

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 7143:2010
ASTM D 3237-06^{ε1}**

Xuất bản lần 3

**XĂNG – PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHÌ
BẰNG QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ**

Standard test method for lead in gasoline by atomic absorption spectroscopy

HÀ NỘI – 2010

Lời nói đầu

TCVN 7143:2010 thay thế cho TCVN 7143:2006.

TCVN 7143:2010 được xây dựng trên cơ sở hoàn toàn tương đương với ASTM D 3237–06^{e1} *Standard test method for lead in gasoline by atomic absorption spectroscopy* với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D 3237–06^{e1} thuộc bản quyền của ASTM quốc tế.

TCVN 7143:2010 do Tiểu ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC28/SC2 *Nhiên liệu lỏng – Phương pháp thử* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Xăng – Phương pháp xác định hàm lượng chì bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử

Standard test method for lead in gasoline by atomic absorption spectroscopy

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng chì tổng trong xăng với khoảng nồng độ từ 2,5 mg/L đến 25 mg/L (0,010 g Pb/U.S. gal đến 0,10 g Pb/U.S. gal). Phương pháp này

áp dụng cho các loại xăng có thành phần khác nhau và không phụ thuộc vào loại chì alkyl.

1.2 Các giá trị tính theo hệ SI là giá trị tiêu chuẩn.

1.3 Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các vấn đề liên quan đến an toàn khi sử dụng. Người sử dụng tiêu chuẩn này có trách nhiệm thiết lập các nguyên tắc về an toàn và bảo vệ sức khỏe cũng như khả năng áp dụng phù hợp với các giới hạn quy định trước khi đưa vào sử dụng. Các lưu ý cụ thể về nguy hiểm xem 6.6 và 6.8.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết khi áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các bản sửa đổi, (nếu có).

TCVN 2117 (ASTM D 1193), *Nước thuốc thử – Yêu cầu kỹ thuật.*

TCVN 6777 (ASTM D 4057), *Sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp lấy mẫu thủ công.*

ASTM D 1368, *Test method for trace concentrations of lead in primary reference fuels (Phương pháp xác định nồng độ chì dạng vết trong nhiên liệu chuẩn gốc).*

ASTM D 2550, *Test method for water separation characteristics of aviation turbine Fuels (Phương pháp xác định đặc tính tách nước của nhiên liệu tuốc bin hàng không).*

ASTM D 3116, *Test method for trace amounts of lead in gasoline (Phương pháp xác định hàm lượng chì dạng vết trong xăng).*

TCVN 7143:2010

ASTM D 6299, *Practice for applying statistical quality assurance techniques to evaluate analytical measurement system performance (Phương pháp áp dụng kỹ thuật thống kê về đảm bảo chất lượng để đánh giá hệ thống thiết bị đo lường phân tích).*

3 Tóm tắt phương pháp

Pha loãng mẫu xăng với metyl isobutyl keton và các thành phần chì alkyl được giữ ổn định bằng phản ứng với iot và muối amoni bậc bốn. Xác định hàm lượng chì trong mẫu bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa tại bước sóng 283,3 nm, sử dụng các chuẩn được chuẩn bị từ chì clorua cấp thuốc thử. Bằng cách xử lý này, tất cả các hợp chất chì alkyl sẽ cho kết quả như nhau.

4 Ý nghĩa và ứng dụng

Sử dụng phương pháp này để xác định hàm lượng chì dạng vết đối với xăng không chì.

5 Thiết bị và dụng cụ

5.1 **Thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử**, có khả năng mở rộng thang đo và điều chỉnh tốc độ phun mẫu, được trang bị khe đốt và khoang trộn để dùng với ngọn lửa không khí-axetylen.

5.2 **Bình định mức**, dung tích 50 mL, 100 mL, 250 mL và 1 L.

5.3 **Pipet**, dung tích 2 mL, 5 mL, 10 mL, 20 mL và 50 mL.

5.4 **Micropipet**, dung tích 100 μ L, loại Eppendorf hoặc tương đương.

6 Hoá chất, thuốc thử

6.1 Độ tinh khiết của thuốc thử

Trong tất cả các phép thử, sử dụng hoá chất cấp thuốc thử. Nếu không có quy định riêng, thì sử dụng các hoá chất có độ tinh khiết tương đương nhưng không được làm giảm độ chính xác của phép thử.

