

NITƠ KỸ THUẬT Nitrogen technical	TCVN 3286-79
	Có hiệu lực từ 1-1-1981

Tiêu chuẩn này áp dụng cho nitơ khí và lỏng dùng trong kỹ thuật điều chế bằng phương pháp hoá lỏng, sau đó tinh luyện tách nitơ và oxy ra khỏi hỗn hợp không khí.

1. YÊU CẦU KỸ THUẬT

Nitơ kỹ thuật được chia làm 3 loại sau đây:

- Loại 99,5 % có hàm lượng nitơ không nhỏ hơn 99,5 % thể tích.
- Loại 98 % có hàm lượng nitơ không nhỏ hơn 98 % thể tích
- Loại 96 % có hàm lượng nitơ không nhỏ hơn 96 %.

2. PHƯƠNG PHÁP THỬ

2.1. Để xác định nồng độ phải lấy mẫu ở ống dẫn nitơ từ thép tinh luyện ra thùng chứa, hay ở các bình chứa sản phẩm.

2.2. Khi lấy mẫu từ các bình phải tuyệt đối tuân theo các quy tắc an toàn đã được quy định trong quy phạm kỹ thuật an toàn các bình chịu áp lực (QPVN- 75).

2.3. Nếu lấy mẫu từ đường ống dẫn ở thép ra, cứ 30 phút phải lấy một lần.

2.4. Khi lấy mẫu từ các bình chứa, thì lấy 5% số bình của lô sản phẩm, trong trường hợp số bình ít thì lấy không được ít quá 3 bình

2.5. Trường hợp thử ở lô sản phẩm thấy chất lượng không đạt yêu cầu của tiêu chuẩn này thì phải lấy mẫu một lượng mẫu gấp đôi để thử. Kết quả thử lần này được xem là kết quả cuối cùng.

2.6. Việc thử phải tiến hành ngay sau khi lấy mẫu.

3. XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NITƠ

3.1. Để xác định hàm lượng nitơ, dùng bình phân tích kiểu ôxa gồm hai (2) loại thuốc thử dưới đây.

3.2. Dụng cụ : - Dụng cụ để phân tích nitơ kiểu ôxa được dùng chung cho cả hai loại thuốc thử (dụng cụ xem hình vẽ).

3.3. Xác định hàm lượng nitơ bằng phương pháp thứ nhất

3.3.1. Thuốc thử gồm:

- Nước cất theo TCVN 2217-77.
- Dung dịch hấp thụ pha chế như sau:

