

KHÍ THIÊN NHIÊN

Phương pháp hấp thụ xác định hàm lượng cacbon dioxit và tổng hàm lượng các khí axit máy VTI - 2

TCVN
3896 - 84

Природный газ
Абсорбционный метод определения содержания двуокиси карбоната и суммы содержания кислотных газов на ВТИ - 2

Natural gas
Method of absorption for the determination of Carbon dioxide and total of gaseous state acid contents by VTI - 2

Có hiệu lực
từ 1/1/1985

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định cacbon dioxit và tổng hàm lượng các khí axit trong khí thiên nhiên với hàm lượng không nhỏ hơn 0,5%.

1. NGUYÊN TẮC

Dùng dung dịch kiềm để hấp thụ chọn lọc thành phần cacbon dioxit và tổng hàm lượng các khí axit trong khí thiên nhiên. Thể tích cacbon dioxit và tổng khí axit được xác định bằng cách đo lại sự hao hụt thể tích mẫu khí phân tích sau khi đã hấp thụ cacbon dioxit và tổng khí axit

2. THIẾT BỊ, VẬT LIỆU VÀ HÓA CHẤT

2.1. Thiết bị và vật liệu

Máy VTI - 2 (Hình 1)

Chậu men;

Cốc thủy tinh dung tích 250 ml;

Phễu thủy tinh;

Dũa thủy tinh;

Quả bóp cao su;

Đồng hồ cát

2.2. Hóa chất.

Kali hidroxit, dung dịch 30% cho 60 g kali hidroxit (tinh khiết phân tích) và 140 ml nước cất vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml. Dùng dũa thủy tinh khuấy đều và để yên trong 30 phút, để dung dịch nguội trong suốt.

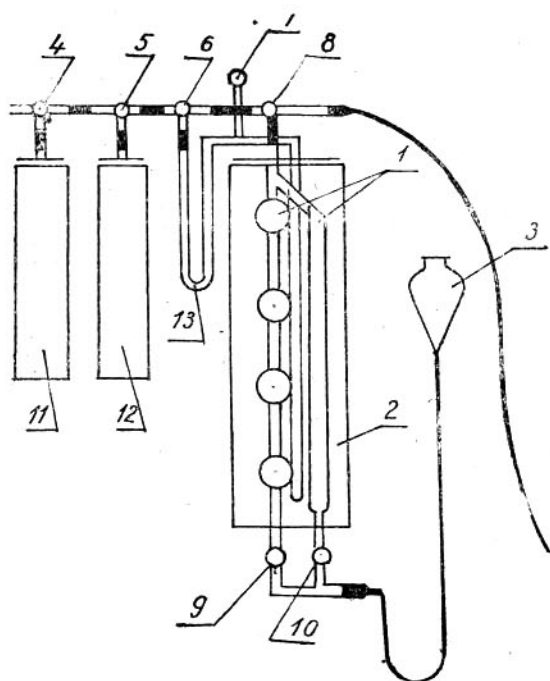
Nếu không có kali hidroxit thì cho phép dùng natri hidroxit TK. PT;

Đồng sunfat, dung dịch 1%;

Axit clohidric dung dịch;

Chỉ thị metyla da cam;

Nước muối bão hòa được axit hóa; cho chỉ thị metyla da cam vào nước muối rồi giở từ từ từng giọt axit clohidric vào dung dịch và khuấy đều cho tới lúc nước muối chuyển màu từ da cam sang hồng.



Hình 1. Máy VTI - 2

1. Buret; 2. Ống môi trường; 3. Bình cân bằng;
4, 5, 6, 7, 8, 9, 10. Khóa; 11. Bình dự trữ; 12. Bình hấp thụ; 13. Manomet; 14. Ống cao su.

3. CHUẨN BỊ THỬ NGHIỆM

3.1. Chuẩn bị máy

Đổ đầy dung dịch đồng sunfat 1% vào ống hình trụ chứa buret. Chuyển khóa buret thông với khí quyển qua ống mao quản bên phải, sau đó rót nước muối bão hòa vào đáy buret qua bình cân bằng.

Rót dung dịch kali hidroxit vào bình hấp thụ. Sau khi đã rót được một nửa lượng dung dịch, chuyển khóa bình thông với buret và nâng bình cân bằng rồi hút dung dịch từ buồng thu nhận vào buồng hấp thụ. Sau đó đặt bình cân bằng và các khóa vào vị trí cũ rồi đổ một phần dung dịch kali hidroxit còn lại. Lập lại việc hút dung dịch vào buồng hấp thụ của bình cho đến lúc mặt khum của dung dịch đạt điểm định mức ở nhánh khóa và lượng dung dịch nằm ở phần thu nhận phải cách đáy bình một mức không nhỏ hơn 40 ml.

3.2. Kiểm tra độ kín của máy

Đóng các khóa bình hấp thụ, manomet và khóa trên của buret lại, hạ bình cân bằng xuống. Để nguyên như thế trong 5 — 10 phút. Nếu mức nước muối trong buret sau khi bị giảm đi một hút khí hạ bình cân bằng mà vẫn giữ nguyên không đổi và mức dung dịch hấp thụ trong bình hấp thụ cũng được giữ nguyên không đổi, tức là máy đã kín. Nếu có chỗ hở mức nước muối trong buret bị giảm xuống liên tục, phải tìm được chỗ hở và khắc phục.

