

AMONIAC LỎNG TỔNG HỢP PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG DẦU

Liquid synthetic ammonia
Method for the determination of oil content

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng dầu trong khoảng nồng độ từ 1,0 đến 10 mg/l bằng quang phổ hồng ngoại và phương pháp khối lượng xác định hàm lượng dầu trong ammoniac lỏng tổng hợp.

1. PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HỒNG NGOẠI

1.1. Nguyên tắc

Phương pháp dựa trên việc xác định cường độ hấp thụ nhóm metylen của dầu ở bước sóng $\gamma = 2925 \text{ cm}^{-1}$ trong phổ hồng ngoại.

1.2 Quy định chung

1.2.1 Lấy mẫu để thử theo TCVN 2614-1993. Thể tích mẫu lấy để thử là 200 ml.

1.2.1 Lấy mẫu để thử theo TCVN 2614-1993. Thể tích mẫu lấy để thử là 200 ml

1.2.2 Tiến hành thử mẫu ammoniac với cacbon tetraclorea trong tủ hút có gió thông tốt.

1.3. Thiết bị và thuốc thử

1.3.1. Quang phổ hồng ngoại loại bất kỳ với sai số đo hệ số truyền qua tuyệt đối là $\pm 1\%$ trong khoảng từ 1 -10 % với cuvet có chiều dày 10 mm.

1.3.2 Tủ sấy có khoảng điều chỉnh nhiệt độ từ 40 -200⁰ C

1.3.3 Phễu lọc thủy tinh kích thước lỗ 40 -100 μm .

1.3.4 Ống bơm, dung tích 5 -10 ml.

1.3.5 Cacbon tetraclorea TK

1.4 Chuẩn bị thử

1.4.1. Kiểm tra độ sạch của cacbon tetraclorea

Phải kiểm tra độ sạch của cacbon tetraclorea trước khi sử dụng. Để kiểm tra, tiến hành đo phổ cacbon tetraclorea trên quang phổ hồng ngoại ở vùng bước sóng 2800 – 3000 cm^{-1} và so sánh nó với phổ của cacbon tetraclorea sạch.

Cacbon tetraclorea có vạch hấp thụ trong vùng phân tích lớn hơn 50 % cần phải được làm sạch cacbon tetraclorea trên thiết bị chưng cất bình thường trên lát mỏng ở áp suất khí quyển.

1.4.2 Chuẩn bị dung dịch kiểm tra

Cho 40 ml cacbon tetraclorea vào cốc cân và cho bay hơi trên bếp cách cát hoặc thủy hoặc trong tủ sấy ở 65 -70⁰C trong tủ hút, rửa cốc cạn bằng 5 cm^3 dung dịch cacbon tetraclorea và đo phổ của nó tương ứng với cacbon tetraclorea ban đầu. Nếu trong phổ xuất hiện các vạch mà giá trị hấp thụ của chúng lớn hơn 20 %, phải chưng cất lại cacbon tetraclorea.

1,5 Tiến hành thử

1.5.1 Cho bay hơi hoàn toàn mẫu amoniac lỏng trong thiết bị lấy mẫu ở nhiệt độ phòng.

1.5.2 Sau khi amoniac bay hơi hết, dùng ống bơm rửa thiết bị lấy mẫu hai lần, mỗi lần 15-20 ml cacbon tetraclorua, lọc dung dịch qua phễu lọc thủy tinh vào cốc cân. Cho cacbon tetraclorua bay hơi trên bếp cách cát ở nhiệt độ 65 -70⁰C. Sau đó dùng ống bơm lấy 5 ml cacbon tetraclorua cho vào cốc cân, đậy cốc bằng nắp và rửa cẩn thận dầu dính trên thành cốc. Đổ vào cuvet thứ nhất dung dịch nhận được, còn cuvet thứ hai, dung dịch kiểm tra đã chuẩn bị theo điều 4.2 và đo mật độ quang của dung dịch thử ở bước sóng $\gamma = 2925 \text{ cm}^{-1}$ trong vùng hấp thụ 2800 -3000 cm^{-1} với khoảng rộng khe phổ không lớn hơn 5 cm^{-1} . Sử dụng đường mòn khe phổ đi qua đỉnh hấp thụ ở bước sóng $\gamma = 2800 \text{ cm}^{-1}$ và $\gamma = 3000 \text{ cm}^{-1}$ như đã chỉ dẫn ở hình 2. Sau đó tính mật độ quang tương ứng với giá trị hấp thụ đã đo.

Hình 2

1.6 Tính kết quả

1.6.1. Hàm lượng dầu (X) tính bằng mg/ l theo công thức

$$X = \frac{0,417}{D} \cdot \frac{V \cdot K}{s \cdot V_1}$$

trong đó :

0,417 - đại lượng với hệ số hấp thụ dầu ở 2925 cm^{-1} , mg/cm^2

D- mật độ quang của dung dịch thử;

V- thể tích dung môi (cacbon tetraclorua), ml;

K- hệ số bay hơi theo bảng phụ lục 4 TCVN 2616-1993;

s- chiều dày cuvet, cm;

V₁- thể tích mẫu amoniac lỏng, l.

1.6.2 Kết quả cuối cùng là trung bình cộng các kết quả của hai phép xác định song song, sai lệch cho phép giữa chúng không được vượt quá 10 % ở xác suất P= 0,95.

2.PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG

2.1 Lấy mẫu

Tiến hành lấy mẫu theo TCVN 2614-1993

2.2. Dung dịch, thuốc thử và dụng cụ

Cacbon tetraclorua, (CCl₄), TKPT.

Axit clohidric, dung dịch 1:1;

Bình Lisenco dung tích 500 ml theo TCVN 2614-1993;

Phễu chiết thủy tinh;

Chén cân thủy tinh;

Tủ sấy, có điều chỉnh nhiệt độ đến 110⁰C;

Bếp cách thủy;

Cân phân tích với độ chính xác 0,0002 g.

2.3 Tiến hành thử

Lấy 500 ml amoniac lỏng vào bình Lisenco theo TCVN 2614-1993 cho bình vào tủ hút để amoniac lỏng bay hơi tự do cho đến khi không còn sủi bọt, cho vào bình lisenco 15 ml dung dịch axit clohidric 1 : 1.

Lắc kỹ cho tan hết cặn sắt, sau đó cho tiếp 10 ml dung dịch cacbon tetraclohua, cuối cùng tráng bằng nước cất, dịch tráng gộp chung vào phễu chiết, lắc kỹ, để yên cho dung dịch phân lớp hoàn toàn, chiết lớp dung dịch vào chén cân thủy tinh đã biết trước khối lượng và cân đến khối lượng không đổi với độ chính xác 0,0002 g. Cô chén trên bình cách thủy ở nhiệt độ 105 – 110⁰ C đến khô.

Đặt chén cân có mẫu dầu vào tủ sấy, sấy ở 105 -110⁰C đến khối lượng không đổi (khoảng 1 giờ) , làm nguội chén trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng rồi đem cân với độ chính xác đến 0,0002 g.

2.4 Tính kết quả

Hàm lượng dầu (X) được tính bằng mg/l theo công thức

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 1000}{V}$$

Trong đó :

m₁ - khối lượng chén cân thủy tinh không chứa mẫu trước khi sấy, mg.

m₂- khối lượng chén cân thủy tinh có chứa mẫu sau khi sấy, mg;

V- thể tích mẫu amoniac lỏng, ml.