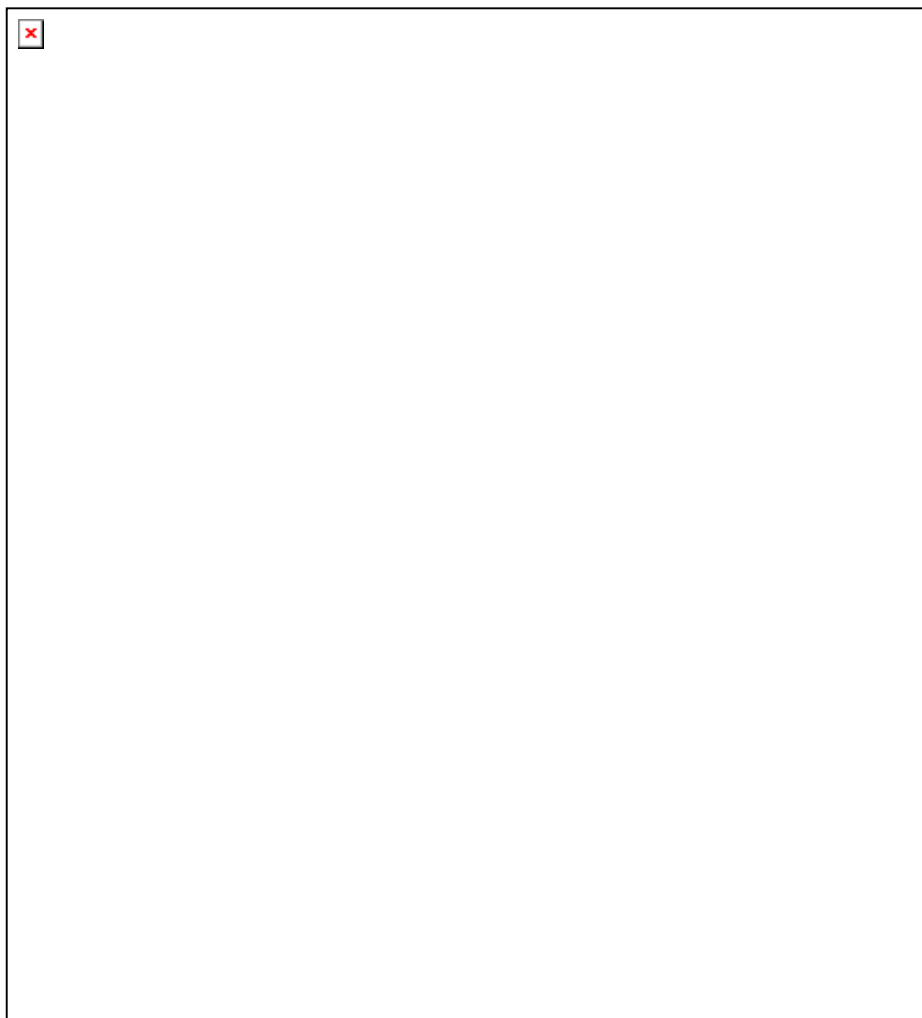
Hoà tan 750 gam muối amoni clorua (NH_4Cl) vào 1 lít nước cất và pha vào 1 lít dung dịch amoni hydroxit (NH_4OH) 25 %, sau đó lọc.

- Dây đồng đỏ dạng xoắn, đường kính 0,5-0,8 mm xoắn trên dài một dây có đường kính 5 mm và cắt thành các đoạn có chiều dài 10 mm .

3.3.2. Chuẩn bị dụng cụ và thuốc thử bằng phương pháp thứ nhất: Cho dây đồng đã cuộn hình lò so như điểm ba mục 3.7.1 vào bình phản ứng, sau đó nút bằng nút có lỗ hở nhỏ, rồi cho nhẹ nhàng vào bình 7, đổ đầy dung dịch vào pha chế như ở mục 3.3.1 vào bình đầy 9. Mở

van 4 cho thông giữa ống đo 1 và bình phản ứng 2, nâng bình đầy 9 lên sao cho dung dịch tràn đầy lên ống đo 1 và tràn sang bình 2 đến khi dung dịch ở bình 9 hết, đổ tiếp dung dịch vào bình 9 và làm như trên, đến khi nào dung dịch đã đầy ống đo 1, đầy bình phản ứng 2, ở bình 7 đạt 1/3 (tính từ dưới lên), dung dịch còn lại 1/3 ở bình đầy 9 coi như đã chuẩn bị xong dụng cụ.

3.3.3. Cách tiến hành thử nitơ khí (xem hình vẽ). Mở van 4 sao cho bình phản ứng 2 thông với ống đo 1(van 6 xoay thông giữa bình 1 và bình 2, không được thông với bình 3). Đến khi nào trong bình 2 không còn bọt khí, xoay van 4 a để đuổi khí từ ống đo 1 ra ngoài khí quyển, khi nào dung dịch tràn ra miệng ống 10, lập tức đóng van 4 a (xoay thông sang bình 2, ngắt dòng nitơ vào dụng cụ. Nâng bình đầy 9 lên để cho nitơ tràn sang bình phản ứng, rồi lại hạ bình đầy 9, cứ như thế làm đi làm lại nhiều lần. Muốn phản ứng hấp thụ nhanh, sẽ lắc như bình phản ứng. Đến khi nào thấy thể tích khí trong ống đo 1, khi nào có dung dịch chảy theo lập tức đóng van 4a lại, nâng bình đầy 9 lên sao cho mức lỏng trong bình đầy 9. (Để cân bằng áp xuất) Kết quả thu được đọc trên thang chia độ của ống đo khắc độ 1. (Đường giới hạn giữa mức khí và lỏng trong ống đo) là chỉ số nồng độ nitơ tính bằng % V (% thể tích).



