

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 10417:2014
ISO 1552:1976**

Xuất bản lần 1

**CLO LỎNG SỬ DỤNG TRONG CÔNG NGHIỆP –
PHƯƠNG PHÁP LẤY MẪU
(ĐỂ XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CLO THEO THỂ TÍCH)**

*Liquid chlorine for industrial use – Method of sampling
(for determining only the volumetric chlorine content)*

HÀ NỘI – 2014

Lời nói đầu

TCVN 10417:2014 hoàn toàn tương đương với ISO 1552:1976. ISO 1552:1976 đã được rà soát và phê duyệt lại vào năm 2011, với bố cục và nội dung không thay đổi.

TCVN 10417:2014 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC47 *Hóa học* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Clo lỏng sử dụng trong công nghiệp – Phương pháp lấy mẫu (để xác định hàm lượng clo theo thể tích)

Liquid chlorine for industrial use – Method of sampling (for determining only the volumetric chlorine content)

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp lấy mẫu clo lỏng sử dụng trong công nghiệp để xác định hàm lượng clo theo thể tích.

2 Lĩnh vực áp dụng

Phương pháp này có thể áp dụng để lấy mẫu clo lỏng sử dụng trong công nghiệp và để xác định hàm lượng clo theo thể tích, nếu đạt được sự thỏa thuận của các bên liên quan (lấy hai mẫu đại diện trong khi đổ đầy xi-tec xe hàng tại cơ sở sản xuất). Phương pháp này không áp dụng cho lấy mẫu để xác định hàm lượng nước.

2.1 Trường hợp đặc biệt

Phương pháp được áp dụng khi không đạt được sự thỏa thuận và do đó vấn đề đặt ra là lấy một hoặc nhiều mẫu đại diện (trong khi lấy mẫu xi-tec xe hàng tại cơ sở khách hàng), để xác định hàm lượng clo theo thể tích.

3 Cảnh báo

Lấy mẫu clo lỏng liên quan đến các thao tác xử lý khó và nguy hiểm mà những thao tác này chỉ có thể được tiến hành bởi chuyên gia sử dụng thiết bị phù hợp và vận hành ở ngoài trời hoặc nơi thông thoáng. Việc lấy mẫu trực tiếp từ bình chứa thủy tinh dùng cho quá trình chuẩn độ (buret khí trong trường hợp clo dạng khí, và bình cách nhiệt trong trường hợp clo dạng lỏng) là giải pháp thỏa đáng, vì nó ngăn chặn bất kỳ sự ô nhiễm nào của mẫu gây ra từ các thao tác trung gian.

Tuy nhiên, việc lấy mẫu hiếm khi được tiến hành dưới điều kiện đủ an toàn, vì phòng thử nghiệm thường không gần nơi mẫu được lấy. Vì lý do này, mẫu đại diện được khuyến nghị nên được lấy trong chai thép nhỏ có sẵn và không làm hư hại sản phẩm.

4 Nguyên tắc

Kiểm tra để đảm bảo thiết bị được sử dụng là kín khí.

Trong khi nạp đầy xitec xe hàng, lấy hai mẫu đại diện vào hai chai thép.