6.2 Độ tinh khiết của nước

Nếu không có quy định riêng thì nước dùng trong phép thử này được hiểu là nước cất-loại II hoặc

loại III, theo TCVN 2117(ASTM D 1193).

6.3 Aliquat 336 (tricapryl metyl amoni clorua).

6.4 Dung dịch Aliquat 336/MIBK (10 % v/v)

Hoà tan và pha loãng 100 mL (88,0 g) Aliquat 336 bằng MIBK đến 1 L (MIBK: Metyl Isobutyl Keton).

6.5 Dung dịch Aliquat 336/MIBK (1 % v/v)

Hoà tan và pha loãng 10 mL (8,8 g) Aliquat 336 bằng MIBK đến 1 L.

6.6 Dung dịch iot

Hòa tan và pha loãng 3,0 g tinh thể iot bằng toluen đến 100 mL. (**CẢNH BÁO:** Dễ cháy. Hơi có tính độc).

6.7 Chì clorua ($PbCl_2$).

6.8 Xăng tinh khiết-không chì (Lead-Sterile Gasoline)

Xăng có hàm lượng chì nhỏ hơn 1,32 mg Pb/L (0,005 g Pb/gal). (**CẢNH BÁO:** Rất dễ cháy. Độc khi hít phải. Hơi có thể gây cháy).

CHÚ THÍCH 1: Để khẳng định hàm lượng chì nhỏ hơn 1,32 mg Pb/L (0,005 g Pb/gal), áp dụng ASTM D 1368 và ASTM D 3116. Quy trình tinh chế nhiên liệu tuốcbin khí nêu trong Phụ lục A.4 của ASTM D 2550 có thể sử dụng để giảm nồng độ chì của xăng trong xăng-tinh khiết không chì.

6.9 Chì, dung dịch tiêu chuẩn (1,32 g Pb/L (5,0 g Pb/gal))

Hoà tan 0,4433 g chì clorua ($PbCl_2$), đã sấy khô trong 3 h ở 105 °C trong khoảng 200 mL dung dịch Aliquat 336/MIBK 10 % trong bình định mức dung tích 250 mL. Pha loãng đến vạch mức bằng dung dịch aliquat 10 %, lắc đều và bảo quản trong chai màu nâu có nút polyetylen. Dung dịch này chứa 1321 µg Pb/mL, tương đương 5,0 g Pb/gal.

6.10 Chì, dung dịch tiêu chuẩn (264 mg Pb/L (1,0 g Pb/gal))

Dùng pipet lấy chính xác 50,0 mL dung dịch 1,32 g Pb/L (5,0 g Pb/gal) cho vào bình định mức dung tích 250 mL, dùng dung dịch Aliquat/MIBK 1 % pha loãng đến vạch mức. Bảo quản trong chai màu nâu có nút polyetylen.

6.11 Chì, dung dịch tiêu chuẩn (5,3 mg Pb/L; 13,2 mg Pb/L và 26,4 mg Pb/L (0,02 g Pb/gal; 0,05 g Pb/gal và 0,10 g Pb/gal)) - Dùng pipet lấy chính xác 2,0 mL; 5,0 mL và 10,0 mL dung dịch 264 mg Pb/L (1,0 g Pb/gal), cho vào các bình định mức dung tích 100 mL; cho thêm 5,0 mL

TCVN 7143:2010

dung dịch Aliquat 336 loại 1 % vào từng bình; dùng MIBK pha loãng đến vạch mức. Trộn đều và bảo quản trong các chai có nút polyetylen.

6.12 Metyl isobutyl keton (MIBK), (4 metyl - 2 pentanon):

6.13 Các mẫu kiểm soát chất lượng (QC) là các phần của một hoặc nhiều loại nhiên liệu dầu mỏ dạng lỏng có tính ổn định và đại diện cho mẫu đang xét. Dùng các mẫu này để đánh giá quá trình thử nghiệm, như quy định ở Điều 11.

7 Lấy mẫu

7.1 Lấy mẫu xăng theo TCVN 6777 (ASTM D 4057).

7.2 Chứa mẫu trong các vật chứa bằng kim loại để đảm bảo độ kín, không rò rỉ và bảo quản mẫu ở nhiệt độ thích hợp trước khi phân tích.

