

SẢN PHẨM DẦU MỎ	TCVN
Xác định hàm lượng chì tổng số trong xăng bằng phương pháp thể tích với thuốc thử cromat.	4247-86
Нефтепродукты Petroleum Products	Có hiệu lực
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО СОДЕРЖАНИЯ СВИНЦА В БЕНЗИНЕ	từ
ХРОМАТНЫМ СПОСОБОМ	1-1-1987
Determination of Lead Content in Gasoline by Volumetric Chromatography Method.	

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng chì tổng số trong xăng có hàm lượng chì từ 0,05- 1,3 g/l.

1. Nguyên tắc của phương pháp :

Chỉ Alkyd (chỉ tetraetyl ...) được chuyển hóa thành chỉ Clorua bằng cách chiết hồi lưu với axit Clohydric đặc. Phần chiết được làm bay hơi tới khô. Các chất hữu cơ được oxy hóa bằng axit Nitric đặc. Chỉ được kết tủa dưới dạng chỉ Cromat và định lượng bằng phương pháp chuẩn độ iod.

2. Dụng cụ và thuốc thử :

2.1. Bộ dụng cụ chiết :

Bình cầu 2 cổ dung tích 500 ml có khóa tháo ở dưới đáy;

Sinh hàn hồi lưu ;

Phễu hình trụ dung tích 70 ml ;

Dây đốt nóng công suất 250W, có biến trở điều chỉnh ;

Phễu lọc thủy tinh dung tích 25 ml hoặc phễu lọc xốp có đường kính cực đại của lỗ xốp từ 9 - 15 μ m;

Cốc thủy tinh chịu nhiệt dung tích 400 ml ;

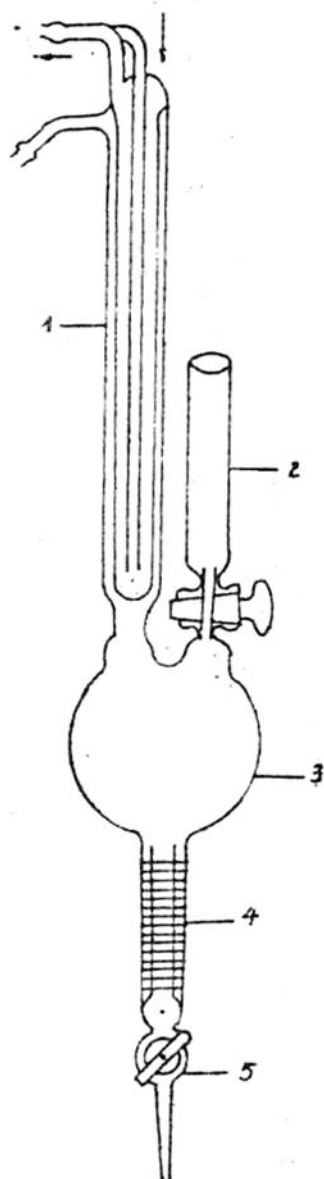
Ống đong dung tích 100 ml theo TCVN 1610-75 ;

Bình định mức 1000 ml theo TCVN 1605-75 ;

Buret dung tích 25 ml theo TCVN 1609-75 ;

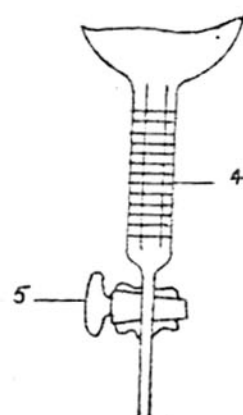
Pipet dung tích 10; 25; 50 ml theo TCVN 1607-75;
1608-75 ;

Dụng cụ chiết được lắp như hình vẽ; nếu không có bộ dụng cụ như hình vẽ thì có thể dùng bình cầu 2 cổ chịu nhiệt dung tích 500 ml, lắp sinh hàn hồi lưu, đun nóng trên bếp điện kín và tách axit bằng phễu chiết.



Bộ dụng cụ chiết.

