

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 2617 : 2008
ISO 7106 : 1985

Xuất bản lần 3

TỔNG CỤC TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

BẢN GỐC TCVN

KHÔNG SỬ DỤNG

AMONIAC KHAN HÓA LỎNG
SỬ DỤNG TRONG CÔNG NGHIỆP –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG DẦU –
PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG VÀ
QUANG PHỔ HỒNG NGOẠI

*Liquefied anhydrous ammonia for industrial use – Determination of oil content –
Gravimetric and infrared spectrometric methods*

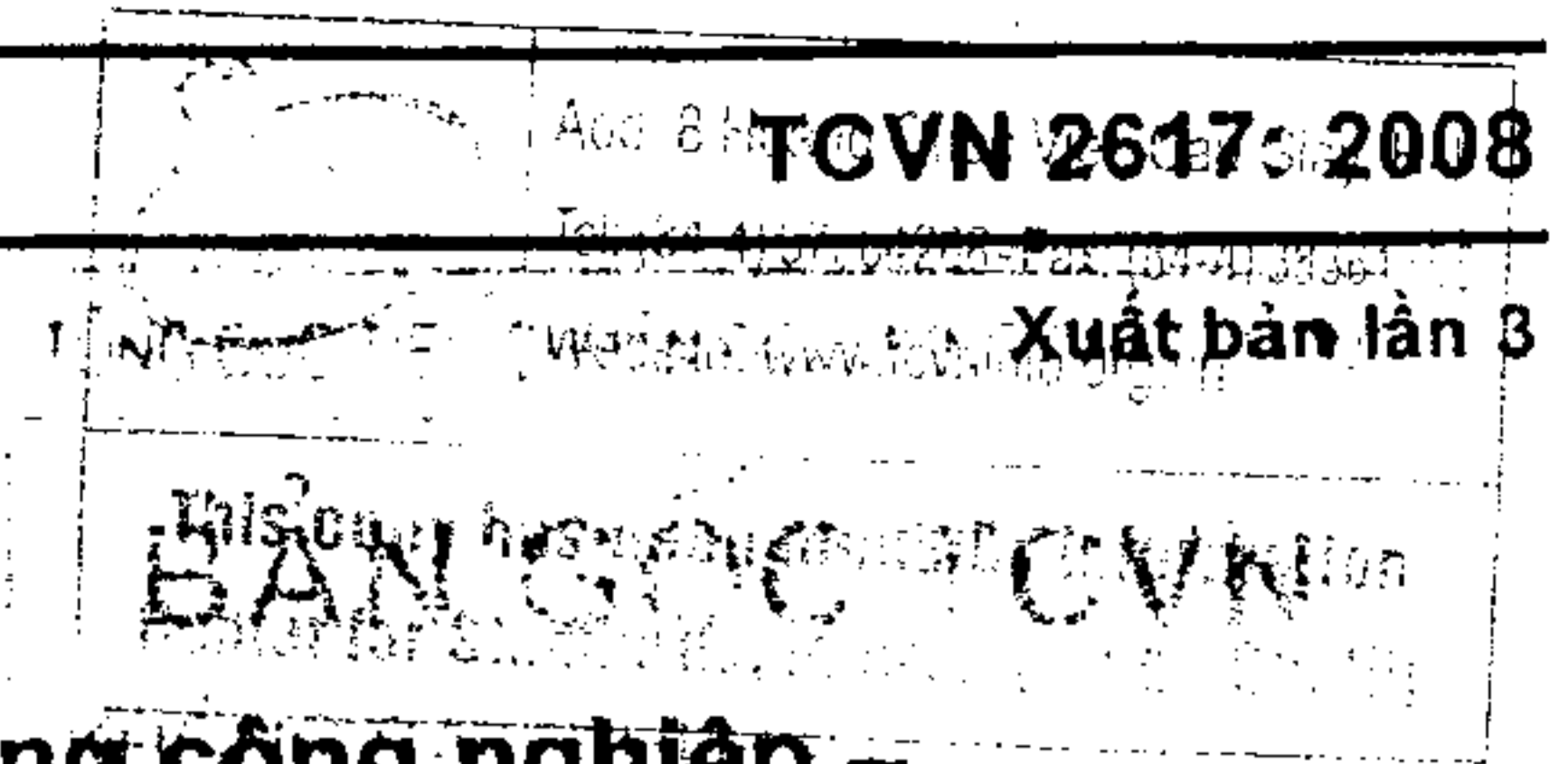
HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 2617 : 2008 thay thế cho TCVN 2617 : 1993.

