

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11657:2016

ISO 901:1976

**NGUYÊN LIỆU NHÔM OXIT DÙNG ĐỂ SẢN XUẤT NHÔM -
XÁC ĐỊNH KHỐI LƯỢNG RIÊNG TUYỆT ĐỐI -
PHƯƠNG PHÁP TỶ TRỌNG KẾ**

*Aluminium oxide primarily used for the production of aluminium -
Determination of absolute density -- Pycnometer method*

HÀ NỘI - 2016

Lời nói đầu

TCVN 11657:2016 hoàn toàn tương đương với ISO 901:1976.

TCVN 11657:2016 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.

Nguyên liệu nhôm oxit dùng để sản xuất nhôm - Xác định khối lượng riêng tuyệt đối - Phương pháp tỷ trọng kế

*Aluminium oxide primarily used for the production of aluminium -
Determination of absolute density - Pycnometer method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp tỷ trọng kế để xác định khối lượng riêng tuyệt đối của nguyên liệu nhôm oxit dùng trong sản xuất nhôm.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên 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 sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 11654 (ISO 802), *Nguyên liệu nhôm oxit dùng để sản xuất nhôm – Chuẩn bị và bảo quản mẫu thử.*

TCVN 11658 (ISO 2927), *Nguyên liệu nhôm oxit dùng để sản xuất nhôm – Lấy mẫu.*

3 Nguyên tắc

Sử dụng phương pháp tỷ trọng kế, xác định khối lượng riêng tuyệt đối của nhôm oxit sau khi loại bỏ hoàn toàn khí.

4 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng các hóa chất cấp phân tích được công nhận và nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

4.1 Xylen, ρ từ 0,860 g/mL đến 0,865 g/mL, được cất trong khoảng nhiệt độ từ 138 °C đến 144 °C.

CHÚ THÍCH: Xylen phải được cất trong dải nhiệt độ trên để đảm bảo không còn phần bay hơi.

4.2 Etanol, dung dịch 95 % (theo thể tích), ρ xấp xỉ 0,81 g/mL.

4.3 Dietyl ete, ρ xấp xỉ 0,715 g/mL.

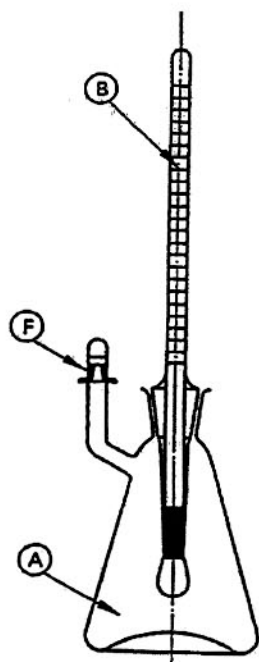
5 Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thử nghiệm, và

5.1 Tỷ trọng kế (xem Hình 1) gồm

5.1.1 Bình (A) dung tích khoảng 25 mL có một nhánh bên có nút thủy tinh nhám (F).

5.1.2 Nhiệt kế (B) có thang đo nhiệt độ từ 15 °C đến 25 °C được chia độ theo các khoảng 0,1 °C và được lắp khít với bình qua đầu nối thủy tinh nhám.



Dung tích khoảng 25 mL

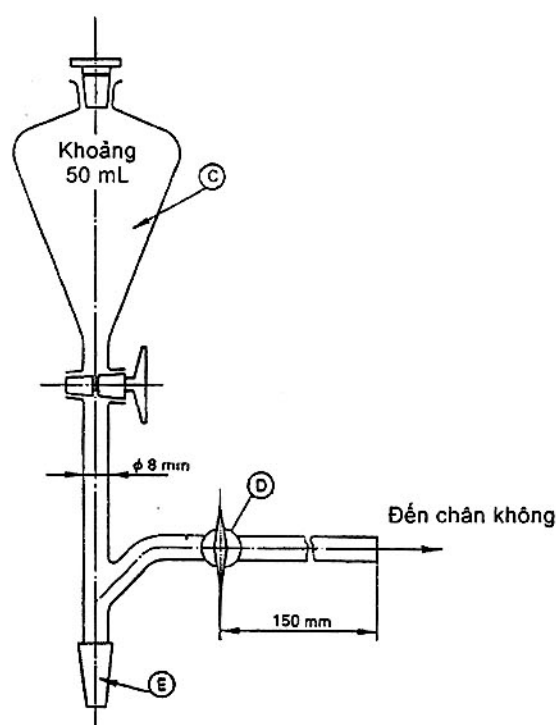
Hình 1 – Tỷ trọng kế (5.1)

5.2 Thiết bị khử và nạp khí (xem Hình 2) gồm một phễu vòi (C) dung tích khoảng 50 mL, được lắp với nhánh bên cạnh, với khóa vòi (D) để nối tới bơm chân không (5.4). Thiết bị khử và nạp khí này có thể lắp với bình tỷ trọng kế (A) bằng đầu nối thủy tinh nhám hình côn (E).