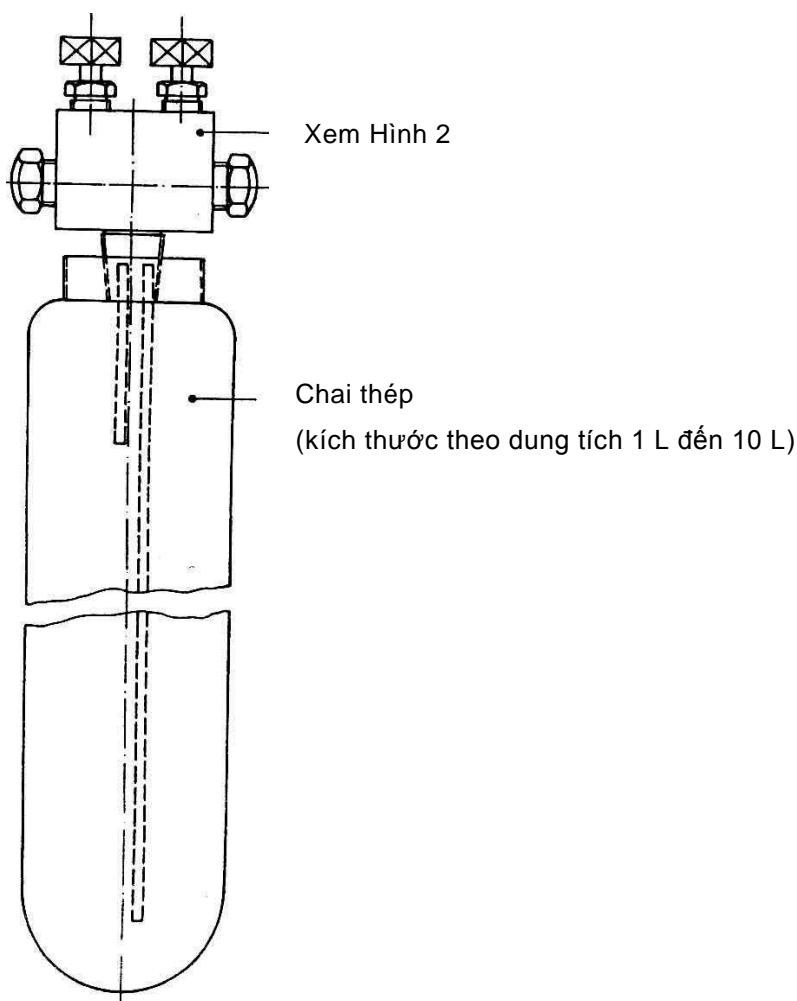
Một chai được cung cấp cho khách hàng và một chai được giữ lại cho nhà sản xuất trong trường hợp yêu cầu phân tích với mục đích kiểm tra.

5 Thiết bị, dụng cụ

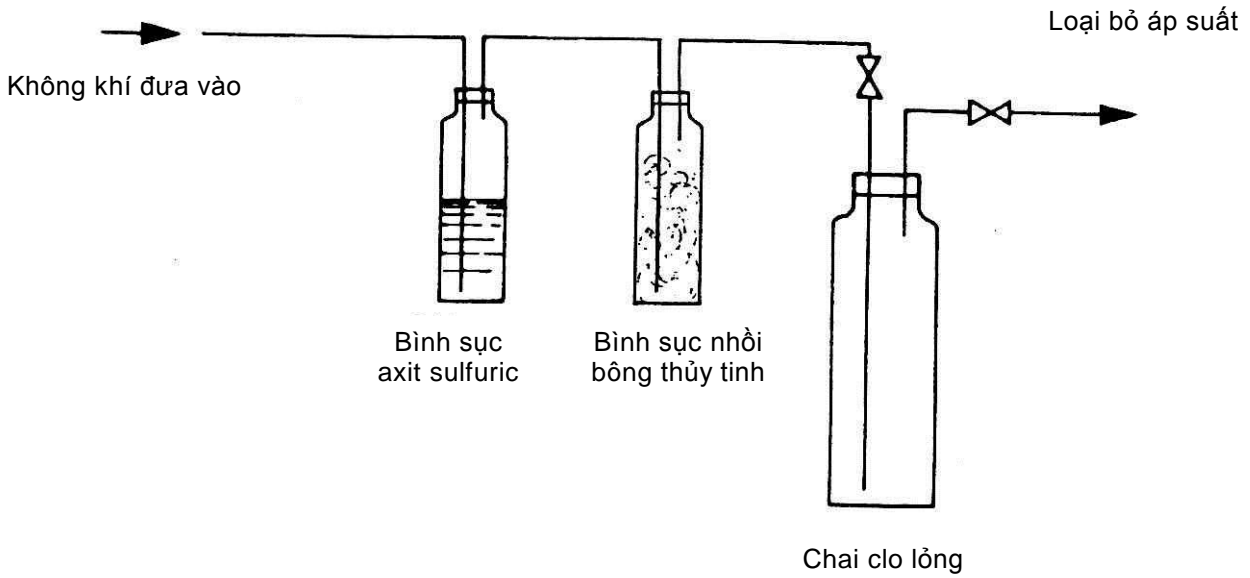
Bộ thiết bị được trình bày trong sơ đồ Hình 4, gồm có:

5.1 Chai chứa clo lỏng, làm bằng thép, có dung tích sử dụng từ 1 L đến 10 L (xem ví dụ trong Hình 1) và đầu hai van có hai ống nhúng (xem ví dụ trong Hình 2), ống ngắn hơn có chiều dài được tính sao cho điểm cuối của ống thấp hơn bề mặt thoáng của chất lỏng một khoảng tương ứng với phần thể tích cần là 12 % đến 15 % tổng dung tích chai.