8 Hiệu chuẩn

8.1 Chuẩn bị các dung dịch tiêu chuẩn làm việc

Chuẩn bị ba dung dịch tiêu chuẩn làm việc và một mẫu trắng bằng cách dùng các dung dịch chỉ tiêu chuẩn 5,3 mg Pb/L; 13,2 mg Pb/L và 26,4 mg Pb/L (0,02 g Pb/gal; 0,05 g Pb/gal và 0,10 g Pb/gal), như đã chuẩn bị theo 6.11.

8.1.1 Cho 5,0 mL dung dịch chỉ tiêu chuẩn có hàm lượng thấp và 5,0 mL xăng không chì vào bốn bình định mức dung tích 50 mL có chứa sẵn 30 mL MIBK. Đối với mẫu trắng, chỉ cho 5,0 mL xăng không chì.

8.1.2 Dùng micropipet Eppendorf dung tích 100 μ L, thêm ngay 0,1 mL dung dịch iot/toluen. Trộn đều và để phản ứng khoảng 1 min.

8.1.3 Thêm 5 mL dung dịch Aliquat 336 1 %. Dùng MIBK pha loãng đến vạch mức và lắc đều.

8.2 Chuẩn bị thiết bị

Tối ưu hoá thiết bị hấp thụ nguyên tử để xác định chì ở bước sóng 283,3 nm. Sử dụng mẫu trắng, điều chỉnh hỗn hợp khí và tốc độ hút mẫu để có ngọn lửa oxy hóa nghèo nhiên liệu và có màu xanh.

8.2.1 Hút dung dịch tiêu chuẩn làm việc 26,4 mg Pb/L (1,0 g Pb/gal) và điều chỉnh vị trí của đèn đốt để có tín hiệu lớn nhất. Một số thiết bị yêu cầu sử dụng thang đo rộng để có số đo hấp thụ từ 0,150 đến 0,170 đối với dung dịch chuẩn này.

8.2.2 Hút mẫu trắng để chỉnh thiết bị về chế độ "Zero" và kiểm tra độ hấp thụ của ba dung dịch tiêu chuẩn làm việc để kiểm tra sự tuyến tính.

9 Cách tiến hành

9.1 Cho 5,0 mL mẫu xăng vào bình định mức dung tích 50 mL có chứa sẵn 30 mL MIBK và lắc đều.

9.1.1 Cho 0,10 mL (100 μ L) dung dịch iot/toluen và để cho hỗn hợp phản ứng khoảng 1 min.

9.1.2 Cho thêm 5,0 mL dung dịch Aliquat 336/MIBK 1 % và lắc đều.

9.1.3 Dùng MIBK để pha loãng đến vạch mức và lắc đều.

9.2 Hút mẫu và các dung dịch tiêu chuẩn làm việc, ghi lại các giá trị độ hấp thụ và với việc thường xuyên kiểm tra điểm zero.

10 Tính toán kết quả

Vẽ đồ thị của các giá trị đo độ hấp thụ theo nồng độ của các dung dịch tiêu chuẩn làm việc và đọc các nồng độ của mẫu từ đồ thị.

11 Kiểm soát chất lượng

11.1 Xác nhận đặc tính kỹ thuật của thiết bị hoặc của quy trình thử thông qua việc phân tích mẫu kiểm soát chất lượng (QC) (xem 6.13).

11.1.1 Khi các phòng thử nghiệm đã có sẵn các tài liệu về Kiểm soát chất lượng (QC)/Đảm bảo chất lượng (QA) thì có thể sử dụng các tài liệu này để khẳng định độ tin cậy của kết quả thử.

