

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 10419:2014
ISO 2121:1972**

Xuất bản lần 1

**CLO LỎNG SỬ DỤNG TRONG CÔNG NGHIỆP –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NƯỚC –
PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG**

*Liquid chlorine for industrial use – Determination of water content –
Gravimetric method*

HÀ NỘI – 2014

Lời nói đầu

TCVN 10419:2014 hoàn toàn tương đương với ISO 2121:1972. ISO 2121:1972 đã được rà soát và phê duyệt lại vào năm 2011, với bố cục và nội dung không thay đổi.

TCVN 10419:2014 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 nước – Phương pháp khối lượng

Liquid chlorine for industrial use – Determination of water content – Gravimetric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp khối lượng để xác định “nước bay hơi”, tức là làm bay hơi đồng thời với clo, có nguồn gốc từ khí hóa của clo lỏng sử dụng trong công nghiệp.

2 Lĩnh vực áp dụng

Phương pháp này được áp dụng cho sản phẩm có hàm lượng nước lớn hơn 0,0005 % theo khối lượng (5 ppm).

CHÚ THÍCH: Phương pháp này không được áp dụng để phân tích mẫu được tồn chứa trong chai bị ăn mòn. Vì sự có mặt của sắt clorua có tính hút ẩm sẽ làm cho việc xác định hàm lượng nước bị sai lệch.

3 Nguyên tắc

Hấp thụ nước bằng cách cho các mẫu khí hóa đi qua ống hấp thụ đã biết trước khối lượng, có chứa phospho pentoxit hoặc magie perchlorat.

Loại bỏ khí clo và tạp chất dễ bay hơi, nếu có, ngoại trừ nước bằng cách xả ống hấp thụ bằng không khí hoặc nitơ khô được gia nhiệt đến 80 °C.

Hấp thụ clo nằm trong các ống hấp thụ vào chai đã biết trước khối lượng, có chứa dung dịch natri hydroxit.

Lần lượt cân ống hấp thụ và bình chứa dung dịch natri hydroxit từ sự chênh lệch khối lượng so với ban đầu, xác định được khối lượng nước và khối lượng phần mẫu thử.

4 Thuốc thử

4.1 Chất hấp thụ

Chọn một trong hai thuốc thử sau:

TCVN 10419:2014

4.1.1 Phospho pentoxit, hoặc

4.1.2 Magie perclorat, có dạng viên hoặc hạt từ 3 mm đến 5 mm, để tránh hao hụt khối lượng vật liệu trong khi hấp thụ nước. Thuốc thử này không được chứa nhiều hơn hai phân tử nước hydrat hóa (tức là 13,9 %), được khẳng định bằng phương pháp được nêu trong Phụ lục A.

Không được sử dụng thuốc thử này nếu clo được phân tích chứa chất hữu cơ.

4.2 Không khí hoặc nitơ, khô.

Những khí này được sấy khô bằng cách cho đi qua tháp chứa chất hấp thụ (4.1.1) hoặc (4.1.2).