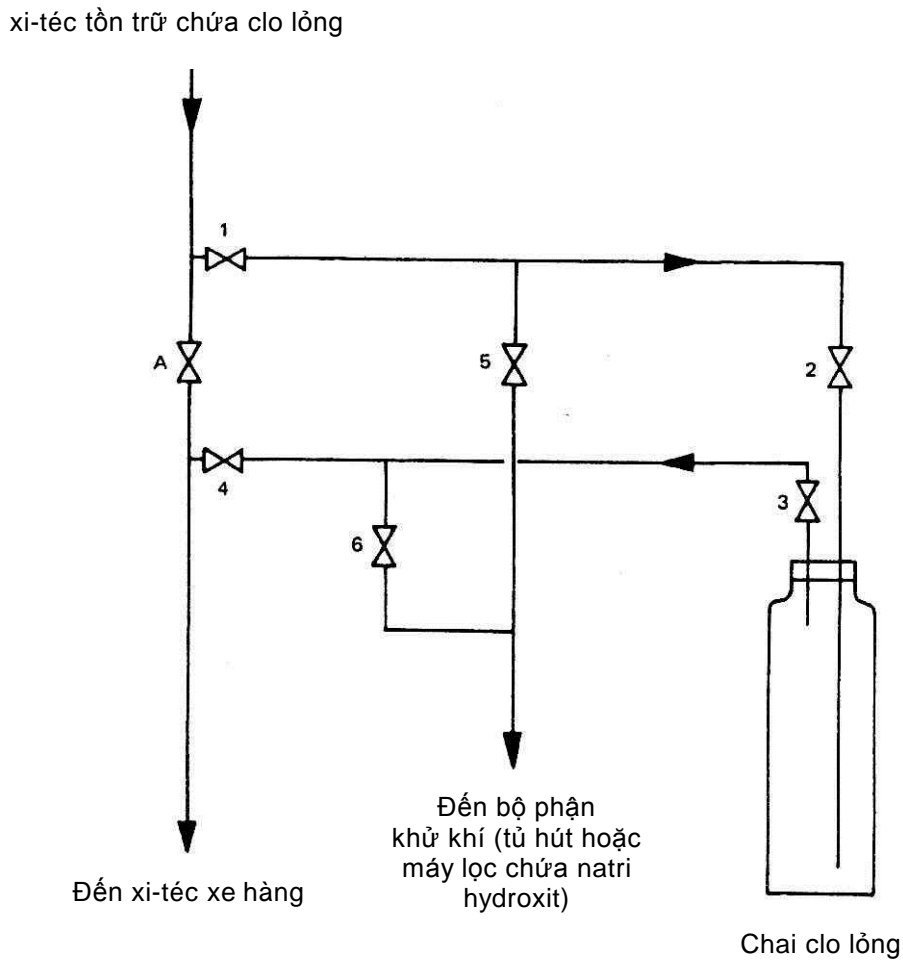
5.2 Ống nối, bằng đồng hoặc thép, có đường kính khoảng 10 mm và các van kim phù hợp bằng thép không gỉ.