5.3 Bồn cách thủy, có khả năng kiểm soát nhiệt độ ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.4 Bơm chân không, có khả năng tạo chân không dưới 1,33 kPa (10 mmHg).

5.5 Áp kế thủy ngân.



Hình 2 – Thiết bị khử khí (5.2)

6 Cách tiến hành

6.1 Quy định chung

- 6.1.1 Luôn cân tỷ trọng kế cùng với nhiệt kế và ống nhánh được đẩy nắp.
- 6.1.2 Cân chính xác đến 0,0001 g.
- 6.1.3 Khi tỷ trọng kế có chứa chất lỏng, ổn định nhiệt độ của chất lỏng ở $20 \pm 0,1$ °C.

6.2 Phép xác định

6.2.1 Xác định khối lượng tỷ trọng kế

Rửa tỷ trọng kế (5.1) và các bộ phận của nó bằng axit cromic-sulfuric ẩm, phải áp dụng tất cả các biện pháp phòng ngừa cần thiết. Tráng rửa kỹ, trước tiên dưới vòi nước chảy, sau đó bằng nước cất và etanol (4.2) và cuối cùng bằng dietyl ete (4.3).

Sấy kỹ dụng cụ và cân.

Gọi m_0 là khối lượng tỷ trọng kế khô, tính bằng gam.

6.2.2 Xác định thể tích tỷ trọng kế

Rót nước cất vào tỷ trọng kế (5.1) và nối qua thiết bị khử khí (5.2) đến bơm chân không (5.4), lắp áp kế thủy ngân (5.5) để kiểm soát chân không. Đóng ống nhánh của tỷ trọng kế bằng nút đậy (F) rồi mở dần khóa vòi (D) để rút chân không trong khoảng 15 min. Thỉnh thoảng vỗ vào thành tỷ trọng kế để xả bọt khí. Cho tỷ trọng kế quay lại áp suất khí quyển, ngắt nó ra khỏi thiết bị khử khí (5.2) và đặt nhiệt kế (B) vào vị trí.

Ổn định nhiệt độ tỷ trọng kế trên bồn cách thủy (5.3) đã được điều chỉnh nhiệt độ từ trước ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$. Rót nước đầy ống nhánh chạy qua chiều dài ống thủy tinh nhỏ. Lấy tỷ trọng kế ra khỏi bồn cách thủy, để nguội dần dưới vòi nước lạnh và đóng ống nhánh bằng nút thủy tinh nhám (F). Cần thận làm khô tỷ trọng kế và cân.

Thể tích V của tỷ trọng kế tính bằng mililit theo công thức

$$V = \frac{(m_1 - m_0)}{0,9982}$$

trong đó

m_0 là khối lượng của tỷ trọng kế khô, tính bằng gam;

m_1 là khối lượng của tỷ trọng kế được rót đầy nước cất đã khử khí, tính bằng gam;

0,9982 là khối lượng riêng tuyệt đối của nước ở $20\text{ }^{\circ}\text{C}$, tính bằng gam trên lít.

6.2.3 Xác định khối lượng riêng tuyệt đối của xylene

Rót xylene (4.1) vào tỷ trọng kế (5.1) sau khi đã xác định khối lượng của tỷ trọng kế như ở 6.2.1. Tiến hành quy trình theo quy định ở 6.2.2, nghĩa là khử khí, ổn định nhiệt độ ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong bồn cách thủy (5.3), rót, để nguội và cuối cùng là cân. Thao tác cân phải tiến hành nhanh để không làm mất xylene do bay hơi.

Khối lượng, m_x , của xylene tương ứng với thể tích V của tỷ trọng kế được tính bằng gam theo công thức

$$m_x = m_2 - m_0$$

trong đó

m_0 là khối lượng của tỷ trọng kế khô, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng của tỷ trọng kế được rót đầy xylene, tính bằng gam.