4.3 Natri hydroxit, dung dịch 200 g/L hoặc khoảng 5 N.

4.4 Tinh bột i-ốt hóa, dung dịch chứa 5 g/L tinh bột và 150 g/L kali iodua.

4.5 Aceton.

4.6 Mỡ bôi trơn chịu được clo

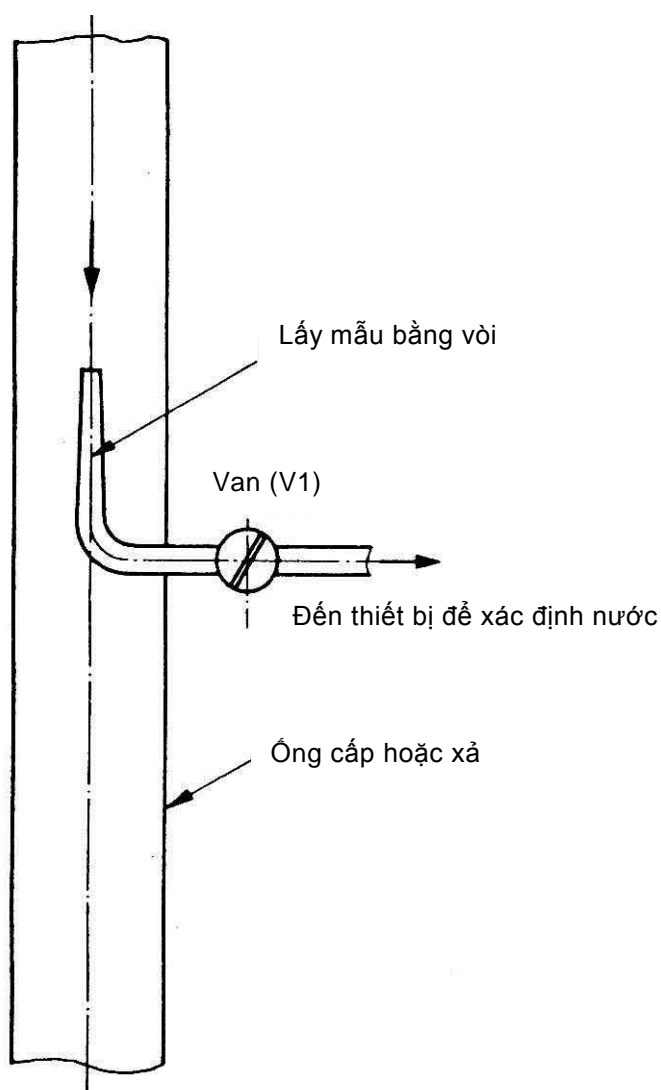
Mỡ bôi trơn trên cơ sở các sản phẩm flo hóa hoặc clo flo hóa là phù hợp.

5 Thiết bị, dụng cụ

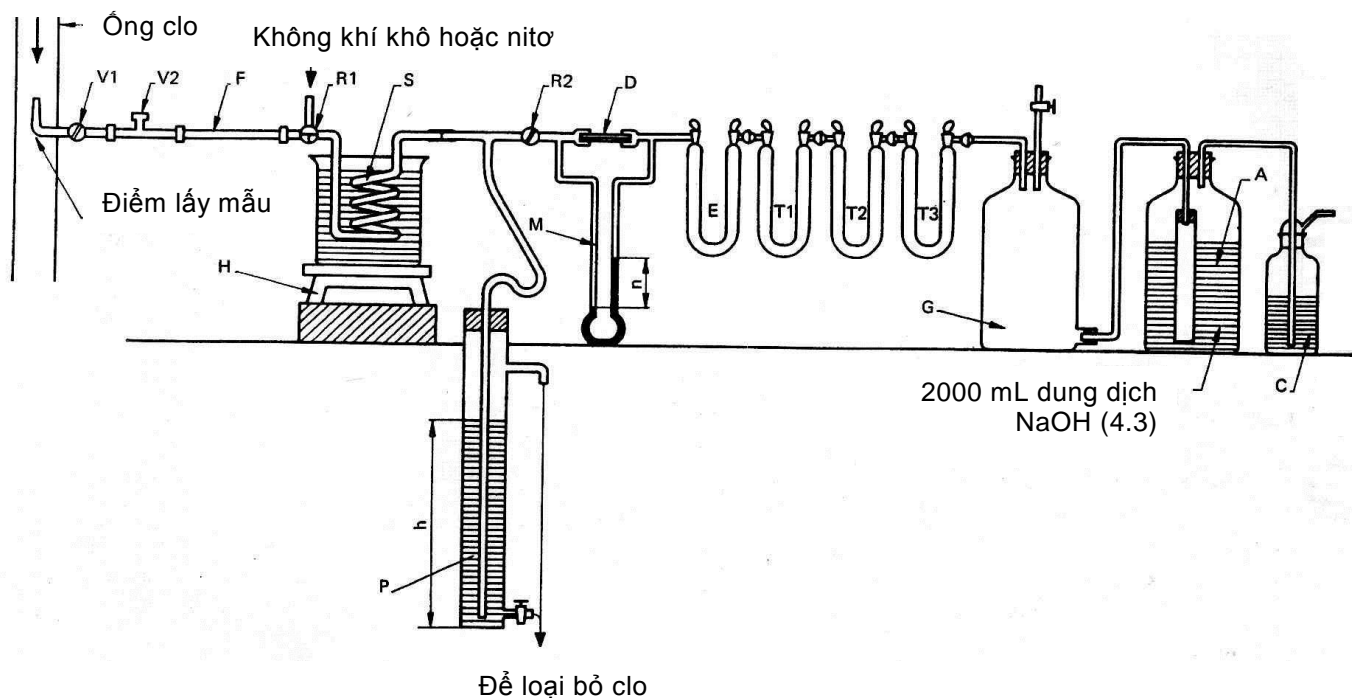
Thiết bị, dụng cụ sử dụng được trình bày trong Hình 2. Thiết bị bao gồm các phần sau:

