

xét lần 1.

AMONIAC LỎNG TỔNG HỢP

Lấy mẫu

Liquid synthetic amoniac

Sampling

Tiêu chuẩn này qui định các dụng , thiết bị, và trình tự lấy mẫu thí nghiệm (mẫu thử) amoniac lỏng tổng hợp

1 QUI ĐỊNH CHUNG

1.1 Tùy điều kiện và yêu cầu cụ thể, mẫu có thể được lấy ở thùng chứa trước khi nạp hoặc ở bình chứa amoniac lỏng.

1.2 Mẫu được lấy theo lô hàng, lô hàng là lượng sản phẩm có cùng chỉ tiêu chất lượng, được giao nhận trong cùng một đợt và kèm theo một giấy chứng nhận chất lượng

1.3 Mẫu amoniac lỏng được lấy bằng dụng cụ lấy mẫu chuyên dùng: bình bom làm bằng thép không rỉ hoặc bình Lisenco bằng thủy tinh(xem hình vẽ và điều 2.2, điều 3.2)

1.4 Mẫu được lấy ở 3 % số bình nhưng không ít hơn hai bình đối với lô hàng bé

1.5 Sau khi thử nếu một trong các chỉ tiêu không đạt tiêu chuẩn thì tiến hành phân tích lại với lượng mẫu gấp đôi ở cùng lô hàng. kết quả phân tích lần hai là kết quả cuối cùng.

2. PHƯƠNG HƯỚNG LẤY MẪU BẰNG BÌNH BOM

2.1 Nguyên tắc: Chuyển một mẫu amoniac lỏng vào bình bom bằng thép không rỉ đã rút khí và làm sạch khô

Tỷ lệ đổ đầy mẫu vào bình bom không bao giờ được vượt quá 75 % dung tích bình bom ở nhiệt độ môi trường

2.2 Máy móc thiết bị

2.2.1 Thiết bị để lấy mẫu, bao gồm những bộ phận sau:

2.2.1.1 Bình bom lấy mẫu (xem bình bom mẫu ở hình 1) làm bằng thép không rỉ, dung tích không nhỏ hơn 1 lit, chịu được áp suất bên trong không nhỏ hơn 3 Mpa(30 bar)

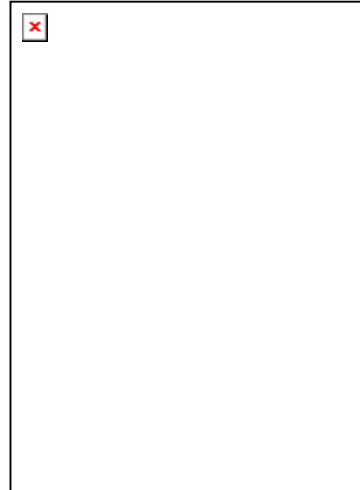
Kiểm tra thể tích bình bom bằng cách đổ đầy nước vào bình. Bình bom lấy mẫu phải có hai van kim A và B nối với hai ống bên trong, ống thứ nhất sát xuống đáy và ống kia có một chiều dài có thể đảm bảo mức độ an toàn khi đổ đầy (xem phần 2 và điều 2.2.3)

Bình bom phải được thiết kế sao cho dễ dàng làm sạch và làm khô, và chỗ thoát ra của van phải có cái lọc khi vận chuyển.

Chú thích:

1. Dung tích bình bơm phụ thuộc vào lượng sản phẩm cần dùng để tiến hành tất cả các thử nghiệm yêu cầu

2. Phải thỉnh thoảng kiểm tra bên trong bình bơm. Nếu bề mặt bên trong không sạch, phải rửa bằng nước, làm khô, rửa một vài lần bằng axeton tinh khiết và cuối cùng thông khí nitơ để rửa sạch bình, ví dụ như nạp đầy nước đến áp suất khoảng 3 Mpa rồi ngâm trong nước



Hình 1
Mẫu bình bơm lấy mẫu
(2.2.1.1)

2.2.1.2 Ống nối (xem hình 2), tốt nhất là bằng thép không gỉ, có độ dài thích hợp, đường kính trong 5 mm, trong đó thường xuyên được lắp chặt van ba ngã (2.2.1.3). Ống nối có mối nối có ren, một mối nối với van trên bình chứa amoniac lỏng và cái kia với van A của bình bơm (2.2.1.1).

2.2.1.3 Van ba ngã (xem hình 2) lắp vào ống nối (2.2.1.2). Van có thể điều chỉnh để amoniac lỏng chảy được từ bình chứa ra ngoài không khí hoặc vào bình bơm hoặc để bình bơm mở ra không khí, trong khi đo bình chứa đóng lại.



