

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 10418:2014
ISO 2120:1972**

Xuất bản lần 1

**CLO LỎNG SỬ DỤNG TRONG CÔNG NGHIỆP –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CLO THEO THỂ TÍCH
TRONG SẢN PHẨM BAY HƠI**

*Liquid chlorine for industrial use – Determination of the content of chlorine
by volume in the vaporized product*

HÀ NỘI – 2014

Lời nói đầu

TCVN 10418:2014 hoàn toàn tương đương với ISO 2120:1972. ISO 2120:1972 đã được rà soát và phê duyệt lại vào năm 2011, với bố cục và nội dung không thay đổi.

TCVN 10418:2014 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 – Xác định hàm lượng clo theo thể tích trong sản phẩm bay hơi

Liquid chlorine for industrial use – Determination of the content of chlorine by volume in the vaporized product

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng clo theo thể tích trong clo lỏng sử dụng trong công nghiệp, sau khi sản phẩm bay hơi.

2 Nguyên tắc

Lấy mẫu clo đã biết thể tích (khoảng 100 mL) thu được bởi quá trình khí hóa của clo lỏng.

Hấp thụ clo bằng hỗn hống kẽm 2 % với sự có mặt của 1 mL dung dịch natri clorua bão hòa.

Xác định các khí còn lại, không ngưng tụ, như H₂, O₂, N₂, CO, CO₂ ...

Tính toán thể tích clo (chênh lệch từ tổng khối lượng thể tích), có trong 100 mL mẫu bay hơi.

3 Thuốc thử

3.1 Hỗn hống kẽm

CẢNH BÁO: Thủy ngân và hỗn hống kẽm phải được xử lý phòng ngừa cẩn thận vì sản phẩm rất độc. Phải thao tác riêng trong tủ hút thông gió tốt và cẩn thận để tránh tất cả các tiếp xúc với da.

Lấy khoảng 4 kg thủy ngân tinh khiết cho vào đĩa sứ dung tích 1 L. Thêm khoảng 80 g kẽm dạng hạt và phủ toàn bộ hỗn hợp bằng dung dịch axit sulfuric khoảng 0,01 N.

Đun nóng đến 80 °C, giữ hỗn hợp tại nhiệt độ này, dùng thìa thủy tinh khuấy hỗn hợp, cho đến khi kẽm thành hỗn hống hoàn toàn, và để nguội.

Giữ hỗn hống trong axit sulfuric 0,01 N, tránh hỗn hống bị oxy hóa bởi không khí.

3.2 Natri clorua, dung dịch, bão hòa tại nhiệt độ môi trường.

TCVN 10418:2014

3.3 Natri hydroxit, ρ khoảng 1,22 g/mL, dung dịch khoảng 20 % (theo khối lượng).

3.4 Axit sulfuric, dung dịch khoảng 2 N.

3.5 Metanol, kỹ thuật

3.6 Mỡ bôi trơn chịu clo

Mỡ bôi trơn trên cơ sở các sản phẩm flo hóa hoặc cloflo hóa là phù hợp.

4 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ sử dụng được trình bày trong Hình 1.

Thiết bị bao gồm các phần sau:

- **Buret khí (A)**, đã biết thể tích (khoảng 100 mL), phần phía trên nằm dưới khóa bao gồm ống có đường kính 7 mm, dung tích khoảng 2 mL, có vạch chia đến 0,05 mL.
- **Van kim bằng thép (C)**
- **Bình có vòi phun ở mặt bên (D)**, dung tích 250 mL và chứa 150 mL hỗn hống kẽm (3.1).
- **Bình chứa phía trên (E)** của buret khí.
- **Chai thẳng bằng (F)**, dung tích 250 mL và chứa 150 mL hỗn hống kẽm (3.1).
- **Bình sục khí (G)**, có chứa nước để kiểm soát lưu lượng khí và có ống ngậm với đường kính trong là 5 mm.
- **Bình an toàn (H)**.
- **Bình thu (K)**, dung tích 2 L và chứa 1 L dung dịch natri hydroxit (3.3) để hấp thụ lượng clo dư.
- **Ống lọc (L)**, gồm ống thép được ren có đường kính trong khoảng 6 mm, chiều dài 150 mm và được nhồi đầy bằng bông thủy tinh.
- **Ống thủy tinh (M)**, có đường kính trong khoảng 6 mm.
- **Khóa chữ T có lỗ (R)**.
- **Ba khóa chữ V có lỗ (R1, R2 và R4)**.
- **Khóa thẳng có lỗ (R3)**.
- **Giá nghiêng (S)** để đỡ chai clo.
- **Bình xả (V)**.
- **Ống nối (a, b, c, d)**.
- **Ống cao su (f)**.

TCVN 10418:2014

5.1 Phép xác định

Đặt chai có chứa mẫu clo lỏng cần phân tích vào trong giá nghiêng như trong Hình 1, với đầu mở hướng xuống dưới sao cho clo được lấy ở trạng thái lỏng và bay hơi ngay sau đó.

Sau khi làm sạch và làm khô, nối các phần thiết bị khác nhau với nhau và phủ các vòi R, R1, R2, R3 và R4 bằng một lớp mỡ mỏng (3.6).