- **Chai (A)**, chứa 2 L dung dịch natri hydroxit (4.3) để hấp thụ clo sử dụng trong mẫu.
- **Bình sục khí (C)**, chứa dung dịch tinh bột i-ốt (4.4), để điều chỉnh tốc độ hấp thụ clo.
- **Lưu lượng kế mao dẫn (D)**, và áp kế (M) chứa cacbon tetracloa cho phép lượng khí clo đi qua là 25 L/h. Lưu lượng kế có chỉ thị nổi thích hợp có thể dùng để thay thế.
- **Ống hình chữ U (E)**, được gắn với các mối nối thủy tinh nhám, nhồi đầy bông khoáng đã được sấy trước tại nhiệt độ 110 °C trong 1 h.
- **Ống lọc (F)**, gồm ống thép được ren có đường kính trong khoảng 6 mm, chiều dài 150 mm và được nhồi đầy bông thủy tinh.
- **Chai an toàn (G).**
- **Bếp điện (H).**
- **Van thủy tinh (P)**, nhồi đầy cacbon tetracloa.
- **Khóa chữ T có lỗ (R1).**
- **Khóa thẳng có lỗ (R2).**
- **Cuộn thép (S)** ngâm trong thùng nước được gia nhiệt đến nhiệt độ 80 °C bằng cách dùng bếp điện.

- **Ba ống hình chữ U (T1, T2 và T3)**, có nút thủy tinh nhám, chứa phospho pentoxit (4.1.1) hoặc magie perclorat (4.1.2), được làm đầy bằng cách chèn bông thủy tinh trong cả hai nhánh. Việc nhồi phospho pentoxit hay magie perclorat vào các ống hấp thụ nên được thực hiện trong dòng nitơ khô để tránh độ ẩm môi trường. Điều chỉnh cẩn thận thiết bị theo trình tự để đảm bảo lắp ráp được kín. Với mỗi ống chịu tải, cân riêng, phải có khối lượng không quá 100 g. Sau mỗi lần cân đặt lại ống theo trình tự, để chuyển các khí theo cùng hướng.
- **Van (V1).**
- **Van kim bằng thép (V2).**
- **Ống nối dẻo, bằng cao su chịu được clo.**



Hình 1 – Sơ đồ lấy mẫu bằng vòi cấp hoặc ống xả của xi-téc xe hàng



CHÚ THÍCH: Mỗi nối tiếp đất được phủ mỡ bôi trơn (4.6)

Hình 2 – Sơ đồ thiết bị để xác định nước trong clo

6 Cách tiến hành

CÁC BIỆN PHÁP AN TOÀN: Người làm việc với clo phải được hướng dẫn về sự nguy hại của sản phẩm và các biện pháp an toàn phải được xem xét.

Clo là chất khí dễ gây bỏng trên da, kích ứng và gây khó thở. Nồng độ clo trong không khí không được vượt quá 1 ppm (theo thể tích) hoặc 3 mg/m³.

Vì những lý do này đề nghị phải mặc quần áo bảo hộ và đeo kính, nơi làm việc phải thông thoáng, chú ý rằng khí clo nặng hơn không khí nên sẽ tập trung ở những vùng thấp.

Trong trường hợp khí bị rò rỉ đáng kể, chỉ người đeo mặt nạ thích hợp mới được ở lại trong vùng ô nhiễm. Khoanh vùng rò rỉ bằng giẻ tẩm amoniac.

Người bị nhiễm độc do hít phải khí phải được đưa ra khỏi vùng ô nhiễm càng nhanh càng tốt, tránh vận động tất cả các cơ, trong khi đợi sự có mặt của bác sỹ, đặt người bị nhiễm độc nơi yên tĩnh, tránh nhiễm lạnh và sơ cứu nếu cần. Nếu ngừng thở, phải hô hấp nhân tạo ngay lập tức.

