

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 5848 - 1994

ĐẤT ĐÈN

HÀ NỘI - 1994

Lời nói đầu

TCVN 5848 - 1994 do Vụ khoa học kỹ thuật Bộ công nghiệp
năng biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất
lượng đề nghị và được Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi
trường ban hành

ĐẤT ĐÈN

Calcium carbide

Tiêu chuẩn này áp dụng cho đất đèn, sản xuất từ đá vôi và than antraxit, dùng để sản xuất khí axetylen và các sản phẩm hóa chất khác.

Công thức hóa học CaC_2 .

1 Yêu cầu kỹ thuật

Đất đèn phải phù hợp với các yêu cầu kỹ thuật ghi trong bảng 1.

Bảng 1

Tên chỉ tiêu	Mức	
	1	2
1. Khí axetylen khô, lít, phát sinh từ 1kg đất đèn, ở nhiệt độ 20°C và áp suất 760 mm Hg, không nhỏ hơn	260	240
2. Hàm lượng hidro photphua, %, không lớn hơn	0,08	
3. Hàm lượng hidro sunfua, %, không lớn hơn	0,15	
4. Kích thước, mm, không nhỏ hơn	25	

Khi tính toán khối lượng thực với đơn vị đo quy ước, ta dùng một kg đất đèn giả định với lượng khí axetylen 260 lít sinh ra và tính theo công thức

$$G = \frac{V}{260} \cdot G_1$$

Trong đó: G - Khối lượng đất đèn giả định, kg;
 V - Lượng khí axetylen sinh ra từ 1kg đất đèn, lít;
 G_1 - Khối lượng thực của đất đèn, kg.

2 Phương pháp thử

2.1 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

2.1.1 Lấy mẫu và xử lý mẫu theo TCVN 1694-75.

2.1.2 Lấy mẫu đất đèn theo từng lô hàng. Lô hàng là lượng sản phẩm có cùng chỉ tiêu chất lượng và được sản xuất cùng đợt nhưng không quá 65 tấn.

2.1.3 Khi lấy mẫu mở nắp thùng, bỏ lớp bên trên, sau đó lấy tại ba vị trí trên, giữa và dưới với lượng mẫu 1kg ở mỗi thùng. Các lượng mẫu lấy được đem gộp lại, đập vỡ thành các hạt nhỏ không quá 15mm. Loại tử tử bằng phương pháp chia tư, giữ lại khoảng 0.5kg để phân tích.

2.1.4 Mẫu đem phân tích được đựng trong lọ nhựa hoặc thủy tinh khô có nút kín, dán nhãn ghi rõ:

Tên sản phẩm;

Số hiệu lô hàng;

Ngày lấy mẫu.