11.1.2 Nếu tài liệu về QC/QA không được thiết lập cho thiết bị thử nghiệm thì có thể sử dụng hệ thống QC/QA ở Phụ lục A.

12 Độ chụm và độ chệch

12.1 Độ chụm

Độ chụm của phương pháp này được xác định bằng phương pháp kiểm tra thống kê các kết quả thử nghiệm liên phòng, như sau:

12.1.1 Độ lặp lại

Sự chênh lệch giữa hai kết quả thử thu được do cùng một thí nghiệm viên tiến hành trên cùng một thiết bị, cùng một mẫu thử trong một khoảng thời gian dài có điều kiện thử không đổi, với thao tác bình thường và chính xác theo phương pháp thử, chỉ một trong 20 trường hợp được vượt giá trị sau:

1,3 mg/L (0,005 g/U.S gal)

TCVN 7143:2010

12.1.2 Độ tái lập

Sự chênh lệch giữa hai kết quả đơn lẻ và độc lập thu được do các thí nghiệm viên khác nhau tiến hành ở những phòng thí nghiệm khác nhau, trên cùng một mẫu thử, trong một thời gian dài, với thao tác bình thường và chính xác theo phương pháp thử, chỉ một trong 20 trường hợp được vượt giá trị sau:

2,6 mg/L (0,01 g/U.S gal)

12.2 Độ chệch

Độ chệch của phương pháp này do hai phòng thí nghiệm riêng biệt xác định bằng việc phân tích các chất chuẩn đối chứng.

Mẫu	Hàm lượng chỉ đã xác nhận, g/U.S gal	Các kết quả quan sát được, g/U.S gal	
		Phòng thử nghiệm 1	Phòng thử nghiệm 2
SRM 2712	0,031	0,032; 0,033	0,034; 0,033
SRM 2713	0,052	0,051; 0,054	0,050; 0,051
SRM 2714	0,075	0,077; 0,079	

Các giá trị thu được nằm trong phạm vi độ lặp lại của phương pháp và cho thấy không có độ chệch.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Theo dõi kiểm soát chất lượng

- A.1** Xác nhận hiệu quả hoạt động của thiết bị cũng như quy trình thử nghiệm bằng việc phân tích mẫu kiểm soát chất lượng (QC).
- A.2** Trước khi thực hiện quá trình phân tích, người sử dụng phương pháp này cần phải xác định giá trị trung bình và các giới hạn kiểm soát của mẫu QC (xem ASTM D 6299)^{a)}.
- A.3** Ghi các kết quả QC và phân tích bằng biểu đồ kiểm soát hoặc bằng kỹ thuật thống kê tương đương để xác định tình trạng kiểm soát thống kê của toàn bộ quá trình thử nghiệm (xem ASTM D 6299)^{a), b)}. Nghiên cứu, tìm hiểu các số liệu lạc ngoài vùng kiểm soát để tìm nguyên nhân gốc. Các kết quả nghiên cứu này có thể, nhưng không nhất thiết phải dẫn đến việc hiệu chuẩn lại thiết bị.
- A.4** Tần suất thử nghiệm QC phụ thuộc vào giới hạn chất lượng của phép đo, độ ổn định được thể hiện của quy trình thử và theo yêu cầu của khách hàng. Thông thường cần tiến hành phân tích mẫu QC hàng ngày. Cần tăng tần suất kiểm tra QC nếu số lượng mẫu phân tích hàng ngày lớn. Tuy nhiên khi có đủ bằng chứng thống kê là việc thử nghiệm nằm trong vùng kiểm soát thống kê thì tần suất thử nghiệm QC có thể giảm đi. Phải thường xuyên kiểm tra độ chụm của phép thử mẫu QC theo phương pháp xác định độ chụm của ASTM quy định để đảm bảo chất lượng các số liệu (xem ASTM D 6299)^{a)}.
- A.5** Khuyến nghị: Loại mẫu QC được thử nghiệm thường xuyên nên là loại đại diện cho nhiên liệu được thử nghiệm hàng ngày. Nguồn cung cấp mẫu QC phải luôn sẵn sàng để sử dụng cho kế hoạch đã định và phải đảm bảo đồng đều, ổn định trong điều kiện bảo quản quy định.
- A.6** Xem chú thích^{a), b)} hướng dẫn về QC và kỹ thuật lập biểu đồ kiểm soát.

^{a)} ASTM MNL7, Manual on Presentation of Data Control Chart Analysis, 6th Ed., Section 3, ASTM International, W. Conshohocken, PA (Sổ tay về cách trình bày các phân tích biểu đồ kiểm soát dữ liệu, xuất bản lần 6, phần 3, ASTM, W. Conshohocken, PA).

^{b)} Nếu thiếu các yêu cầu cụ thể đối với phương pháp thử mục này quy định tần suất kiểm tra mẫu QC.