1. Sinh hàn
2. Phễu rót dung dịch
3. Bình cầu
4. Bộ phận đun nóng mẫu
5. Khóa



2.2. Thuốc thử và phương pháp chuẩn bị thuốc thử :

Amon hydroxit (tkpt), dung dịch (1:1) pha loãng 1 thể tích amon hydroxit có khối lượng riêng 0,90 g/ml với 1 thể tích nước cất ;

Axit clohydric đặc (tkpt) có khối lượng riêng 1,19 g/ml ;

Chỉ axetat, dung dịch 10% ;

Axit nitric đặc (tkpt) có khối lượng riêng 1,42 g/ml ;

Axit nitric loãng, dung dịch (1:20); pha loãng 1 thể tích axit nitric đặc với 20 thể tích nước cất ;

Kali bicromat, dung dịch 10% ;

Kali iodua (tkpt) .;

Chỉ thị paranitrophenol, dung dịch 0,5% ;

Dung môi cho chỉ cromat : Hoà tan 300g Natri Clorua trong nước cất và thêm đủ 1 lít. Hoà tan 200 ml axit Clohydric đặc trong 350 ml nước cất. Trộn lẫn các dung dịch muối và axit ;

Hỗn hợp oxy hóa : Hoà tan 78g Kali Clorat trong 550 ml axit Nitric ;

Dung môi pha loãng : Phần cất không chứa chỉ được chưng cất trực tiếp từ dầu mỏ có 10% thể tích ở 200°C và 90% thể tích ở 230°C ;

Dung dịch hồ tinh bột : Hoà tan 1g hồ tinh bột trong 100 ml nước cất, đun sôi và lọc nóng, thêm một vài giọt toluen để bảo quản ;

Nước cất 2 lần ;

3. Chuẩn bị thử :

3.1. Xác định độ chuẩn của dung dịch chỉ Nitrat.

3.1.1. Cân 3,1970g chỉ Nitrat chính xác đến 0,0002g cho vào bình định mức 1 lít hoà tan và thêm nước cất tới vạch mức.

3.1.2. Dùng pipet lấy 50 ml dung dịch chỉ Nitrat cho vào dung tích 400 ml, làm bay hơi tới khô trên bếp điện kín. Thêm vào cần 4 ml axit Nitric loãng và 25 ml nước cất. Đun nóng cho tới khi tất cả muối chỉ hoà tan.

3.1.3. Làm lạnh dung dịch, thêm 6 giọt chỉ thị parani-trophenol và trung hoà dung dịch bằng cách thêm amoni hydroxit cho đến khi chỉ thị chuyển màu. Thêm bổ sung 4 - 5 ml amoni hydroxit, trung hoà lượng amoni hydroxit dư bằng axit axetic; cho dư axit axetic 1 - 2 ml. Pha loãng dung dịch bằng nước cất đến 300 ml, đun sôi trên bếp điện kín. Dùng pipet thêm từng giọt 10 ml dung dịch Kali Bicromat, đun sôi cho tới khi chỉ Cromat kết tủa có màu vàng xám (khoảng 5 - 7 phút). Để yên kết tủa 3 - 4 giờ hoặc sang ngày hôm sau, lọc kết tủa trên phễu lọc xốp đã được sấy ở 110 - 120°C và cân khối lượng thuốc chính xác đến 0,0001 g. Tráng cốc và rửa kết tủa bằng nước cất nóng cho đến khi nhỏ 1 giọt dung dịch chỉ axetat vào 1 giọt nước lọc không thấy đục. Sau đó sấy khô phễu có kết tủa trong tủ sấy ở 110 - 120°C khoảng 1 giờ rồi lấy ra bình chống ẩm để 30 phút trước khi cân. Cân chính xác đến 0,0001 g.

3.1.4. Hàm lượng chỉ M_1 (g/50 ml) tính theo công thức:

$$M_1 = 0,639 M_0$$

trong đó : M_0 - khối lượng chỉ cromat xác định khi chuẩn
50 ml dung dịch chỉ nitrat (g).

3.2. Xác định độ chuẩn của dung dịch natri thiosunfat.

3.2.1. Cân 12,4 g natri thiosunfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) hoà tan trong bình định mức 1 l và thêm nước cất đến đủ 1 l. Bảo quản dung dịch trong chai tối màu.

3.2.1. Dùng pipet lấy 25 ml dung dịch chỉ nitrat cho vào cốc dung dịch 400 ml, tiến hành như mục (3.1.2) và (3.1.3). Lọc kết tủa chỉ cromat trên phễu lọc, tráng cốc và rửa kết tủa bằng nước cất nóng cho tới khi nhỏ 1 giọt dung dịch chỉ axetat vào 1 giọt nước lọc không thấy đục.

Hoà tan chỉ cromat trên phễu lọc bằng 50 ml dung môi cho chỉ cromat. Thêm từng ít một cho kết tủa tan hoàn toàn. Rửa cốc và phễu lọc nhiều lần bằng nước cất. Thể tích cuối cùng khoảng 200 - 250 ml được chuyển vào bình nón dung tích 500 ml. Thêm vào dung dịch 1 g kali iodua rồi chuẩn ngay iot được giải phóng ra bằng dung dịch natri thiosunfat 0,05 N cho tới khi xuất hiện màu vàng rơm. Thêm 1 ml dung dịch hồ tinh bột và tiếp tục chuẩn cho mất màu xanh. Nếu màu xanh không hiện lại sau 30 giây thì ngừng chuẩn độ.