1.Ống đo khắc độ có dung tích 100 cm³(buret) chia độ từ 0-100. Khoảng cách từ 95-100 cm³ chia đến 0,1 cm³.

2.Bình phản ứng chứa dầy đồng và dung dịch hấp thụ.

3. Bình phản ứng chứa các ống thủy tinh nhỏ và dung dịch thử bằng pirôgalola [$C_6H_2(OH)_3$]

4. (Gồm 4a và 4 b) Van 2 ngả

5. Và 6- Van 3 ngả.

7 . Bình cân bằng

8 . Dây đồng dạng xoắn

9 . Bình đầy

10 . Ống dẫn khí vào lấy mẫu (uốn lượn sóng, để ổn áp)

11 . Lọ chứa dung dịch tràn

12 Miệng ống để tháo dung dịch ra

3.3.4. Cách tiến hành thử nitơ lỏng

Nitơ lỏng được đựng trong bình chứa có lớp cách nhiệt với môi trường bên ngoài.

Khi tiến hành lấy mẫu và thử nitơ lỏng, phải tiến hành cho nitơ lỏng bốc hơi thành thể khí, hơi bốc phải có nhiệt độ bằng nhiệt độ môi trường, mới lấy vào dụng cụ để thử, tiến hành thử như ở mục 3.3.3 của tiêu chuẩn này.

Chú ý : Khi tiếp xúc với nitơ lỏng, không để nitơ lỏng dây vào tay chân, để tránh tai nạn do bỏng lạnh gây ra, rất nguy hiểm.

3.4. Xác định hàm lượng nitơ bằng phương pháp thứ hai (xem hình vẽ).

3.4.1. Thuốc thử dùng pirogalola trong môi trường kali hydroxyt

- Pirogalola [$C_6H_3(OH)_3$]
- Kali hydroxyt dạng hạt trắng
- Nước cất theo TCVN 2217-77.

3.4.2. Chuẩn bị thuốc thử và dụng cụ:

Pha 60 gam pirogalola vào 6180 ml nước cất và 60 gam kali hydroxyt dạng hạt sẽ được dung dịch để thử, hoặc pha 25 gam pirogalola và 38 gam kali hydroxyt vào 180 ml nước cất.

- Chuẩn bị dụng cụ

Van 4 b phải đóng, xoay van 4a và van 6 để ống đo 1 thông với bình phản ứng 3 (trong có các ống thủy tinh nhỏ) mở van 5 để tháo bớt dung dịch thử ở phương pháp 1, cho nước cất vào rửa vài lần cho sạch sẽ, sau đó lại xoay van 5 thông với ống đo với bình đầy, sau đó đổ dung dịch đã pha chế trên vào bình đầy và làm như ở mục 3.3.2.

3.4.3. Cách tiến hành lấy mẫu thử nitơ khí như ở mục 3.3.3 tiêu chuẩn này (van 4b đóng, để thử ở bình 3 bằng mở van 6).

3.4.4 Cách tiến hành thử nitơ như mục 3.3.1 tiêu chuẩn này.

4. ĐÓNG BÌNH, GHI NHÃN, BẢO QUẢN VÀ VẬN CHUYỂN

4.1. Nitơ khí được nạp trong các bình thép chịu áp lực không có mối hàn.

4.2. Các bình chứa nitơ khí được sơn màu đen chữ vàng, sọc nâu như quy định trong (QPVN 2-75).

4.3. Trên bình có đóng các số của nhà máy chế tạo quy định :

- Tháng năm chế tạo
- Áp suất thử của bình
- Áp suất làm việc của bình
- Thể tích của bình

- Khối lượng bình không (không kể van và nắp)
- Số hiệu của bình, số hiệu kiểm nghiệm của nhà máy nạp
- Dấu của cơ quan kiểm tra
- Số hiệu tiêu chuẩn nếu có
- Tháng năm thử áp lực và thời hạn thử tiếp theo.