3.3. Chuẩn máy

Sau khi máy đã hoàn toàn kín, lấy vào hai buret khoảng 100 ml không khí (buret trái 80 ml và buret phải khoảng 20 ml). Đợi một phút cho nước muối chảy xuống hoàn toàn. Đặt mức chất lỏng trong buret phải và bình cân bằng xấp xỉ cùng một mức. Mở khóa manomet thông với máy; chỉnh mặt khum trong hain hánh của manomet ở vị trí bằng nhau rồi đóng khóa dưới buret lại. Đọc tổng thể tích khí trong hai buret.

Sau đó sục khí vào dung dịch hấp thụ bằng cách mở khóa bình hấp thụ, nâng bình cân bằng lên để đầy khí ở buret trái vào bình hấp thụ rồi đóng khóa dưới của buret này lại và tiếp tục đầy khí ở buret phải vào bình hấp thụ.

Khi nước muối dâng lên đến vạch không của buret phải hạ bình xuống, khí sẽ chuyển từ bình hấp thụ qua lại buret, chú ý không được để dung dịch kali hidroxit trào lên khóa.

Thao tác này được lặp đi lặp lại trong thời gian 10 phút (cho đến khi thể tích khí không đổi).

Sau đó, định mức bình hấp thụ rồi tiến hành đo thể tích. Lập lại quá trình sục khí 10 phút nữa. Nếu kết quả không thay đổi thì có thể tiến hành phân tích mẫu.

Đồn phần khí còn lại không bị hấp thụ vào bình dự trữ dùng để rửa toàn bộ đường dẫn khí của máy trước khi làm mẫu mới.

3.4. Làm sạch máy

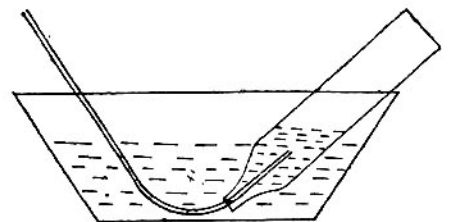
Trước khi làm mẫu mới, phải làm sạch đường ống dẫn khí bằng cách mở khóa bình dự trữ thông với buret. Lấy vào buret phải 5 ml khí. Sau đó chuyển khóa buret thông với ống cao su lấy mẫu, đui khí trong buret ra khí quyển. Đim ống cao su vào chậu nước muối rồi làm sạch khí trong buret và ống cao su lấy mẫu bằng nước muối.

4. TIẾN HÀNH THỬ NGHIỆM

4.1. Lấy vào buret một thể tích khí V_0 từ bình dự trữ rồi rồi luồn ống cao su vào chai để lấy mẫu khí, chú ý để đầu ống cao su và miệng chai phải luôn luôn ngập trong nước muối (Hình 2).

Mở khóa buret thông với ống cao su lấy mẫu. Lấy vào buret khoảng 100 ml khí. Đợi một phút cho nước muối chảy xuống hoàn toàn (nhất thiết phải đứng một phút) và tiến hành đo thể tích khí V_1 với manomet như đã ghi ở phần chuẩn máy điều 3.3.

Sau đó, tiến hành hấp thụ như quy trình sục khí ở điều 3.3. Sau khi đã hấp thụ cacbon dioxit đo thể tích khí không bị hấp thụ V_2 .



Hình 2

1. Không đặt máy ở môi trường có nhiệt độ dưới 15°C
2. Sau khi đã hấp thụ được khoảng 400 ml cacbon dioxit, phải thay dung dịch hấp thụ mới.
3. Khi dung dịch hấp thụ kali hidroxit trào lên khóa và hệ mao quản nổi thì phải đình chỉ phân tích. Làm sạch máy bằng hỗn hợp tronic hoặc axeton và nước cất nóng rồi dùng quả bóp cao su, làm khô hệ thống mao quản rồi mới làm lại mẫu.

5. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ

5.1. Hàm lượng cacbon dioxit và tổng hàm lượng các khí axit tính bằng phần trăm (X) theo công thức:

$$X = \frac{V_1 - V_2}{V_1 - V_0} 100,$$

trong đó:

- V_1 - thể tích khí trước khi hấp thụ, tính bằng ml;
- V_2 - thể tích khí sau khi hấp thụ, tính bằng ml.
- V_0 - thể tích khí loại trừ khoảng gây sai, tính bằng ml.

6. SAI SỐ CHO PHÉP

6.1. Hàm lượng cacbon dioxit và tổng hàm lượng các khí axit là trung bình cộng số học hai kết quả của hai lần xác định song song. Chênh lệch cho phép giữa hai lần xác định không được quá 0,2%.

Nếu chênh lệch kết quả lớn hơn 0,2%, phải kiểm tra lại độ kín của máy và phương pháp thao tác của người phân tích.

7. MẪU GHI KẾT QUẢ

Ký hiệu mẫu	Lần	V_0	V_1	V_2	$V_1 - V_0$	$V_1 - V_2$	X	X_{TB}