6.1 Phần mẫu thử

Quy trình tốt nhất bao gồm việc nối thiết bị, chứa chất hấp thụ, đã cân sẵn để xác định trực tiếp với điểm lấy mẫu ngược dòng trong đường ống clo lỏng (xem Hình 1). Phần mẫu thử được lấy trong khi đổ đầy hoặc làm trống xi téc xe hàng là mẫu đại diện rất tốt.

Nếu cách vận hành này không khả thi và nếu có sẵn các chai nhỏ bằng thép không gỉ, sạch và khô, các mẫu thử nghiệm có thể được lấy vào các chai này với điều kiện phép xác định phải được tiến hành ngay lập tức, và sau đó các chai được làm trống và làm sạch bên trong thật cẩn thận, bằng cách xả dòng khí nitơ nóng, khô, để sẵn sàng cho lần lấy mẫu tiếp theo.

6.2 Vận hành sơ bộ

Trước khi đổ đầy các ống chữ U (T1, T2 và T3) với chất hấp thụ (4.1), dùng nước làm sạch các ống và sau đó tráng bằng aceton (4.5), và sấy khô ống. Sau khi đổ đầy, phủ lên các vòi một ít mỡ bôi trơn (3.6) và đặt các ống hấp thụ vào trong thiết bị.

Khi chất hấp thụ được sử dụng lần đầu, chuẩn bị các ống bằng cách đưa khí clo vào với tốc độ 25 L/h trong khoảng 2 h, để phản ứng giữa clo và tạp chất trong thuốc thử xảy ra. Nếu không vận hành sơ bộ, kết quả lần đầu sẽ vượt quá giá trị đúng.

Sau đó mở khóa R1 và R2 để thiết bị tiếp xúc với không khí khô hoặc nitơ khô (4.2), và đóng van dẫn clo V1 và V2. Xả các ống hấp thụ khoảng 10 min tại tốc độ không khí 25 L/h hoặc nitơ tại nhiệt độ 80 °C để loại bỏ bất kỳ tạp chất dễ bay hơi nào khác trừ nước còn lại trong ống hấp thụ. Chuyển bòn cách thủy và tiếp tục xả khoảng hơn 10 min với cùng loại khí tại nhiệt độ phòng, sau đó đóng R1 và R2, tháo các ống hấp thụ T1 và T2, xoa nhẹ chúng bằng vải tẩm aceton để phân tán bất kỳ tích điện nào. Sau 2 min đến 3 min cân từng ống riêng biệt chính xác đến 0,1 mg.

Đổ 2 L dung dịch natri hydroxit (4.3) vào trong chai A, cân toàn bộ chính xác đến 0,5 g và lắp các phần của thiết bị lại với nhau.

6.3 Phép xác định

Mở lần lượt các van V1 và V2, và mở vòi R1 để cho clo đã lọc và khí hóa chảy theo hướng vào van P. Sau 10 min mở khóa R2 để cho clo thấm vào các chất hấp thụ, với tốc độ chảy 25 L/h, được xác định bằng sự chênh lệch mức n của carbon tetracloerua trong hai nhánh của áp kế chênh lệch M của lưu lượng kế D hoặc bằng độ cao của quả bóng trong lưu lượng kế chỉ thị nổi. Lưu lượng này thu được bằng cách điều chỉnh độ mở của các van và chiều cao h của carbon tetracloerua trong van P.

Theo cách này, cho phép khoảng 100 L clo đi qua các chất hấp thụ. Khối lượng chính xác được xác định bằng cách cân bình hấp thụ A trước và sau khi xác định.

Trong suốt khoảng thời gian xác định (khoảng 4 h) đảm bảo rằng clo được hấp thụ toàn bộ. Nếu điều kiện này được thỏa mãn, dung dịch tinh bột i-ốt (4.4) trong bình sục khí (C) không biến thành màu xanh đậm.

Khi lượng clo sử dụng được coi là đủ, đóng van V1, đợi cho đến khi lưu lượng đo được của clo trong M ngừng, đóng van V2 và sau đó điều chỉnh khóa R1 để cho thiết bị tiếp xúc với không khí khô hoặc nitơ khô (4.2).