2.2 Hóa chất dùng để phân tích là loại tinh khiết hóa học (TKHH) hoặc tinh khiết phân tích (TKPT).

2.3 Nước cất theo TCVN 2117-77.

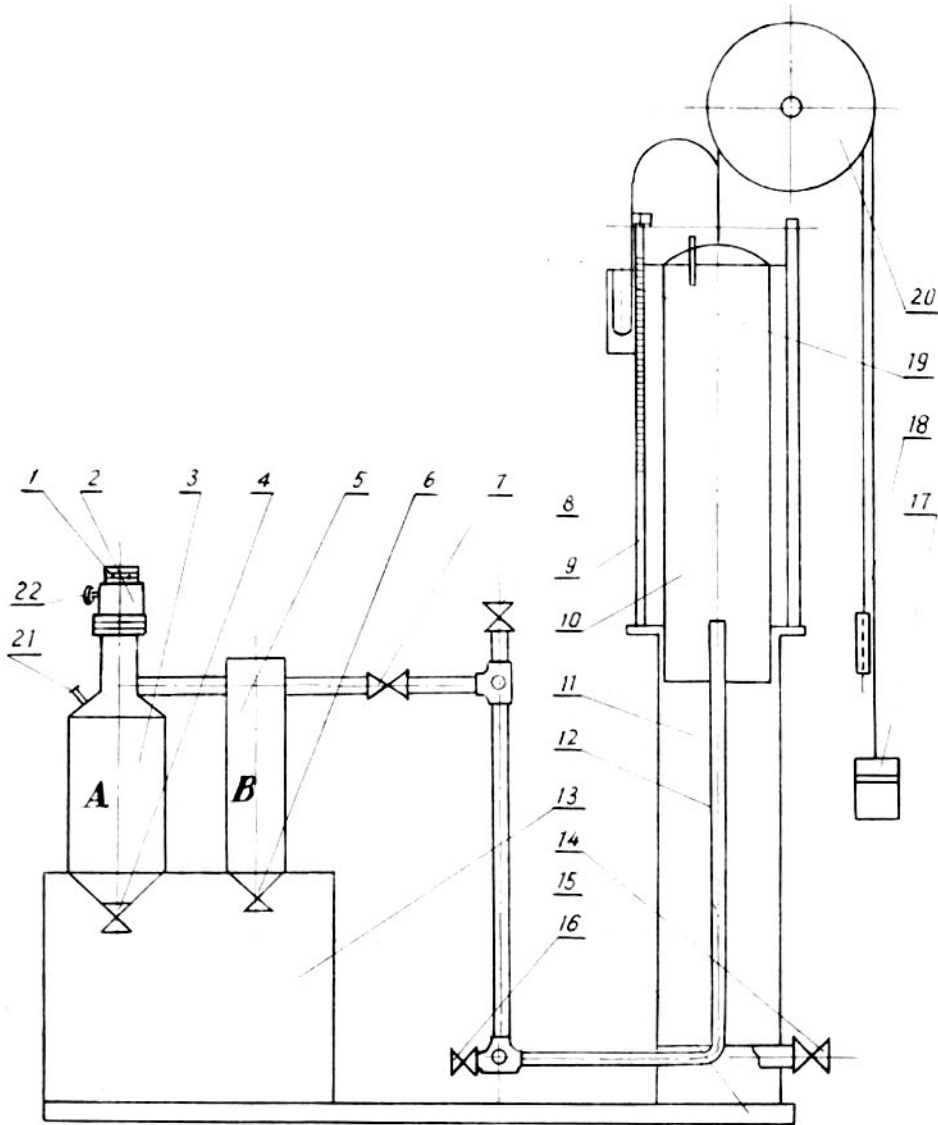
2.4 Xác định lượng khí axetylen sinh ra từ đất đèn

2.4.1 Mô tả thiết bị (hình 1)

- | | |
|------------------------------|-----------------------------------|
| 1. Nắp; | 14. Van; |
| 2. Chỗ cho mẫu vào; | 15. Bộ máy; |
| 3. Thùng phát sinh khí; | 16. Miếng nước; |
| 4. Van cầu; | 17. Búa cân bằng; |
| 5. Thùng phân ly dịch khí; | 18. Búa điều chỉnh; |
| 6.7.8. Van cầu; | 19. Áp kế chữ U; |
| 9. Thước đo; | 20. Bánh xe cân bằng; |
| 10. Chuông chụp; | 21. Lỗ nước vào; |
| 11. Thùng nước muối bão hòa; | 22. Tay đẩy; |
| 12. Ống thải khí trung tâm; | 23. Nhiệt kế đo nhiệt độ của khí. |
| 13. Bể thùng phát sinh; | |

2.4.2 Tiến hành thử

Cân 50g mẫu với độ chính xác 0.01g kích thước 1 - 8mm. Mở van khí thải 8, đưa vào thùng phát sinh khí 3 hai lít nước qua ống 21. Đóng van nước vào ống 21. Điều chỉnh thiết bị đo về vị trí số 0 trên thang đo. Đóng van thải khí 8. Mở nắp 1 cho 50g mẫu vào thùng phát sinh khí 3, vận chặt nắp lại. Đợi sau 10 phút đọc số liệu trên thang đo và nhiệt kế.



Hình 1. Thiết bị đo lường phát sinh khí

Lượng khí axetylen phát sinh (G), được tính bằng l/kg, ở điều kiện tiêu chuẩn của mẫu đo, theo công thức:

$$G = \frac{V \cdot (P - P') \cdot (273 + 20)}{101,3 (273 + t)}$$

trong đó:

P - Áp lực không khí, hiệu chỉnh theo nhiệt độ đến 0 kPa (tra theo bảng 2);

P' - Áp lực hơi nước của muối bão hòa (tra theo bảng 3), kPa;

V - Lượng khí phát sinh đo được ở điều kiện thí nghiệm, l/kg;

t - Nhiệt độ khí trong chuông lúc đo, °C.