Ghi thể tích V (ml) dung dịch natri thiosunfat đã dùng. Tính lượng chỉ tương đương với 1 ml dung dịch natri thio - sunfat theo công thức sau :

$$T = \frac{M_1}{2V}$$

trong đó :

M_1 - khối lượng chỉ xác định khi chuẩn với 50 ml chỉ nitrat, g ;

V - thể tích dung dịch natri thiosunfat dùng để chuẩn độ 25 ml dung dịch chỉ nitrat, ml .

4. Tiến hành thử :

4.1. Đo nhiệt độ của mẫu thử chính xác tới 0,5°C. Đối với xăng có áp suất hơi lớn hơn 50 kN/m², cần làm lạnh bình chứa mẫu đến 15°C trước khi lấy mẫu thử.

4.2. Dùng pipet lấy 50 ml mẫu thử cho vào bình chiết : rót qua phễu bình trụ. Thêm 50 ml dung môi pha loãng và 50 ml axit clohydric đặc, đun hỗn hợp đến sôi mạnh và đều trong 30 phút sao cho những giọt hơi lưu chảy liên tục nhưng không tạo thành dòng. Để nguội hỗn hợp vài phút rồi tách lớp axit vào cốc dung tích 400 ml. Chiết mẫu 1 - 2 lần với 50 ml nước cất để rửa hết chỉ clorua. Đổ nước rửa vào cốc axit chiết ban đầu.

4.3. Làm bay hơi tới khô cốc dung dịch chiết trên bếp

tiện kín. Thêm 3 ml axit nitric đặc vào phần cặn. Đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ và đun nóng nhẹ để oxy hóa các chất hữu cơ. Tiếp tục oxy hóa với axit nitric một lần nữa. Nếu sau 2 lần oxy hóa các chất hữu cơ bằng axit nitric mà không thu được cặn trắng thì sẽ oxy hóa tiếp các chất hữu cơ còn lại bằng hỗn hợp oxy hóa để nhận được cặn trắng.

Ghi chú : Nếu cặn tự bốc cháy khi đun nóng với axit nitric, thử nghiệm bị hỏng và phải chiết mẫu lại từ đầu với axit clohydric đặc. Sau đó làm bay hơi tới gần khô. Thêm 10 ml hỗn hợp oxy hóa, đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ, đun nóng nhẹ để thu được cặn trắng.

Thêm vào cặn trắng 4 ml axit nitric loãng và 25ml nước cất. Đun nóng cho tất cả muối chỉ hoà tan. Tiếp tục thao tác như mục (3.2.1) để nhận được thể tích V_1 (ml) dung dịch natri thiosunfat đã dùng.

Ghi chú : Việc chiết mẫu, cô các muối chỉ phải được tiến hành trong tủ hút hơi độc.

5. Tính toán kết quả :

Hàm lượng chỉ kim loại trong 1 lít xăng được tính bằng g/l theo công thức sau :

$$X = 20 TV_1 [1 + 0,0012 (t - 15)]$$

trong đó : T - độ chuẩn của chỉ theo dung dịch natri thiosunfat ;

V_1 - thể tích dung dịch natri thiosunfat dùng để chuẩn mẫu thử (ml) ;

t - nhiệt độ của xăng lúc lấy mẫu thử ($^{\circ}\text{C}$)

15 - nhiệt độ tiêu chuẩn lựa chọn ($^{\circ}\text{C}$) ;

0,0012 - hệ số giãn nở trung bình của xăng ở 15°C .

6. Sai số cho phép :

Kết quả của hai lần thử liên tiếp không được chênh nhau quá các giá trị cho trong bảng sau :

Hàm lượng chỉ từ 0,05 - 1,3 g/l	
Một người thử nghiệm trong một phòng thí nghiệm.	Hai người thử nghiệm trong hai phòng thí nghiệm.
$0,014 + 0,007 x$	$0,04 + 0,019 x$

7. Biên bản thử :

Biên bản thử phải phù hợp với những điều nêu trong tiêu chuẩn này. Những kết quả khác thu được cũng như những chi tiết không phù hợp với tiêu chuẩn và sự cố ngẫu nhiên khác phải nêu đầy đủ trong biên bản.