TCVN 10419:2014

Xả các ống hấp thụ trong khoảng 10 min tại tốc độ không khí 25 L/h hoặc nitơ tại nhiệt độ 80 °C để loại bỏ bất kỳ tạp chất dễ bay hơi nào khác trừ nước còn lại trong ống hấp thụ. Chuyển bồn cách thủy và tiếp tục xả khoảng hơn 10 min với cùng loại khí tại nhiệt độ phòng, sau đó đóng khóa R1 và R2, tháo các ống hấp thụ T1 và T2, xoa nhẹ chúng với vải tẩm aceton để phân tán bất kỳ tích điện nào. Sau 2 min đến 3 min cân từng ống riêng biệt chính xác đến 0,1 mg.

Thông thường nước được hấp thụ hoàn toàn trong ống T1. Nếu thấy khối lượng ống T2 tăng lên nhiều hơn 20 % lượng được hấp thụ trong T1, thì nên tiến hành xác định sau khi nạp T1 và ổn định lại ống như được đưa ra trong đoạn 2 của 6.2.

Sự có mặt ống T3 được xác định sẽ khả thi hơn trong cách này, thời điểm khi các chất của T2 phải được làm mới lại sẽ làm chai an toàn hơn.

7 Biểu thị kết quả

Hàm lượng nước, tính bằng gam trên kilogam, theo công thức:

$$\frac{m_1 \times 100}{m_o}$$

trong đó

m_1 là khối lượng của nước cân được (chênh lệch giữa các khối lượng chất hấp thụ T1 + T2, trước và sau khi đi qua clo), tính bằng gam;

m_o là khối lượng của phần mẫu thử (chênh lệch về khối lượng của chai A trước và sau khi xác định), tính bằng gam.

Biểu thị kết quả đến hai chữ số thập phân.

8 Báo cáo thử nghiệm

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

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

Phụ lục A

(Quy định)

Phương pháp kiểm tra mức độ hydrat hóa của magie perchlorat sử dụng làm chất làm khô trong xác định hàm lượng nước của clo

A.1 Nguyên tắc

Đo sự tăng của nhiệt độ dẫn đến hòa tan magie perchlorat trong nước. Xác định hàm lượng nước tương ứng, sử dụng sơ đồ đính kèm (xem Hình A.1)

A.2 Thiết bị, dụng cụ

A.2.1 Bình Dewar phủ bạc, dung tích 300 mL, có đường kính trong khoảng 60 mm, chiều cao 100 mm.

A.2.2 Nhiệt kế, có dải đo từ 0 °C đến 100 °C, vạch chia 1 °C.

A.2.3 Nút lie parafin, khoét một lỗ cho nhiệt kế và làm nút đậy của bình Dewar (A.2.1).

A.2.4 Ống trụ bằng giấy lọc, đường kính 40 mm và chiều cao 75 mm, đầu trên mở, được làm từ tấm giấy lọc hình chữ nhật kích thước 100 mm x 150 mm, cuộn trong khuôn phù hợp và quay hướng xuống dưới để tạo thành đáy, dùng giấy dính để tạo thành hình.

A.2.5 Ống đong, dung tích 100 mL.

A.3 Cách tiến hành

A.3.1 Phần mẫu thử

Tại thời điểm sử dụng, cân 20 g magie perchlorat trong ống trụ bằng giấy lọc (A.2.4), chính xác đến 0,1 g, và đóng ống trụ này bằng cách gấp giấy lại.

