

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

TỔNG CỤC TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**BẢN GỐC TCVN**

**TCVN 8005 : 2008**

**ISO 7105 : 1985**

Xuất bản lần 1

**AMONIAC KHAN HÓA LỎNG  
SỬ DỤNG TRONG CÔNG NGHIỆP –  
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NƯỚC –  
PHƯƠNG PHÁP KARL FISCHER**

*Liquefied anhydrous ammonia for industrial use – Determination of water content –  
Karl Fischer method*

**HÀ NỘI - 2008**

**Lời nói đầu**

TCVN 8005 : 2008 và TCVN 2616 : 2008 thay thế TCVN 2616 : 1993.

TCVN 8005 : 2008 hoàn toàn tương đương với ISO 7105 : 1985.

TCVN 8005 : 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 nước – Phương pháp Karl Fischer**

*Liquefied anhydrous ammonia for industrial use –  
Determination of water content – Karl Fischer method*

**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 đề 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 thao tác mô tả phải được thực hiện 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 phương pháp Karl Fischer điện thế trực tiếp để xác định hàm lượng nước của amoniac lỏng sử dụng trong công nghiệp.

Phương pháp này áp dụng cho sản phẩm có hàm lượng nước không nhỏ hơn 50 mg/kg.

**CHÚ THÍCH** Đối với hàm lượng nước lớn hơn 1 000 mg/kg, tốt nhất là pha loãng phần còn lại sau khi bay hơi với metanol khan theo ISO 4276 và chuẩn độ một phần dung dịch pha loãng.

## 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 8005 : 2008

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

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

ISO 760 Determination of water – Karl Fischer method (general method) [Xác định hàm lượng nước – Phương pháp Karl Fischer (phương pháp chung)].

ISO 4276 Anhydrous ammonia for industrial use – Evaluation of residue on evaporation – Gravimetric method (Amoniac khan sử dụng trong công nghiệp – Xác định cặn sau khi bay hơi – Phương pháp khối lượng)

### 3 Nguyên tắc

Làm bay hơi phần mẫu thử trong sự có mặt của etylen glycol và xác định hàm lượng nước của phần còn lại bằng phương pháp Karl Fischer điện thế trực tiếp.

### 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 phân tích và nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

Thuốc thử và vật liệu đã cho trong ISO 760 và:

**4.1 Hỗn hợp làm lạnh**, bao gồm hỗn hợp của cacbon dioxit rắn và metanol (cấp độ kỹ thuật là thích hợp), có thể đạt được nhiệt độ từ  $-35\text{ }^{\circ}\text{C}$  đến  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

CHÚ THÍCH Axeton cấp độ kỹ thuật có thể sử dụng thay thế metanol.

**4.2 Axit sulfuric** ( $\rho$  khoảng 1,84 g/ml), dung dịch khoảng 10 % (theo khối lượng).

**4.3 1,2-Etanediol (etylen glycol)** ( $\text{CH}_2\text{OH}-\text{CH}_2\text{OH}$ ), có hàm lượng nước không lớn hơn 0,1 % (theo khối lượng).

CHÚ THÍCH 1,2-Etanediol là chất hút ẩm mạnh; ngăn ngừa sự hấp thụ độ ẩm môi trường.

**4.4 Hỗn hợp metanol/axit axetic**

Trộn 100 ml axit axetic băng,  $\rho$  khoảng 1,05 g/ml, với 900 ml metanol có hàm lượng nước không lớn hơn 0,03 % (theo khối lượng).

**4.5 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 qui định trong ISO 760.

### 5.2 Thiết bị lấy mẫu thử

Ví dụ điển hình của thiết bị được thể hiện trong Hình 1 và bao gồm các bộ phận sau:

5.2.1 Ống thử bằng thủy tinh, có tổng dung tích khoảng 150 ml, có vạch định mức 100 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).

5.2.2 Bình Dewar, có khả năng chứa được ống thử (5.2.1) và nhìn được vạch định mức.

## 6 Lấy mẫu

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

## 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 0,1 g, các bộ phận gồm hai bình hình nón (A và B), mỗi bình chứa khoảng 500 ml axit sulfuric (4.2) và vài giọt dung dịch metyl đỏ (4.5), cùng với các ống nối thể hiện trong Hình 1, bắt đầu tại điểm 5.

Ngâm ống thử không đậy nút (5.2.1) vào bình Dewar (5.2.2), đổ hỗn hợp làm lạnh (4.1) khoảng 3/4 thể tích bình. Cho 2 ml 1,2-etanediol (4.3) vào ống thử, đậy nút 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. Carefully 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, đồng thời nối nhánh số 1 với ống thử và điều chỉnh van số 4 để mở nhánh nối số 6.

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 (4.2) có chứa trong hai bình hình nón.

