có bọt bị đẩy ra khỏi tỷ trọng kế, điều chỉnh sự cấp chân không để loại bỏ các bọt tạo thành dưới cổ tỷ trọng kế. Tháo chân không và dùng bơm tiêm thủy tinh cho nước (4.2.1) vào tỷ trọng kế đầy đến cổ cách miệng 3 mm.

Cho tỷ trọng kế vào bể ổn nhiệt được điều chỉnh nhiệt độ tại $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$. Để cân bằng trong ít nhất 1 h 45 min. Sử dụng bơm tiêm thủy tinh để làm đầy tỷ trọng kế đến mặt khum trong khi vẫn để tỷ trọng kế trong bể. Để yên tỷ trọng kế trong bể thêm 5 min nữa.

Lấy tỷ trọng kế ra khỏi bể và đập bằng nút khoan lỗ mao quản sao cho không có không khí bám vào tỷ trọng kế. Dùng giấy lọc (4.3.3) lau nhẹ bên ngoài tỷ trọng kế để loại bỏ lượng nước dư. Dùng vải thủy tinh không sợi làm bóng tỷ trọng kế để loại bỏ các màng mỏng có thể nhìn thấy. Chạm tỷ trọng kế vào điểm nổi đất. Cân tỷ trọng kế và ghi lại khối lượng chính xác đến 0,1 mg.

Xác định hàm lượng ẩm, M , trên phần mẫu thử riêng lấy từ mẫu (4.4) theo TCVN 8620-2 (ISO 5068-2).

4.6 Tính kết quả

Tính khối lượng riêng tương đối thực của than khô, TRD_d , theo công thức:

$$TRD_d = \frac{m \times (100 - M_{ad})}{m \times (100 - M_{ad}) + 100 \times (m_1 - m_2)}$$

trong đó

- m là khối lượng của mẫu phân tích, tính bằng gam;
- m_1 là khối lượng của tỷ lượng kế và nước, tính bằng gam;
- m_2 là khối lượng của tỷ lượng kế, mẫu và nước, tính bằng gam;
- M_{ad} là độ ẩm của mẫu phân tích, tính bằng phần trăm khối lượng.

4.7 Độ chụm của phương pháp

4.7.1 Giới hạn độ lặp lại

Các kết quả của các phép xác định hai lần lặp lại được thực hiện trong cùng một phòng thí nghiệm, do cùng một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, trên cùng một mẫu thử, trong các khoảng thời gian ngắn, không được chênh lệch vượt quá các giá trị nêu trong Bảng 1.

4.7.2 Giới hạn độ tái lập

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

Bảng 1 – Độ chụm của phương pháp

Độ lặp lại	Độ tái lập
0,02	0,04

4.8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm gồm các thông tin sau:

- a) nhận dạng mẫu thử;
- b) viện dẫn tiêu chuẩn này bao gồm năm công bố tiêu chuẩn;
- c) các kết quả và phương pháp biểu thị kết quả đã sử dụng;
- d) các đặc điểm bất thường ghi nhận được trong quá trình xác định.

5 Xác định khối lượng riêng tương đối biểu kiến

5.1 Nguyên tắc

Khối lượng riêng tương đối biểu kiến được xác định bằng cách cân mẫu treo trong nước, gạn mẫu để loại bỏ chất lỏng bề mặt và sau đó cân lại trong không khí.

5.2 Hóa chất, thuốc thử

5.2.1 Nước, cất hoặc nước khử ion.

5.3 Thiết bị, dụng cụ

5.3.1 Cân (thăng bằng), có độ chính xác đến 10 mg, được cải biến như trên Hình 1.

5.3.2 Đĩa bay hơi, đường kính 160 mm, sâu 60 mm.

5.3.3 Khăn giấy hoặc giấy lọc.

5.3.4 Cân đĩa, loại cân được 1 kg, độ chính xác đến 10 mg.

5.3.5 Bơm chân không, có khả năng đạt được áp suất 250 Pa.

5.3.6 Bình hút ẩm chân không, đường kính 200 mm.

5.4 Mẫu

Phép xác định khối lượng riêng tương đối biểu kiến được thực hiện trên mẫu khô không khí có kích thước hạt từ 10 mm đến 30 mm.

5.5 Cách tiến hành

Bố trí cân (5.3.1) như thể hiện trên Hình 1, cho ít nhất 50 mm nước (5.2.1) trong rổ. Cân bì sao cho tại điểm thăng bằng xấp xỉ 5 g được cho vào đĩa cân. Ghi lại khối lượng bì.

CHÚ THÍCH: Cứ mỗi đợt từ 5 lần đến 10 lần xác định, tiến hành kiểm tra cân thăng bằng một lần.

Cân khoảng từ 30 g đến 35 g mẫu (5.4) cho vào đĩa bay hơi (5.3.2). Cho nước (5.2.1) vào đĩa làm ngập mẫu hoàn toàn. Đặt đĩa bay hơi cùng mẫu vào bình hút ẩm (5.3.6). Hút bình từ 0 Pa đến 250 Pa trong 5 min. Nhả chân không và để yên trong 5 min nữa.

Chuyển mẫu lên khăn giấy (5.3.3), dùng khăn giấy để thấm hết lượng nước dư. Đặt ngay mẫu vào rổ của cân và chú ý đảm bảo mẫu chìm hoàn toàn trong nước. Để cho cân đạt thăng bằng và ghi lại khối lượng mẫu trong nước chính xác đến 10 mg.

Chuyển mẫu từ rổ lên khăn giấy, dùng khăn giấy để loại bỏ độ ẩm bề mặt có thể nhìn thấy. Chuyển ngay mẫu sang cân đĩa (5.3.4) và ghi lại khối lượng mẫu trong không khí chính xác đến 10 mg.

CHÚ THÍCH: Khi chuyển mẫu không được sấy mẫu khô quá.