TCVN 2617 : 2008 hoàn toàn tương đương với ISO 7106 : 1985.

TCVN 2617 : 2008 do Tiểu Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC47/SC2 Hóa học – Phương pháp thử biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.



Amoniac khan hóa lỏng sử dụng trong công nghiệp – Xác định hàm lượng dầu – Phương pháp khối lượng và quang phổ hồng ngoại

*Liquefied anhydrous ammonia for industrial use –
Determination of oil content – Gravimetric and infrared spectrometric methods*

CẢNH BÁO Amoniac khan hóa lỏng là chất độc, ăn mòn mạnh, sôi ở $-33,3\text{ }^{\circ}\text{C}$ ở áp suất khí quyển chuẩn. Nó tác động mạnh lên da và mắt, gây bỏng nặng và sâu. Tiếp xúc với mắt có thể gây mù vĩnh viễn.

Hơi của amoniac kích thích mạnh đối với màng nhầy và mắt, và gây hiệu ứng nghẹt thở.

Ở nồng độ từ 16 % đến 25 % (theo thể tích), amoniac khan dạng khí tạo thành hỗn hợp nổ với không khí.

Trách nhiệm cá nhân khi tiếp xúc với amoniac là phải biết đầy đủ về đặc tính nguy hiểm của amoniac và biết cách để phòng.

Người thao tác phải đi găng cao su dày, tạp dề cao su, bảo vệ toàn bộ mặt và đầu và phải trang bị mặt nạ phòng khí độc có bộ lọc amoniac.

Các mẫu phải được xử lý chỉ trong tủ hút có thông gió tốt.

Để biết thêm thông tin, xem TCVN 7289 (ISO 3165).

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định hai phương pháp để xác định hàm lượng dầu không bay hơi ở khoảng $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ có trong amoniac lỏng sử dụng trong công nghiệp, cụ thể là:

- phương pháp khối lượng;
- phương pháp quang phổ hồng ngoại.

Phương pháp khối lượng áp dụng cho sản phẩm có hàm lượng dầu không nhỏ hơn 10 mg/kg.

Phương pháp quang phổ hồng ngoại có độ nhạy cao hơn áp dụng cho sản phẩm có hàm lượng dầu lớn hơn 1 mg/kg.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là rất cần thiết khi áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng bản mới nhất, bao gồm cả các bản sửa đổi (nếu có).

TCVN 2614 : 2008 (ISO 7103 : 1982) Amoniac khan hóa lỏng sử dụng trong công nghiệp – Lấy mẫu – Lấy mẫu phòng thí nghiệm.

TCVN 7289 : 2003 (ISO 3165 : 1976) Lấy mẫu sản phẩm hóa dùng trong công nghiệp – An toàn trong lấy mẫu.

3 Nguyên tắc

Làm bay hơi phần mẫu thử của amoniac lỏng ở nhiệt độ môi trường. Sử dụng cacbon tetraclorea, chiết dầu có trong phần còn lại và xác định hàm lượng dầu theo phương pháp 3.1 hoặc 3.2.

3.1 Phương pháp khối lượng

Bay hơi dung môi hữu cơ và cân phần còn lại.

3.2 Phương pháp quang phổ hồng ngoại

Đo quang phổ hấp thụ hồng ngoại của pha hữu cơ tại bước sóng khoảng 3,42 μm , đây là dải hấp thụ mạnh nhất tương ứng với dao động bất đối xứng của gốc CH.

4 Thuốc thử và vật liệu

Trong quá trình phân tích, trừ khi có qui định khác, chỉ sử dụng các thuốc thử có độ tinh khiết được thừa nhận và nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

4.1 Cacbon tetraclorea, không hấp thụ tại bước sóng khoảng 3,42 μm .

CẢNH BÁO Cacbon tetraclorea là chất độc. Tránh hít phải hơi. Tránh tiếp xúc với da và mắt.

