



CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

TIÊU CHUẨN NHÀ NƯỚC

KHÍ THIÊN NHIÊN

PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH ÔXY, NITƠ
VÀ MÊTAN BẰNG SẮC KÝ KHÍ

TCVN 3756 - 83

Hà Nội - 1983

Cơ quan biên soạn :

Viện Dầu khí Việt Nam
Tổng cục Dầu khí Việt Nam

Cơ quan đề nghị ban hành :

Tổng cục Dầu khí Việt Nam

Cơ quan trình duyệt :

Cục Tiêu chuẩn—Đo lường—Chất lượng nhà nước
Ủy ban Khoa học và kỹ thuật Nhà nước

Cơ quan xét duyệt và ban hành :

Ủy ban Khoa học và kỹ thuật Nhà nước

Quyết định ban hành số: 73/QĐ ngày 30 tháng 3 năm 1983

KHÍ THIÊN NHIÊN		TCVN 3756 - 83
Phương pháp xác định oxy, nitơ và metan bằng sắc ký khí		
Природный газ определение содержания кислорода азота и метана газохромато- графическим методом	Natural gas Method for the determination of oxygen, nitrogen and methane by gas chromatography	Có hiệu lực từ 1-1-1984

Phương pháp này được tiến hành dựa trên nguyên tắc dùng sắc ký khí tách các cấu tử oxy, nitơ và metan trên zeolit 5A.

1. DỤNG CỤ, VẬT LIỆU VÀ THUỐC THỬ

1.1 Dụng cụ, vật liệu

Máy sắc ký khí với bộ dẫn nhiệt:

Máy điều chế hydro (hay khí hydro):

Bơm chân không;

Cột bằng thép không gỉ dài 2m với đường kính trong = 3mm:

Zeolit 5A (dùng cho sắc ký khí).

1.2. Thuốc thử

Nước muối bão hòa;

Axit clohydric (HCl) có độ pH = 4:

Chất chất chỉ thị metyla da cam.

2. LẤY MẪU VÀ CHUẨN BỊ THỬ

2.1. Lấy mẫu thử

Mẫu thử theo TCVN 3755 - 83.

Mẫu thử phải được bảo quản tốt trong chai bằng kim loại có áp suất cao tự đầy hoặc trong các chai thủy tinh hay nhựa với áp suất thấp không tự đầy mẫu vào thiết bị phân tích được. Lấy mẫu trong trường hợp này được tiến hành như sau: chuẩn bị chậu nước muối bão hòa. Dụng cụ lấy mẫu gồm có burret 2 khóa

đặt ở hai đầu, một đầu nối với ống cao su để lấy mẫu vào còn đầu kia nối với bình thăng bằng qua lỗ chứa đầy nước muối, bình này có thể nâng lên hay hạ xuống lấy hay đưa mẫu ra.

Đối với việc xác định oxy và nitơ do hai chất này có trong không khí, nên khi tiếp xúc với mẫu phải hết sức cẩn thận, nếu không kết quả sẽ bị ảnh hưởng.

2.2. Chuẩn bị thử

2.2.1. Điều chế cột tách

Rửa sạch cột thép không gỉ dài 2m với đường kính trong bằng 3mm bằng nước cất, sau đó tráng lại bằng axeton và cho không khí nóng thổi qua cột.

Lấy 20g zeolit 5A cỡ hạt 0,3 - 0,5mm (loại dùng riêng cho sắc ký khí), nung nóng đến 350°C với khoảng thời gian 24 giờ trong tủ sấy hoặc lò nung. Sau đó để nguội trong bình hút ẩm và đem rây lại để loại các hạt bị vụn do thao tác gây ra.

Bịt một đầu cột bằng một lớp bông thủy tinh dày 0,5cm và dùng một lưới đồng nhỏ ra ngoài rồi lắp vào máy hút chân không qua một bình bảo hiểm. Lắp đầu còn lại với ống nạp cột hay một phễu nhỏ. Đổ zeolit đã hoạt hóa như ở trên vào ống nạp hay phễu nhỏ. Cho máy bơm chân không hoạt động và tiến hành nạp zeolit vào cột (vừa nạp vừa gõ nhẹ đầu cột).

Trong trường hợp có máy rung, lắp cột vào máy rung để các hạt zeolit phân bố đều trong cột. Khi cột đã được nạp đầy, tắt máy bơm và bịt đầu còn lại bằng bông thủy tinh và lưới đồng.

2.2.2. Lắp cột vào máy và cho khí mang (H_2) chạy qua cột, sấy máy và cột ở nhiệt độ 350°C trong 48 giờ.

Trước khi tiến hành thử, cho khí mang vào cột để kiểm tra hệ thống khí đi qua đã kín chưa.

Chạy thử máy vài lần để chọn chế độ làm việc của máy cho tốt.

3. TIẾN HÀNH THỬ

3.1. Cho máy sắc ký khí với bộ dẫn nhiệt hoạt động. Dẫn bảo áp suất khí mang bằng 0,6 at và lưu tốc khoảng 45 l/phút, duy trì nhiệt độ cột ở 60°C, nhiệt độ của bộ dẫn nhiệt (detector) là 80°C, và dòng cầu 180mA. Điều chỉnh để tốc độ của băng giấy

đạt 600 mm/h. Cho mẫu chạy qua ống làm khô bằng canxi clorua (CaCl_2) trước khi qua bộ bơm mẫu.

Quan sát khả năng tách của các pic riêng biệt. Bút tự ghi ghi lại các đường cơ sở sau mỗi pic, khảo sát tỷ lệ giữa các thang và đối chiếu kết quả phân tích bằng sắc ký khí với kết quả ở VTI-2 (BTN - 2) trên cùng một mẫu.

4. XỬ LÝ KẾT QUẢ

4.1. Tính toán kết quả

Kết quả phân tích được tính bằng phần trăm theo công thức:

$$C_0 = \frac{S_i \cdot K_i \cdot 100}{C_i \cdot K_i}$$

trong đó:

S_i — diện tích của từng cấu tử;

K_i — độ nhạy của các cấu tử với khí mang H_2 ;

C_i — nồng độ phần trăm của từng cấu tử.

Chú thích. Riêng đối với kết quả phân tích một mẫu khí toàn diện (có chứa các cấu tử khác ngoài oxy, nitơ, metan) thì phải thực hiện phương pháp loại trừ trong tính toán.

Cách tính toán theo phương pháp loại trừ được biểu thị như sau:

Nồng độ oxy thực (X) được tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{(100 - n) \times A}{100}$$

Nồng độ nitơ thực (X_1) được tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_1 = \frac{(100 - n) \times B}{100}$$

Nồng độ metan thực (X_2) được tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_2 = \frac{(100 - n) \times C}{100}$$

trong đó:

n — tổng số phần trăm của các cấu tử đã phân tích được;

A — nồng độ của oxy đã tính khi chưa loại trừ, tính bằng phần trăm;

B — nồng độ của nito đã tính khi chưa loại trừ, tính bằng phần trăm;

C — nồng độ của metan đã tính khi chưa loại trừ, tính bằng phần trăm.

1.2. Sai lệch cho phép giữa hai lần xác định song song không vượt quá các giá trị trong bảng sau:

Cấu tử (% thể tích)	Sai lệch cho phép
Từ 0 đến 1	0,05
Lớn hơn 1 đến 5	0,07
Lớn hơn 5 đến 25	0,15
Lớn hơn 25	0,40