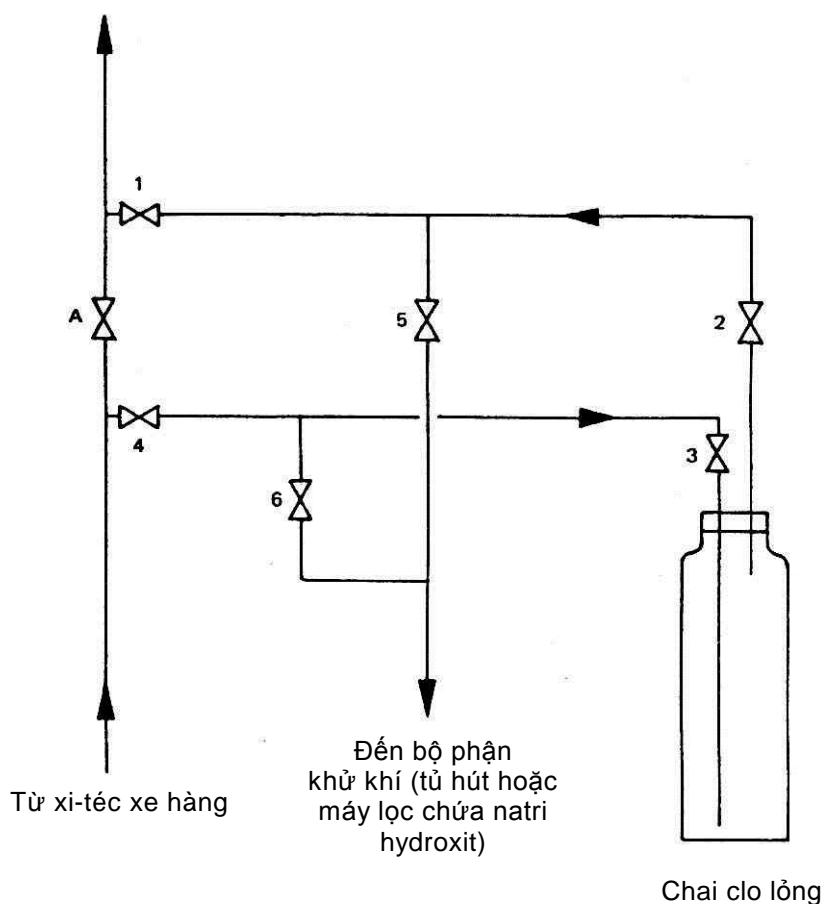
Hình 1 – Chai clo lỏng



Hình 3 – Kiểm tra chai clo lỏng trước khi loại bỏ mẫu – Sơ đồ lắp đặt



Hình 4 – Lấy mẫu clo lỏng trong khi nạp vào xi-téc xe hàng – Sơ đồ lắp đặt



Hình 5 – Lấy mẫu clo lỏng trong khí xả từ xi-téc xe hàng – Sơ đồ lắp đặt

6 Cách tiến hành

6.1 Vận hành sơ bộ

Rửa sạch ống và các van của bộ thiết bị bằng vòi phun hơi nước và làm khô bằng không khí khô.

Rửa sạch chai chứa clo lỏng và đầu chai bằng vòi phun hơi nước và làm khô bằng không khí khô.

Cố định đầu chai sau khi đánh dấu vạch chuẩn trên thành ngoài bình để chỉ ra mức thấp hơn của ống ngắn hơn, và cân toàn bộ bộ thiết bị.

Kiểm tra để đảm bảo không xảy ra tắc nghẽn trong ống pít-tông. Để thực hiện việc này, nối chai với máy bơm chân không như được chỉ ra trong Hình 3 và mở cẩn thận và từ từ cả hai van. Khi quan sát được không khí trôi qua nhanh trong bình sục axit sulfuric có nghĩa là không có bất kỳ sự tắc nghẽn nào.

Sau đó kiểm tra xem các van hoạt động có chính xác không bằng cách lần lượt khóa các van lại. Dòng không khí khi đó bị ngừng lại.

TCVN 10417:2014

6.2 Lấy mẫu clo lỏng trong khi nạp đầy xi-téc xe hàng

6.2.1 Nối chai và kiểm tra xác nhận độ kín khí

Ngay sau khi chai chứa clo lỏng được làm sạch, cân và kiểm tra, nối chai với bộ thiết bị như được mô tả trong Hình 4, với tất cả các van đã khóa.

Mở một chút van A để nối xi-téc tồn trữ chứa clo lỏng với xi-téc xe hàng.

Mở lần lượt van 1 và van 4 và kiểm tra độ kín khí của các đầu nối chai bằng một ít nước xà phòng (không sử dụng amoni hydroxit).

Khóa van 1 và van 4.

6.2.2 Nạp đầy chai

Lần lượt mở van 2 và van 3 và sau đó là van 1 và van 4 để clo lỏng chảy theo hướng đã định có chiều chảy trong Hình 4.

Điều chỉnh lưu lượng bằng cách vận hành van 1 để lấy hai mẫu đại diện trong toàn bộ thời gian làm đầy xi-téc. Vận hành theo cách sao cho lưu lượng có thể chảy tiếp ít nhất 10 min sau khi mức lưu lượng đạt đến điểm thấp nhất của ống pit-tông ngắn hơn, điểm đã được đánh dấu như trong 6.1. Cuối cùng, nén pha khí lên trên đầu của chai, để ngăn ngừa việc bị quá đầy.

Khi các điều kiện này đã được hoàn thành, khóa lần lượt van 1, van 2, van 3 và van 4 và mở ngay các van 5 và van 6.

6.2.3 Tháo chai

Cho clo chứa trong ống bay hơi. Nếu cần, gia nhiệt ống bằng vòi phun hơi nước.

Sau đó khóa van 5, van 6 và tháo chai.