4.2 Axit clohydric (ρ khoảng 1,19 g/ml), dung dịch khoảng 4 % (theo khối lượng).

4.3 Axit sulfuric (ρ khoảng 1,84 g/ml), dung dịch khoảng 10 % (theo khối lượng).

4.4 Hỗn hợp làm lạnh, bao gồm hỗn hợp của cacbon dioxit rắn và metanol cấp độ kỹ thuật với tỷ lệ có thể đạt được nhiệt độ từ $-35\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$.

CHÚ THÍCH Có thể sử dụng axeton cấp độ kỹ thuật thay cho metanol.

4.5 Dầu parafin, dung dịch chuẩn trong cacbon tetraclorea, tương ứng với lượng dầu là 0,500 g/l.

Cân khoảng 0,050 g dầu parafin cấp độ quang phổ (*n*-hexadecan là thích hợp), chính xác đến 0,000 1 g, cho vào cốc có dung tích thích hợp (100 ml là phù hợp) và hòa tan trong khoảng 50 ml cacbon tetraclorea (4.1). Chuyển dung dịch sang bình định mức dung tích 100 ml, pha loãng đến vạch mức bằng cacbon tetraclorea cùng loại và lắc đều.

1 ml của dung dịch tiêu chuẩn này chứa 0,50 mg dầu.

4.6 Metyl đỏ, dung dịch 1 g/l trong etanol 95 % (theo thể tích).

5 Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị, dụng cụ thông thường phòng thí nghiệm và

5.1 Thiết bị lấy mẫu

Ví dụ điển hình về thiết bị này được nêu trong Hình 1 và bao gồm các chi tiết sau:

5.1.1 Ống thử bằng thủy tinh, dung tích 250 ml, có vạch định mức 200 ml, được gắn nút thủy tinh nhám 24/29 với nhánh có van ba chiều (3) và nhánh bên để nối ống với hai bình hình nón (A và B), mỗi bình có dung tích 1 000 ml.

Trong thiết bị được lắp ráp, ống thử được lắp với hai van ba chiều (3 và 4) để có thể nối với bình hình trụ có chứa amoniac lỏng hoặc nối với hai bình hình nón (A và B).

Các van được bôi trơn bằng mỡ silicon hoặc được làm bằng polytetrafluoroetylen (PTFE).