Bảng 2

Nhiệt độ, °C	Trị số hiệu chỉnh, kPa
5-12	0.133
13-20	0.267
21-28	0.400
29-36	0.533
37-44	0.667

Bảng 3

Nhiệt độ (°C)	Áp suất P (kPa)	Nhiệt độ (°C)	Áp suất P (kPa)	Nhiệt độ (°C)	Áp suất P (kPa)	Nhiệt độ (°C)	Áp suất P (kPa)
0	0.453	10	0.920	20	1.760	30	3.200
1	0.480	11	0.987	21	1.880	31	3.370
2	0.520	12	1.050	22	2.000	32	3.560
3	0.560	13	1.130	23	2.120	33	3.760
4	0.600	14	1.210	24	2.253	34	3.975
5	0.653	15	1.290	25	2.386	35	4.200
6	0.707	16	1.373	26	2.533	36	4.453
7	0.760	17	1.466	27	2.693	37	4.706
8	0.813	18	1.560	28	2.853	38	4.973
9	0.867	19	1.653	29	3.026	39	5.253

2.5 Xác định hàm lượng khí hidro sunphua

2.5.1 Mô tả thiết bị (hình 2)

- 1) Bình tam giác dùng để phân hủy đất đèn, có miệng mai được nối với bình nhỏ giọt, dung tích 250-500ml;
- 2) Bình nhỏ giọt dung tích 250 - 500 ml;
- 3) Châu dùng làm lạnh bình phản ứng;
- 4) Ống chữ U nạp bông thủy tinh và được nút kín phía trên (khí ra và vào theo nhánh bên của ống);
- 5-6) Bình rửa khí dùng để tách hidro sunphua;
- 7) Bình cầu đáy bằng dung tích 1 lít, để xác định hàm lượng hidro photphua;
- 8) Bình nhỏ giọt có dung tích 50 - 100 ml;
- 9-10) Hệ thống hút khí gồm hai bình dung tích 1,5 lít, nối với nhau bằng ống cao su.

Bình số 1, 5, 7 và 9 được dây chặt bằng nút cao su có 2 lỗ. Nút cao su của bình 1: một lỗ cắm ống nhỏ giọt đường kính 3mm, sâu 5-10 mm kể từ mặt dưới của nút, một lỗ cắm ống thủy tinh hình thước thợ, đầu dưới của ống phải thấp hơn mặt dưới của nút. Nút cao su của bình 5 cắm hai ống dẫn khí hình thước thợ. Ống dẫn khí vào kéo dài tới đáy bình, ống dẫn khí ra cắm sâu 80 mm so với mặt dưới của nút.

Nút cao su của bình 9 : một lỗ cắm ống thủy tinh hình thước thợ của bình 8, cắm sâu hơn mặt dưới của nút, lỗ kia nối với ống cao su mềm thông với bình thứ hai của bình hút khí 9. Tất cả các phần riêng biệt của hệ thống thiết bị này đều được nối với nhau bằng ống cao su mềm.

2.5.2 Thuốc thử và dung dịch

Dung dịch cadimi axetat 0,1M hoặc cadimi, clorua 0,1M;

Axit axetic, dung dịch 80 và 90%;

Dung dịch iot kim loại 1N và 0,01N;

Natri axetat;

Natri thiosunfat dung dịch 0,1N và 0,01N;

Axit clohidric, $d = 1,185$;

Hồ tinh bột, dung dịch 0,5%;

Nước cất theo TCVN 2117 - 77.

Pha chế dung dịch cadimi axetat 0,1 M : lấy 29g cadimi axetat hoặc 22g cadimi clorua hòa tan trong nước (trường hợp cần thiết có thể lọc), cho thêm 10 ml axit axetic và 10g natri axetat, thêm nước cất cho vừa đủ một lít và khuấy đều.