6.3 Kiểm tra nạp đầy bằng cách cân chai

Lau sạch nước ngưng tụ trên thành ngoài bình và sau đó cân chai.

Khối lượng clo được lấy, tính bằng kilogam, theo công thức sau:

$$m_1 - m_0$$

trong đó

m_0 là khối lượng của chai rỗng, tính bằng kilogam;

m_1 là khối lượng của chai sau khi nạp đầy, tính bằng kilogam.

Hiệu này không được lớn hơn sản phẩm $V \times 1,25$ (được ghi nhãn trên mỗi chai), trong đó V là tổng dung tích của chai (trước khi đo bằng cách cân với nước ở 20 °C), tính bằng lít.

Nếu giá trị này bị vượt quá, loại bỏ chất lỏng dư bằng cách dốc phần đầu chai xuống dưới.

7 Trường hợp đặc biệt

Lấy một hoặc nhiều mẫu đại diện trong khi chưa nạp xi-téc xe hàng, trong trường hợp chưa được sự đồng thuận trước giữa các bên liên quan.

7.1 Cảnh báo

Xem Điều 3.

7.2 Nguyên tắc

Kiểm tra đảm bảo thiết bị là kín khí.

Làm sạch xi-téc xe hàng.

Lấy một hoặc nhiều mẫu đại diện vào chai thép trong khi làm trống xi-téc xe hàng.

7.3 Thiết bị, dụng cụ

Xem Điều 5, nhưng trong trường hợp này bộ thiết bị được minh họa trong Hình 5.

7.4 Cách tiến hành

7.4.1 Làm sạch xi-téc xe hàng

Cho khoảng 100 kg clo lỏng chảy từ xi-téc xe hàng vào xi-téc clo lỏng, bằng cách mở một chút van A, sau đó đóng trở lại.

7.4.2 Vận hành sơ bộ

Xem 6.1.

7.4.3 Thu gom mẫu

7.4.3.1 Nối chai và kiểm tra xác nhận độ kín khí

Nối chai clo lỏng đã rửa sạch, cân và kiểm tra, với bộ thiết bị như minh họa trong Hình 5, với tất cả các van đã khóa.

Mở một chút van A để nối xi-téc xe hàng với xi-téc clo lỏng.

Mở lần lượt van 4 và van 1 và kiểm tra độ kín khí các đầu nối chai bằng một ít nước xà phòng (không sử dụng amoni hydroxit).

Khóa van 4 và van 1.

7.4.3.2 Làm đầy chai

Lần lượt mở van 3 và van 2 sau đó là van 4 và van 1 để clo lỏng chảy theo hướng đã định có chiều chảy trong Hình 5.

Điều chỉnh lưu lượng bằng cách vận hành van 4.

TCVN 10417:2014

Khi mức chất lỏng đạt đến điểm dưới ống pit-tông ngắn hơn đã được đánh dấu trước như quy định trong 7.4.2, để clo lỏng tiếp tục chảy trong ít nhất 10 min. Cuối cùng, nén pha khí ở phần phía trên chai để ngăn ngừa bị đầy quá.

Khi các điều kiện này thỏa mãn, khóa lần lượt van 4, van 3, van 2 và van 1 và mở ngay các van 5 và van 6.

7.4.3.3 Tháo chai

Xem 6.2.3.

7.4.4 Kiểm tra nạp đầy bằng cách cân chai

Xem 6.3.

8 Báo cáo lấy mẫu

Báo cáo lấy mẫu phải bao gồm các thông tin cụ thể sau:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Bất kỳ đặc điểm bất thường nào trong quá trình xác định;
- c) Thao tác bất kỳ không bao gồm trong tiêu chuẩn này hoặc lựa chọn tùy ý.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Các tiêu chuẩn liên quan đến clo lỏng sử dụng trong công nghiệp

TCVN 10417 (ISO 1552), *Clo lỏng sử dụng trong công nghiệp – Phương pháp lấy mẫu (để xác định hàm lượng clo theo thể tích)*.

TCVN 10418 (ISO 2120), *Clo lỏng sử dụng trong công nghiệp – Xác định hàm lượng clo theo thể tích trong sản phẩm bay hơi*.

TCVN 10419 (ISO 2121), *Clo lỏng sử dụng trong công nghiệp – Xác định hàm lượng nước – Phương pháp khối lượng*.

ISO 2202, *Determination of water content using an electrolytic analyser (Xác định hàm lượng nước sử dụng máy phân tích điện phân)*.