5.1.2 Bình Dewar, có khả năng chứa được ống thử (5.1.1) và nhìn được vạch định mức.

5.2 Tủ sấy, có khả năng điều chỉnh nhiệt độ tại $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

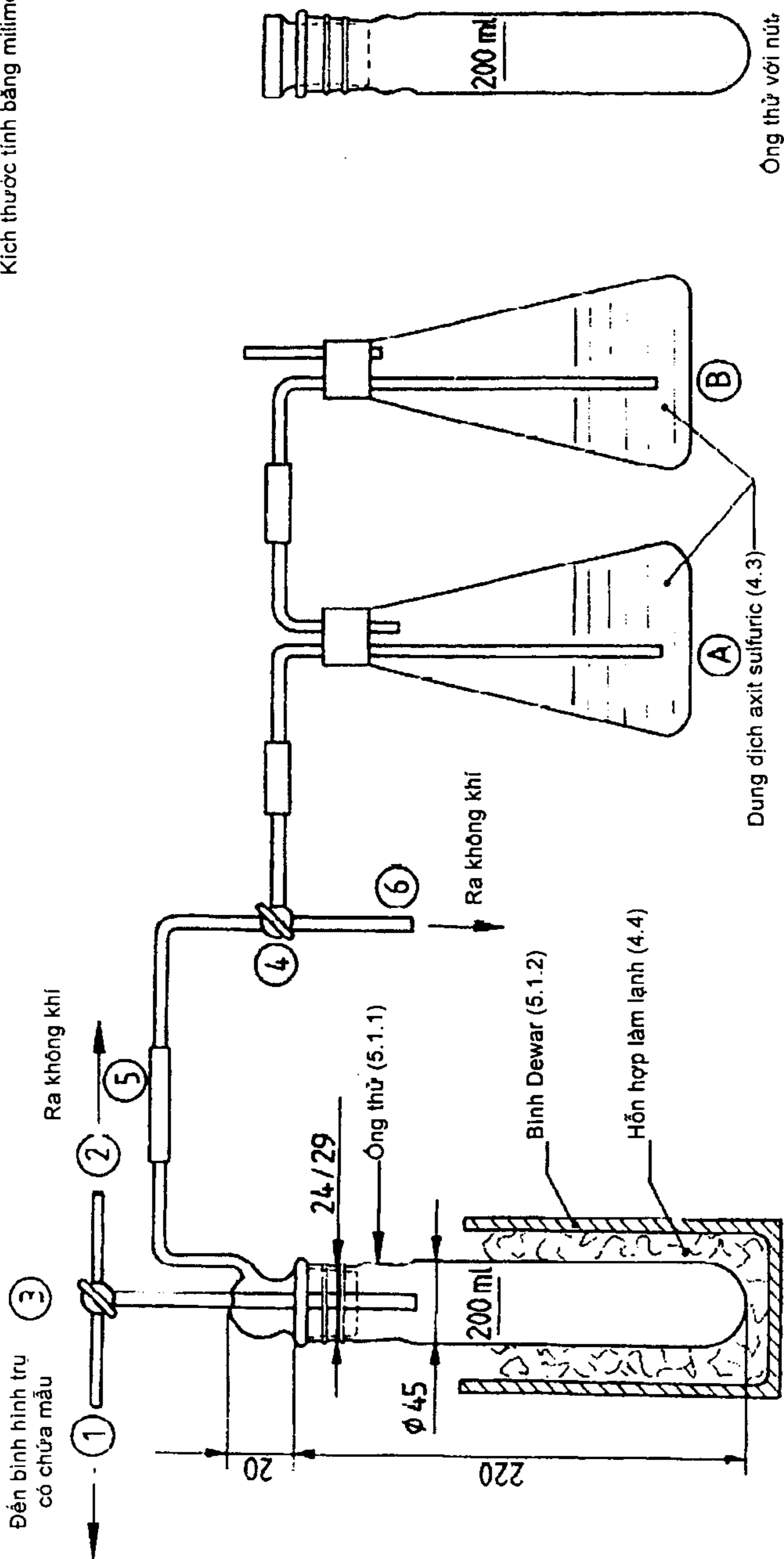
5.3 Đĩa platin, dung tích khoảng 70 ml.

5.4 Phô kế để đo dài hồng ngoại (IR), có cuvet thạch anh với chiều dày 1 cm.

6 Lấy mẫu

Lấy mẫu theo TCVN 2614 : 2008 (ISO 7103 : 1982).

Kích thước tính bằng milimet



Hình 1 – Thiết bị lấy mẫu điển hình

7 Cách tiến hành

CẢNH BÁO Thực hiện tất cả các thao tác trong tủ hút có thông gió tốt.

7.1 Phần mẫu thử

Cân, chính xác đến 0,000 1 g, các bộ phận gồm hai bình hình nón (A và B), mỗi bình chứa khoảng 500 ml axit sulfuric (4.3) và vài giọt dung dịch metyl đỏ (4.6), cùng với các ống nối thể hiện trong Hình 1, bắt đầu tại điểm 5.

Ngâm ống thử có nút (5.1.1) vào bình Dewar (5.1.2), đổ hỗn hợp làm lạnh (4.4) khoảng 3/4 thể tích bình và nối ống thử với các bình hình nón.

Điều chỉnh van số 3 để cách ly ống thử và để thông các nhánh nối số 1 và số 2 với không khí.

Sử dụng ống cao su nối nhánh số 1 với bình hình trụ có chứa mẫu phòng thí nghiệm. Cẩn thận mở van của bình hình trụ và để amoniac thoát từ từ ra ngoài không khí, cho đến khi các nhánh số 1 và số 2 bị làm lạnh hoàn toàn và xuất hiện các giọt amoniac.

Ngay lập tức điều chỉnh van số 3 để cách ly nhánh số 2, cùng lúc đó nối nhánh số 1 với ống thử và để nhánh số 6 mở bằng van số 4.