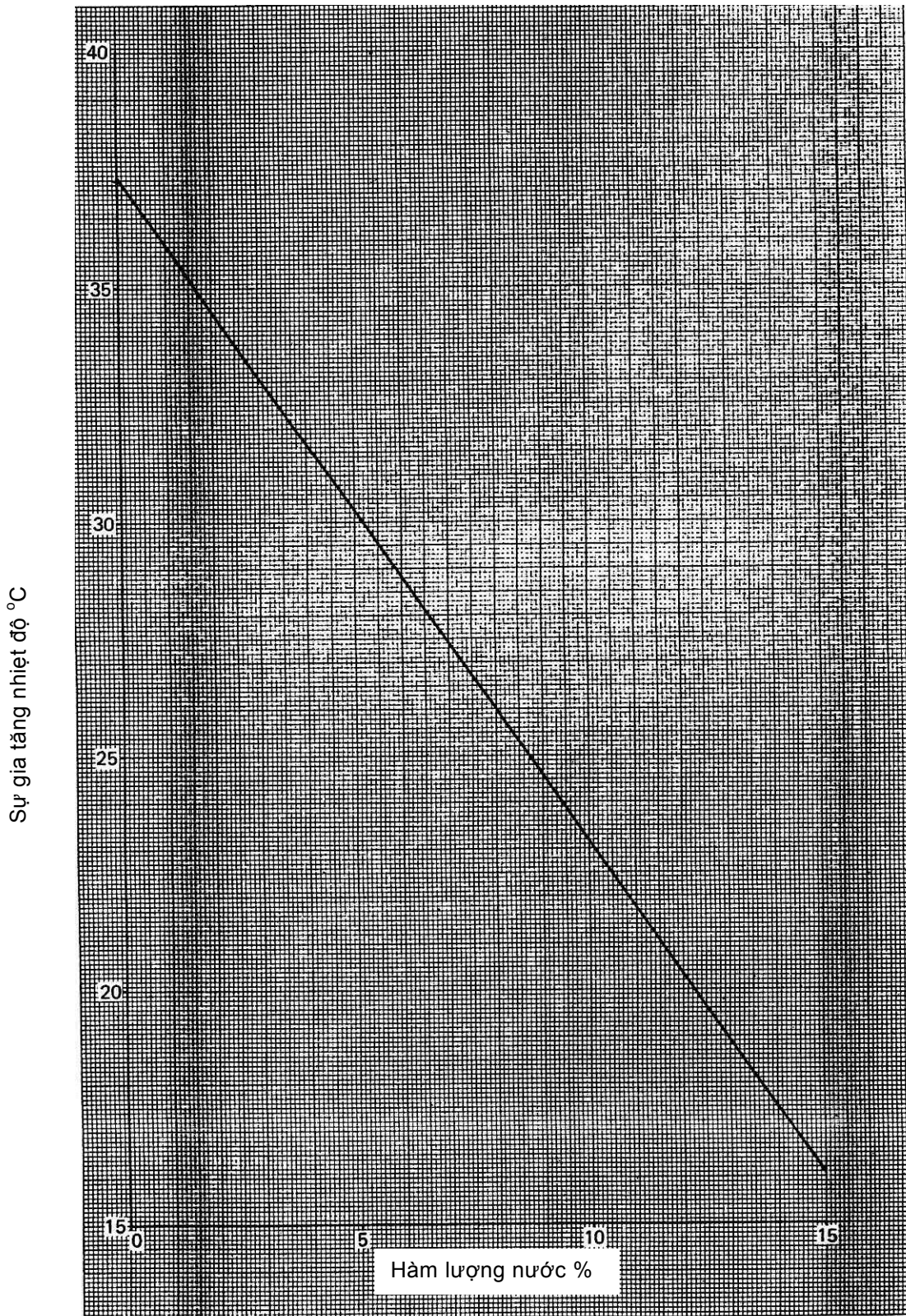
A.3.2 Phép xác định

Rót 75 mL nước cất vào bình Dewar (A.2.1). Đậy bình bằng nút lie parafin (A.2.3) có lắp nhiệt kế (A.2.2) và đọc nhiệt độ của nước khi đạt đến trạng thái cân bằng.

Cho ống trụ bằng giấy lọc (A.2.4) có chứa phần mẫu thử (A.3.1) vào trong bình Dewar (A.2.1) và thay nút lie. Lắc bình bằng cách xoay tròn nhẹ để hòa tan hoàn toàn sản phẩm và đọc nhiệt độ khi đạt đến trạng thái cân bằng (tức là sau 20 s đến 25 s).

A.4 Biểu thị kết quả

Xác định hàm lượng nước của sản phẩm từ sơ đồ trong Hình A.1, tính bằng phần trăm khối lượng, tương ứng với sự gia tăng về nhiệt độ quan sát được tại thời điểm hòa tan.



Hình A.1 – Đường chuẩn hàm lượng nước của magie perclorat là hàm số của sự gia tăng nhiệt độ do hòa tan