Khối lượng riêng tuyệt đối của xylene, ρ_x , tính bằng gam trên lít theo công thức

$$\rho_x = \frac{m_x}{V}$$

trong đó

m_x là khối lượng của xylene tương ứng với thể tích V của tỷ trọng kế, tính bằng gam,

V là thể tích của tỷ trọng kế, tính bằng mililit.

6.2.4 Phân mẫu thử

Chuyển khoảng 10 g mẫu thử đã sấy ở 300 °C [xem 3.3 của TCVN 11654 (ISO 802)] vào bình tỷ trọng kế (5.1) đã được cân từ trước theo 6.2.1, rồi cân lại. Khối lượng m_e của phần mẫu thử được tính bằng gam theo công thức

$$m_e = m_3 - m_0$$

trong đó

m_0 là khối lượng của tỷ trọng kế khô, tính bằng gam;

m_3 là khối lượng của tỷ trọng kế có phần mẫu thử, tính bằng gam.

6.2.5 Xác định khối lượng riêng tuyệt đối của nhôm oxit

Thấm ướt các đầu nối bằng thủy tinh nhám của tỷ trọng kế có chứa phần mẫu thử (6.2.4) bằng một ít xylene (4.1) rồi lắp vào thiết bị khử khí (5.2). Nối thiết bị khử khí với bơm (5.4) để tạo chân không và được kiểm soát bằng áp kế thủy ngân (5.5). Đóng kín ống nhánh bằng nút đậy (F), nhẹ nhàng mở khóa (D) và rút chân không trong 15 min. Đóng khóa vòi (D) và xả chậm xylene từ phễu vòi (E) cho đến khi vừa đủ bọc kín phần mẫu thử. Cẩn thận mở lại khóa vòi (D), vẫn còn đang nối với bơm chân không, và thỉnh thoảng gõ vào thành tỷ trọng kế để xả các bọt khí bám trên thành.

CHÚ THÍCH: Khi phần mẫu thử trong tỷ trọng kế được thay thế bằng xylene, để thuận tiện cho việc khử khí ra khỏi nhôm oxit bị bao trùm bằng xylene cần rung với tần số cao (ví dụ 120 kHz).

Tiếp theo, nạp xylene (4.1) vào tỷ trọng kế đầy đến đầu nối thủy tinh nhám và lắp nhiệt kế (B).

Ổn định nhiệt độ tỷ trọng kế trên bồn cách thủy (5.3) đã được điều chỉnh nhiệt độ từ trước ở 20 °C ± 0,1 °C. Nạp xylene đầy ống nhánh bằng cách chuyển qua chiều dài của ống thủy tinh nhỏ. Lấy tỷ trọng kế ra khỏi bồn cách thủy, để nguội dần dưới dòng nước lạnh và đóng kín ống nhánh bên bằng nút thủy tinh nhám (F). Làm khô hoàn toàn tỷ trọng kế và cân. Việc làm khô và cân tỷ trọng kế phải thật nhanh vì xylene dễ bay hơi.

Khối lượng tổng, m_{e+x} , của phần mẫu thử và xylene bổ sung cần thiết để làm đầy tỷ trọng kế được tính bằng gam, theo công thức

$$m_{e+x} = m_4 - m_0$$

trong đó

m_0 là khối lượng của tỷ trọng kế khô, tính bằng gam;

m_4 là khối lượng của tỷ trọng kế có chứa phần mẫu thử và xylene được nạp, tính bằng gam.

7 Biểu thị kết quả

Khối lượng riêng tuyệt đối của nhôm oxit, ρ , tính bằng gam trên lít theo công thức

$$\rho = \frac{m_e}{(m_e + m_x)m_{e+x}} \times \rho_x$$

trong đó

m_e là khối lượng của phần mẫu thử (6.2.4), tính bằng gam;

m_x là khối lượng của xylên cần nạp vào để làm đầy thể tích V của tỷ trọng kế, tính bằng gam;

m_{e+x} là khối lượng của phần mẫu thử và lượng xylên cần nạp vào thể tích V của tỷ trọng kế, tính bằng gam;

ρ_x là khối lượng riêng tuyệt đối của xylên, tính bằng gam trên mililit.

Xác định khối lượng riêng tuyệt đối lấy chính xác đến ba chữ số sau dấu phẩy, hai trong ba chữ số phải là số có nghĩa.

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm các thông tin sau:

- viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - kết quả và phương pháp biểu thị kết quả được sử dụng;
 - ghi chú những bất thường xảy ra trong quá trình xác định;
 - thao tác bất kỳ không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc tiêu chuẩn viện dẫn hoặc thao tác theo tiêu chuẩn tùy chọn.
-