Điều chỉnh nhanh van số 4 để nối hai bình hình nón với phần còn lại của thiết bị, cẩn thận cách ly nhánh số 6. Amoniac khan hóa lỏng được gom như vậy vào ống thử, trong khi đó khí amoniac bị hấp thụ bởi dung dịch axit sulfuric (4.3) có chứa trong hai bình hình nón.

Ngay khi amoniac lỏng trong ống thử đạt đến vạch mức 200 ml, điều chỉnh van số 4 để nối ống thử với không khí và để cách ly với hai bình hình nón.

Điều chỉnh ngay van số 3 để cách ly ống thử và cho khí amoniac thoát ra ngoài không khí qua nhánh số 2.

Sau đó khóa van bình hình trụ có chứa mẫu phòng thí nghiệm và tháo ra khỏi thiết bị.

Ngay khi thu được phần mẫu thử, tháo rời các bộ phận gồm hai bình hình nón và các ống nối thể hiện trong Hình 1, bắt đầu tại điểm 5. Để phần mẫu thử đạt đến nhiệt độ môi trường và cân chính xác đến 0,1 g.

7.2 Tách dầu

Sấy đĩa platin (5.3) ở nhiệt độ $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 1 h trong tủ sấy (5.2). Để nguội trong bình hút ẩm, tốt nhất là có silica gel hoạt tính hoặc alumin hoạt tính và cân chính xác đến 0,000 1 g.

Tháo ống thử (5.1.1) có chứa phần mẫu thử khỏi bình Dewar (5.1.2) và để amoniac bay hơi từ từ ở nhiệt độ môi trường qua nhánh số 2 (xem Hình 1) cho đến khi phần còn lại bao gồm dung dịch amoniac lỏng, dầu và các tạp chất khác, không bay hơi ở nhiệt độ môi trường, được giữ lại ở đáy ống thử.

Thêm một ít nước và vài giọt dung dịch axit clohydric (4.2) vào ống thử cho đến khi hỗn hợp là axit yếu, kiểm tra bằng dung dịch chỉ thị (4.6).

Sau đó thêm 10 ml cacbon tetraclorea (4.1), khuấy và chuyển sang phễu chiết. Tráng hai hoặc ba lần ống thử bằng 10 ml cacbon tetraclorea để loại bỏ tất cả các vết dầu, gộp phần nước tráng vào phễu chiết.

Lắc mạnh phễu chiết, để pha hữu cơ lắng xuống, lọc từ từ qua giấy lọc khô và gộp phần lọc vào đĩa platin đã biết trước khối lượng (5.3). Rửa giấy lọc bằng 10 ml cacbon tetraclorea, thêm phần nước rửa vào phần lọc.

Thêm vào phễu chiết 10 ml cacbon tetraclorea, lắc mạnh, để pha hữu cơ lắng xuống, lọc qua giấy lọc và gộp phần lọc vào đĩa platin.

7.3 Cách xác định

7.3.1 Phương pháp khối lượng

7.3.1.1 Loại bỏ dung môi và cân

Làm bay hơi cacbon tetraclorea trên bếp cách thủy trong tủ hút có thông gió tốt. Cho đĩa có mẫu vào tủ sấy (5.2), sấy ở nhiệt độ $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 15 min đến 20 min.

Để đĩa nguội đến nhiệt độ môi trường trong bình hút ẩm, tốt nhất là có silica gel hoạt tính hoặc alumin hoạt tính và cân chính xác đến 0,000 1 g.

7.3.1.2 Biểu thị kết quả

Hàm lượng dầu, không bay hơi ở khoảng $105\text{ }^{\circ}\text{C}$, tính bằng miligam trên kilogam, theo công thức.

$$\frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 10^6$$

Trong đó

m_0 là khối lượng của phần mẫu thử (7.1), tính bằng gam. Đây là tổng thể tích của amoniac lỏng được gom vào ống thử, tính bằng mililit, nhân với 0,68 (0,68 g/ml là khối lượng riêng của amoniac lỏng), và lượng gia tăng khối lượng, tính bằng gam, của các bộ phận bao gồm hai bình hình nón và các ống nối thể hiện trong Hình 1, bắt đầu tại điểm 5;

m_1 là khối lượng của đĩa platin rỗng đã biết trước khối lượng (5.3), tính bằng gam;

m_2 là khối lượng của đĩa platin (5.3) và dầu, tính bằng gam.