Hình 2 – Hình vẽ phác thảo thiết bị lắp ráp.

2.2.2 Lò điện có thể đạt 105- 110 °C

2.2.3 Cân, có thể cân chính xác đến 1 g.

2.2.4 Bơm chân không, có thể nhanh chóng giảm áp suất bình bom
(2.2.1.1) đến khoảng 100Pa

2.2.5 Bình bom nitơ nén, sạch và khô

2.2.6 Chậu làm lạnh với hỗn hợp cacbon dioxide rắn (băng khô) và tricloetan.
Nhiệt độ có thể xuống tới - 35°C. Chậu có một nhiệt kế thích hợp

2.3 Tiến hành lấy mẫu

2.3.1. Chuẩn bị bình bom và ống nối. thực hiện các thao tác theo trình tự sau:

a) Nối ống nối (2.2.1.1) vào bình bom (2.2.1.1) với các van mở A,B. Xoay van ba ngã (2.2.1.3) để cho nitơ (2/2/5) đi qua thiết bị đã lắp để đuổi không khí. Làm sạch thiết bị đã lắp ở nhiệt độ phòng bằng cách nạp nitơ vào.

b) Tiếp tục nạp nitơ vào thiết bị đã lắp ít nhất 30 phút trong lò (2.2.2) ở 105 – 110°C để đuổi hơi nước qua một ống đeo, thành dày, luồn qua một lỗ thành lò, nối ống nối với (2.2.1.2)

c) Tháo ống nối (2.2.1.2) khỏi ống dẻo thành dày cho nitơ đi qua máy và xoay van ba ngã để cách ly máy khỏi không khí, mở van A và B của bình bom. Nối bơm chân không (2.2.4) với đầu ra của bình bom (B) và hạ thấp áp suất bên trong xuống khoảng 100 Pa hoặc thấp hơn. Giữ cho thiết bị ở áp suất đó ít nhất 30 phút.

d) Đóng hai van A và B của bình bom

e) Tháo bình bom khỏi ống nối và dùng cân (2.2.3) để cân bình rỗng, chính xác tới 1g.

2.3.2. Lấy mẫu

Làm nguội bình bom 2.2.1.1 bằng cách ngâm vào chậu làm lạnh 2.2.6 trong khoảng 10-15 phút, điều chỉnh nhiệt độ giữa -30 và -35°C, tránh không để ngưng tụ nước trên van.

Lắp ống nối 2.2.1.2 vào van pha lỏng của bình chứa và nối đầu kín của ống nối vào van A của bình bom, xiết chặt mối nối (xem hình 2).

Cần phải mở van ba ngã vào không khí trước khi mở van của bình chứa

Cẩn thận mở van trên bình chứa và để cho chất lỏng chảy sao cho không khí có trong ống nối thoát ra qua van ba ngã. Để chất lỏng chảy tự do để làm sạch hoàn toàn ống và van. Xoay van ba ngã để nối bình chứa với bình bom đựng mẫu, mở van A trên bình bom và để bình được làm đầy bằng chất lỏng đến mức an toàn. Đóng van A và van bình chứa và tháo bình bom.

Ngay sau khi lấy mẫu phải kiểm tra lượng chứa trong bình bom theo điều 2.3.3

Chú thích : Nếu có thiết bị thích hợp, nên cân bình bom trong khi làm đầy để không phải kiểm tra sự làm đầy(2.3.3)

2.3.3. Kiểm tra sự làm đầy

Dùng cân 2.2.3 cân bình bom đầy 2.2.1.1 chính xác đến 1 g để xác định khối lượng mẫu có tính đến tổng dung tích và khối lượng riêng của amoniac lỏng (0,08 g/ml). Nếu lượng ghi được vượt quá lượng quy định, lấy bớt chỗ thừa như sau:

Nối đầu ra van B của bình bom với ống dẻo thành dây, cẩn thận mở van B trong khi giữ bình bom thẳng đứng, van ở phía trên. Để cho một lượng sản phẩm chảy ra ngoài và đóng van B khi chỉ có hơi xuất hiện

Tháo ống dẻo ra và lại cân bình bom chính xác đến 1 g

Chú thích : thường kỳ kiểm tra độ kín của bình bom. Tiến hành hai lần cân kiểm tra cách nhau một khoảng thời gian thích hợp.