Ngay khi amoniac lỏng trong ống thử đạt đến vạch mức 100 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 Phép thử trắng**

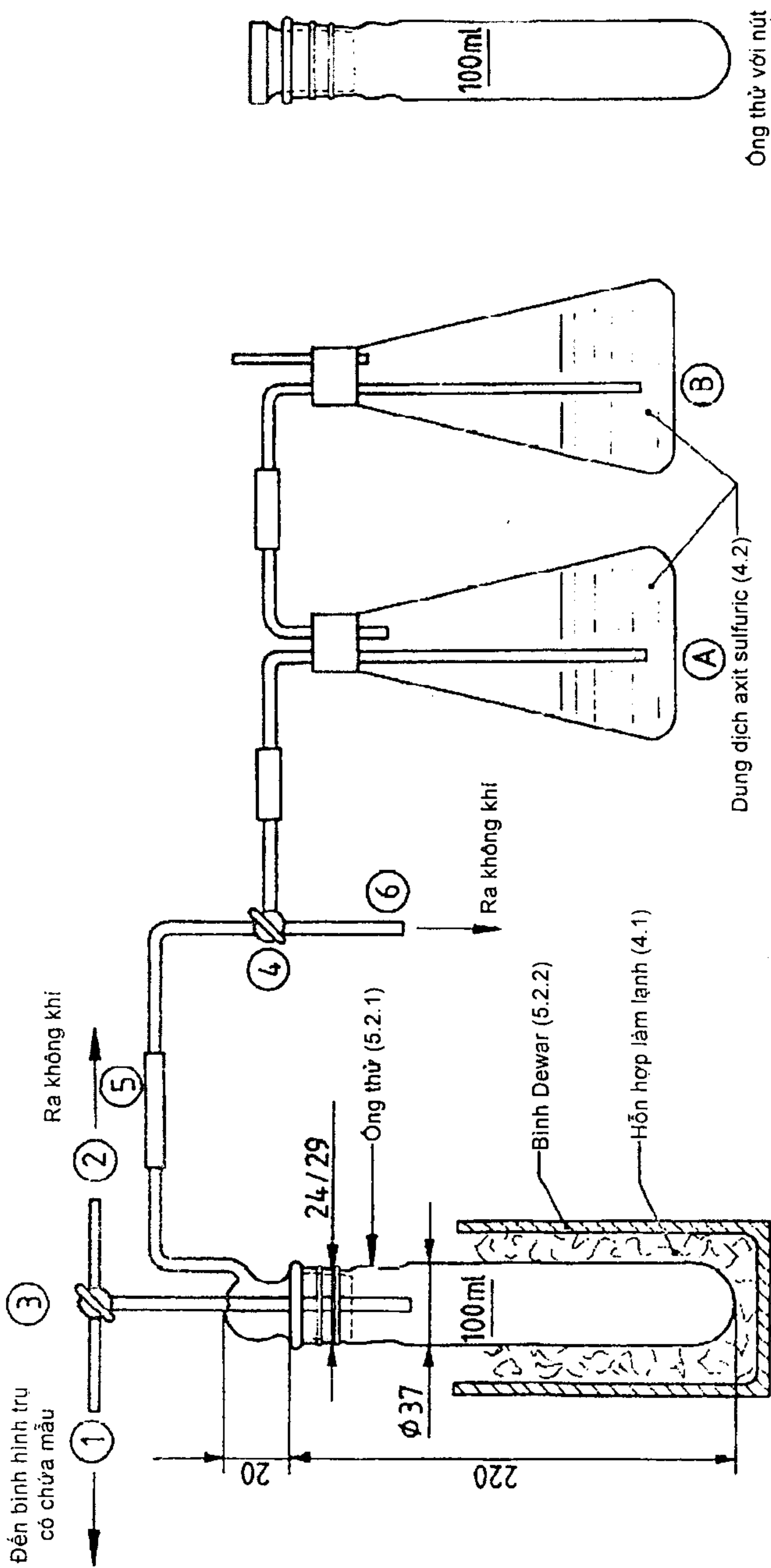
Tiến hành kiểm tra mẫu trắng cùng lúc với phép xác định, sử dụng qui trình và lượng các thuốc thử như nhau (trừ thuốc thử Karl Fischer) như đã sử dụng với phép xác định, nhưng không có phần mẫu thử.

## **7.3 Cách xác định**

Tháo ống thử có chứa phần mẫu thử khỏi bình Dewar (5.2.2) 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 nước/dung dịch etanediol được giữ lại ở đáy ống thử. Không đậy nút ống thử, thêm 10,0 ml hỗn hợp metanol-axit axetic (4.4), cho hỗn hợp chảy từ từ xuống thành của ống thử. Khuấy cẩn thận và chuyển dung dịch sang bình chuẩn độ được qui định trong ISO 760, tráng ống thử bằng 10,0 ml hỗn hợp metanol/axit axetic, để tổng thể tích tối đa là 50,0 ml và gộp phần nước tráng vào bình chuẩn độ.

Chuẩn độ theo qui định trong ISO 760 (chuẩn độ điện thế trực tiếp).

Kích thước tính bằng milimet



Hình 1 – Thiết bị lấy mẫu điển hình

## 8 Biểu thị kết quả

Hàm lượng nước, tính bằng phần trăm khối lượng H<sub>2</sub>O, theo công thức

$$\frac{T(V_1 - V_2)}{m \times 10}$$

Trong đó

- T* là lượng tương đương trong nước của thuốc thử Karl Fischer (theo ISO 760), được tính theo ISO 760;
- V*<sub>1</sub> là thể tích thuốc thử Karl Fischer đã dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit;
- V*<sub>2</sub> là thể tích thuốc thử Karl Fischer đã dùng trong mẫu trắng, tính bằng mililit;
- m* 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;

## 9 Báo cáo thử nghiệm

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

- a) Nhận dạng mẫu;
  - b) Phương pháp sử dụng;
  - c) Kết quả và phương pháp biểu thị;
  - d) Các điểm bất thường trong khi tiến hành;
  - e) Các thao tác bất kỳ không qui định trong tiêu chuẩn này hoặc tùy ý.
-