2.5.3 Tiến hành thử

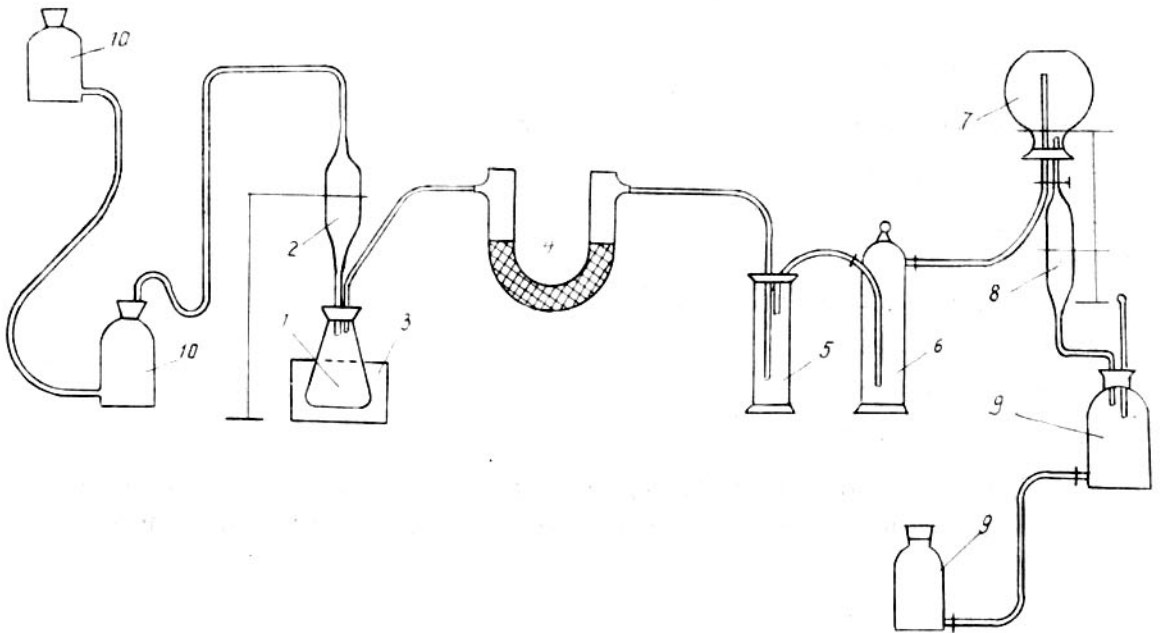
Rót khoảng 10ml dung dịch cadimi axetat vào bình rửa khí 5 và 6. Đổ đầy nước cất tới nút của bình 7 và 9, bình 10 đổ nước cất đến nhánh bên. Nối các phần của hệ thống thiết bị với nhau và thử lại độ kín của hệ thống.

Cân 30 g đất đèn với độ chính xác 0,01g đổ vào bình 1 đã được sấy khô. Đổ nước lạnh vào chậu 3, khóa ở bình 2 và 8, đóng chặt. Đổ nước cất vào bình 2 và mở khóa cho nước chảy chậm không quá 2-3 giọt trong một phút. Quá trình phân hủy đất đèn xảy ra đều đặn trong khoảng 2-5 giờ. Quay ngược phễu nhỏ giọt 8 xuống phía dưới (như hình vẽ) và bắt chặt vào giá. Cho 2 - 2,5 lít khí axetylen vào bình 7 để xác định hidro photphua khi nước trong bình 7 bị khí axetylen đẩy ra hết, lật bình về vị trí ban đầu cho đến khi kết thúc phân hủy của mẫu đất đèn. Để khỏi mất khí, bình 2 luôn được bổ xung nước cất. Khi kết thúc phản ứng phân hủy axetylen, bình 1 cần được đổ đầy nước để đẩy hết khí trong bình. Việc đổ nước vào bình 1 từ đầu cho đến nửa thể tích bình thực hiện dưới áp lực bằng cách khóa bình 8 và kẹp chặt ống cao su nối giữa bình 8 và 9 và ống cao su nối bình 2 với hệ thống hút khô II.

Tách bình 7 ra khỏi bình rửa khí 6 bằng cách kẹp chặt ống cao su nối giữa chúng và đồng thời tiến hành tách các bình 5 và 6, tách ống chữ U khỏi bình rửa khí 5.

Cần tuân theo đúng trình tự trên để tránh rút dư khí từ bình này sang bình kia.