Thực hiện hai phép xác định và lấy giá trị trung bình của hai kết quả.

7.3.2 Phương pháp quang phổ hồng ngoại

7.3.2.1 Chuẩn bị dung dịch thử

Sau khi lấy đĩa có chứa mẫu như trong 7.3.1.1 ra khỏi bình hút ẩm, thêm vào đĩa 10 ml cacbon tetraclorea (4.1) để hòa tan dầu. Chuyển dung dịch sang bình định mức dung tích 50 ml. Tráng đĩa hai hoặc ba lần bằng 10 ml cacbon tetraclorea để loại bỏ hết tất cả các vết dầu, gộp phần nước tráng vào bình định mức trên. Pha loãng đến vạch mức bằng cacbon tetraclorea cùng loại và lắc đều.

CHÚ THÍCH Thao tác này cần thiết để nhận được các điều kiện trong phương pháp hồng ngoại giống như trong phương pháp khối lượng, có nghĩa là loại trừ bất kỳ các hydrocacbon nhẹ có khả năng làm thay đổi kết quả của phép xác định.

7.3.2.2 Chuẩn bị đồ thị hiệu chuẩn

7.3.2.2.1 Chuẩn bị các dung dịch đối chứng liên quan đến phép đo quang phổ được thực hiện với cuvet thạch anh có chiều dày 1 cm.

Cho các thể tích dung dịch dầu chuẩn (4.5) trong Bảng 1 vào dãy sáu bình định mức dung tích 50 ml.

Bảng 1 – Thể tích dung dịch dầu chuẩn

Dung dịch dầu chuẩn (4.5) ml	Tương ứng với khối lượng dầu mg
0,50	0,25
1,00	0,50
2,00	1,00
3,00	1,50
4,00	2,00
5,00	2,50

Pha loãng mỗi bình đến vạch mức bằng cacbon tetraclorea (4.1) và lắc đều

7.3.2.2.2 Phép đo quang phổ

Sử dụng phổ kế IR (5.4) có cuvet thạch anh 1 cm và điều chỉnh bước sóng khoảng 3,42 μm , thực hiện phép đo quang phổ, sau khi điều chỉnh thiết bị đến vạch hấp thụ zero theo cacbon tetraclorea (4.1).

7.3.2.2.3 Vẽ đồ thị

Vẽ đồ thị, trong đó giá trị khối lượng của dầu thu được trong 50 ml dung dịch đối chứng, tính bằng gam, biểu diễn trên trục hoành và các giá trị hấp thụ biểu diễn trên trục tung.

CHÚ THÍCH Mỗi phép xác định phải chuẩn bị đồ thị hiệu chuẩn mới.

7.3.2.3 Đo phổ của dung dịch thử

Thực hiện đo phổ của dung dịch thử (7.3.2.1) như qui định trong 7.3.2.2.2.

7.3.2.4 Biểu thị kết quả

Sử dụng đồ thị hiệu chuẩn (7.3.2.2.3), xác định khối lượng của dầu tương ứng với hấp thụ của dung dịch thử.

Hàm lượng dầu, không bay hơi ở khoảng 105 °C, tính bằng miligam trên kilogam, theo công thức.

$$\frac{m_3 \times 1000}{m_0}$$

Trong đó

m_0 có cùng ý nghĩa như trong 7.3.1.2;

m_3 là khối lượng của dầu trong dung dịch thử (7.3.2.1), tính bằng gam.

Theo qui ước hàm lượng dầu được coi là hàm hiệu chuẩn. Xác định hàm lượng dầu trong tiêu chuẩn hiện hành được tính theo parafin mạch thẳng, ví dụ *n*-hexadecan.

CHÚ THÍCH Vì độ nhạy của phương pháp, tránh làm nhiễm bẩn thiết bị với dầu hoặc các chất béo.

Thực hiện hai phép xác định và lấy giá trị trung bình của hai kết quả.

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin sau:

- Nhận dạng mẫu;
 - Tên của phương pháp sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - Kết quả và biểu thị kết quả sử dụng;
 - Các điểm bất thường trong khi tiến hành;
 - Các thao tác bất kỳ không qui định trong tiêu chuẩn này hoặc tùy ý.
-