3. PHƯƠNG PHÁP LẤY MẪU BẰNG BÌNH LISENCÔ

3.1 Quy định chung : theo điều 1 của tiêu chuẩn này.

3.2 Dụng cụ thiết bị

Bình Lisencô dung tích 200 và 500 ml (xem hình 3)

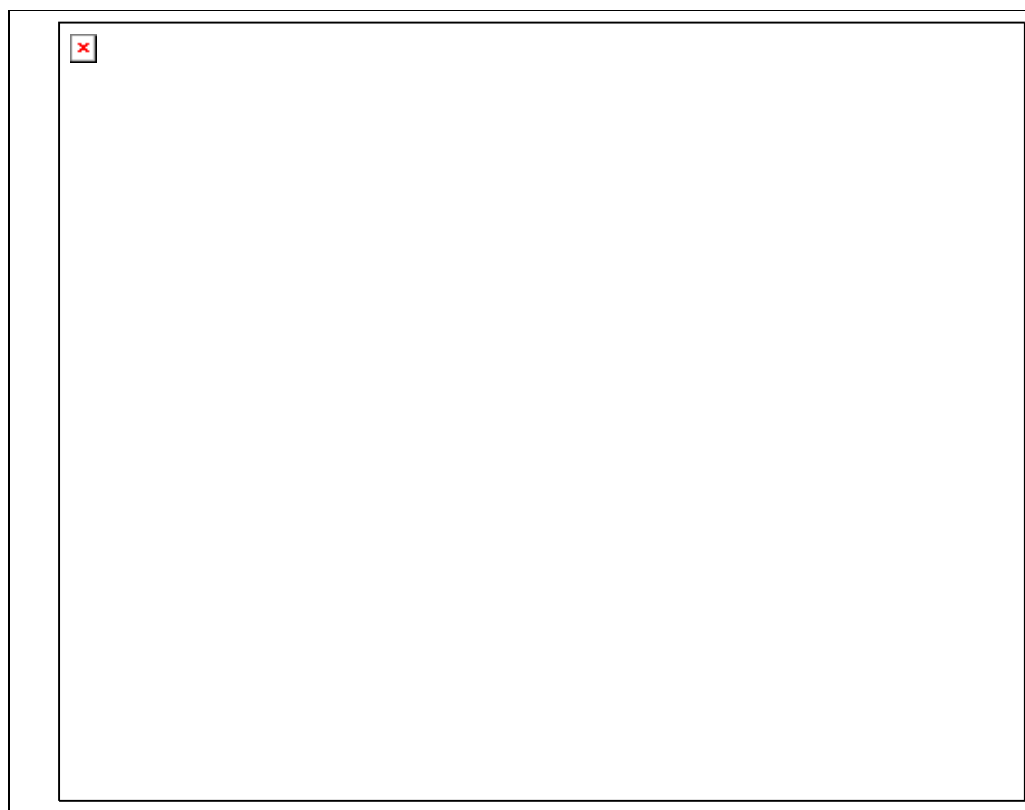
Van và ống nối với van trên bình chứa amoniac lỏng làm bằng thép không rỉ

Gía đỡ bằng sắt có thể điều chỉnh độ nghiêng của bình chứa amoniac lỏng khi lấy mẫu

Cacbon tetraclorua CCl_4 ; TKPT;

Axit clohidric, dung dịch 1:1;

Nước cất theo TCVN 2117-77



Hình 3. Bình Lisenco dùng để lấy mẫu amoniac lỏng tổng hợp

3.3 Tiến hành lấy mẫu

3.3.1 Mẫu amoniac lỏng được lấy vào bình Lisenco dung tích 200 hoặc 500 ml tùy theo thành phần xác định. Bình Lisenco được làm sạch bằng cacbon tetracloorua CCl_4 ; dung dịch axit clohidric 1 :1, nước cất và sấy khô trước khi lấy mẫu.

3.3.2. Lắp mẫu ở thùng chứa trước khi nạp vào chai

Cẩn thận mở van ở thùng chứa và để cho chất lỏng chảy ra thành đing n hỏ. Để chất lỏng chảy tự do 1-2 phút để làm sạch mẫuc và van. Hứng chất lỏng vào bình Lisenco, lấy đến vạch mức.

Đậy bình Lisenco bằng nút cao su có ống thoát, phần trên uốn cong 90^0 để tránh amoniac thoát ra ngoài do bay hơi mạnh hoặc các chất khác rơi vào bình lấy mẫu.

3.3.3 Lấy mẫu ở bình chứa amoniac lỏng

Bình chứa amoniac lỏng được đặt vào giá lấy mẫu có độ nghiêng thích hợp sao cho khi mở van chất lỏng chảy ra dễ dàng và công việc lấy mẫu thuận tiện.

Lắp van và ống nối với van trên bình chứa amoniac lỏng

Tiến hành công việc như điều 3.3.2