Trút dung dịch trong cả hai bình rửa khí vào một bình để chuẩn độ. Đổ vào đó một lượng dư dung dịch iot 0,1N (khoảng 10-20 ml tùy theo lượng hidro sunphua có trong đất đèn) và 5-10 ml axit clohidric. Sau 5 - 10 phút dung dịch iot dư được chuẩn độ bằng dung dịch natri thiosunphat 0,1N với sự có mặt của hồ tinh bột dung dịch 0,5%.



Hình 2. Thiết bị dùng để xác định lượng khí hidro sunfua và hidro photphua

Hàm lượng hidro sunphua (H_2S). (X) được tính bằng %, theo công thức:

$$X = \frac{0,001188 (V_1 - V_2) \cdot 1000 \cdot 100}{G \cdot V}$$

trong đó:

V_1 - Thể tích chính xác dung dịch iot 0.1N. ml;

V_2 - Thể tích dung dịch natri thiosunphat 0.1N dùng chuẩn độ lượng iot dư. ml;

0.001188 - lượng hidro sunphua tính ra lít (ở áp suất 760 mm Hg và 21°C) tương ứng với 1ml dung dịch iot 0.1N;

G - Khối lượng mẫu đất đen, gam;

V - Thể tích khí axetylen, sinh ra từ 1kg đất đen, lít.

2.5.4 Xác định hàm lượng khí hidro photphua.

Tách bình 7 đã được nạp đầy khí axetylen ra khỏi hệ thống hút khí 9, mở nút bình 8. Để khí trong bình có áp suất khí quyển mở nhanh khóa ở bình 8 cho khí thừa đi ra. Quan sát áp suất và nhiệt độ khí. Đóng khóa bình 8, tráng bình 8 bằng nước cất. Dùng buret rót vào bình 8 từ 20-25 ml dung dịch iot 0.01N. Thận trọng cho dung dịch iot vào bình 7, tránh không khí lọt vào.

Dùng nước cất tráng bình 8 từ 2-3 lần và đổ vào bình 7. Lắc bình 7 trong 1 phút, mở khóa bình 8, lấy kẹp khỏi ống cao su, mở nút bình, dùng nước cất tráng nút và bình. Chuẩn lượng iot dư bằng dung dịch natri thiosunphat 0.01N với sự có mặt của hồ tinh bột, dung dịch 0.5%.

Hàm lượng khí hidro photphua. (X_1) được tính bằng % theo công thức:

$$X_1 = \frac{0,035 (V_1 - V_2) \cdot 100}{V}$$

trong đó:

V_1 - Thể tích dung dịch iot 0.01N. ml;

V_2 - Thể tích dung dịch natri thiosunphat 0.01N. ml;

0.035 - Lượng hidro photphua tính ra ml tương ứng với 1ml dung dịch iot 0.01N;

V - Thể tích khí axetylen được tính bằng ml ở áp suất 760 mm Hg và nhiệt độ 20°C, theo công thức:

$$V = \frac{V_o (P_o - W_t)}{760 (273 + t)}$$

trong đó:

V_o - Thể tích bình, ml;

P_o - Áp suất khí quyển ở nhiệt độ không khí xung quanh, mm Hg;

t - Nhiệt độ không khí khi tiến hành thí nghiệm, °C;

W_t - Áp suất của hơi nước bão hòa ở nhiệt độ t, mm Hg.

3 Bao gói, ghi nhãn, bảo quản, vận chuyển và an toàn

3.1 Đất đen được đựng trong thùng sắt 50 kg hoặc 100 kg.

3.2 Thùng đựng đất đèn được chế tạo riêng, tuân thủ các quy định về an toàn.

3.3 Trước khi thùng đem sử dụng phải thử độ kín bằng cách đậy chặt và nhúng chìm xuống nước từ 2 - 3 phút mà nước không được thấm vào trong, mới đạt yêu cầu về độ kín.

3.4 Thùng đựng đất đèn bên ngoài có nhãn ghi rõ :

Tên cơ quan chủ quản;

Tên cơ sở sản xuất;

Tên sản phẩm;

Khối lượng thô và tinh;

Mức chất lượng;

Số hiệu tiêu chuẩn;

Ký hiệu phòng nước và lửa;

Ngày, tháng, năm sản xuất.