Đóng R1, R2 và R4. Rót 150 mL hỗn hống (3.1) vào trong từng chai thẳng bằng D và F. Cho hỗn hống chảy từ F theo hướng b vào buret A. Để thực hiện điều này, mở R1 để nối với hai bình, bỏ nút nhám từ bình E và mở R2 để nối bình này với buret.

Bằng cách dịch chuyển lên xuống lặp lại của chai thẳng bằng F, loại bỏ hoàn toàn không khí còn sót lại trong ống giữa F và buret A, cũng như trong ống nối b. Sau đó hạ thấp F sao cho một ít hỗn hống vẫn còn trong buret.

Sau đó mở R1 để nối buret A với ống nối a, mở R để nối ống nối a đến bình xả nhỏ V, và mở R2 để đưa hỗn hống chứa trong D chảy vào ống f cho đến khi đầy ống nối c. Sau đó mở R2 để nối buret A với bình chứa phía trên E. Hỗn hống vẫn còn trong buret sau đó chảy vào bình xả nhỏ V qua ống nối a và vòi R.

Mở ngay vòi R để nối khóa R4 với ống nối a của buret, đẩy nút nhám trong bình chứa E và điều chỉnh R3 để nối chai an toàn H với bình nhận K chứa dung dịch natri hydroxit (3.3). Sau đó mở R4 để nối van kim C với máy sục khí G vào ống g2.

Mở van chính trong chai chứa mẫu và van C thật cẩn thận, và chuyển clo để phân tích vào trong thiết bị với tốc độ 5 bong bóng trên giây, tính lượng đi qua bình sục khí G. Sau đó mở R4 để clo đi vào buret A, tại cùng tốc độ, trong khoảng 15 min, và vặn van R4 trở lại vị trí trước.

Sau đó đóng hai khóa R1 và R2 của buret A và van của chai chứa clo. Đợi cho đến khi hết bong bóng trong G, sau đó đóng van C và khóa R3. Tháo bỏ nút nhám bình chứa E sau đó mở khóa R và R4 để nối ống g2 với bình xả V (để không khí mở).

Đợi 10 min để cho clo chứa trong buret A đạt đến nhiệt độ phòng, nguội do sự giãn nở.

Đổ vài mililit dung dịch natri clorua (3.2) vào bình chứa E, sau đó mở R2 và đóng lại ngay lập tức, sao cho có sự kết nối trong thời gian ngắn giữa A và E qua ống nối d và điều này giúp áp suất khí quyển được thiết lập lại trong buret A, bằng cách cho lượng nhỏ clo dư thoát ra.

Mở lại R2 và trong thời điểm này cho khoảng 1 mL dung dịch natri clorua (3.2) vào buret, trong khi tạo ra sự giảm nhẹ áp suất trong ống nối b với sự hỗ trợ của chai thẳng bằng F và R1 mở. Dung dịch natri clorua đảm bảo hòa tan kẽm clorua do tác động của clo trong hỗn hống.

Sau đó mở R2 để nối buret A với chai D chứa hỗn hống kẽm (3.1). Trong khi hỗn hống kẽm chảy dần dần vào buret, nâng chai thẳng bằng F lên dần để lượng chân không trong buret không trở nên quá lớn.

Khi tắt cả clo được hấp thụ, đóng R2, giữ R1 mở, đưa chai F lại gần buret A và tiến hành hạ thấp xuống để tạo ra sự chênh lệch khoảng 20 cm giữa các mức của chất lỏng trong hai bình chứa để khử khí của dung dịch natri clorua. Sau 3 min nâng từ từ chai F để hỗn hống trong hai bình chứa cùng mức và đọc trên buret thể tích khí không hấp thụ, sử dụng mặt cong của dung dịch natri clorua.

5.2 Chuẩn bị thiết bị để xác định lần tiếp theo

Mở R2 để nối buret A với chai D và chuyển hỗn hống vào, đưa đến mức bắt đầu bằng cách nâng chai F. Sau đó mở vòi này để nối buret đến bình chứa E qua ống nối d, bỏ nút nhám ở bình chứa và chuyển phần còn lại của hỗn hống từ buret vào chai F một cách từ từ. Không để không khí đi vào ống nối b, và mở R1 theo hướng ống nối a và R theo hướng bình xả nhỏ V.

Sau đó làm sạch buret, qua bình chứa E, trong khi mở dung dịch axit sulfuric (3.4), nước cất và metanol. Làm khô trong luồng không khí.

6 Biểu thị kết quả

Hàm lượng clo trong mẫu bay hơi, biểu thị bằng phần trăm khối lượng thể tích, được tính theo công thức:

$$\frac{V_1 - V_2}{V_1} \times 100$$

trong đó

V_1 là thể tích của buret A, tính bằng mililit;

V_2 là thể tích của khí còn lại đọc được trong phép thử, tính bằng mililit.

7 Báo cáo thử nghiệm

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

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Biểu thị kết quả và phương pháp sử dụng;
- Lưu ý bất kỳ đặc điểm bất thường nào trong quá trình xác định;
- Thao tác bất kỳ không bao gồm trong tiêu chuẩn này hoặc lựa chọn tùy ý.