

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 5383 : 1991

**DẦU THÔ –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NIKEN BẰNG PHƯƠNG PHÁP
QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ**

Crude oil – Determination of nickel content by atomic absorption spectrophotometry

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 5383 : 1991 do Viện dầu khí Việt Nam biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng trình duyệt, Ủy ban Khoa học và kỹ thuật Nhà nước (nay là Bộ Khoa học và Công nghệ) ban hành.

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

Dầu thô – Xác định hàm lượng niken bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử

Crude oil – Determination of nickel content by atomic absorption spectrophotometry

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định niken trong dầu thô bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử với hàm lượng từ 10 p.p.m trở lên.

1 Bản chất của phương pháp

Mẫu dầu thô được tro hoá trong lò nung ở nhiệt độ 550 °C. Sau khi loại hết silic bằng axit flohydric dùng axit nitric và clohydric hoà tan cặn còn lại và định mức bằng nước cất. Nồng độ nguyên tố niken trong dung dịch được xác định bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử.

2 Dụng cụ và thuốc thử

2.1 Dụng cụ

- Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử;
- Cân phân tích có độ chính xác 0,001 g;
- Lò nung có bộ điều chỉnh nhiệt độ tự động;
- Chén bạch kim 50 ml;
- Bình định mức 50 ml; 1000 ml;
- Buret 10 ml;
- Pipet 1 ml; 2ml; 5 ml.

2.2 Thuốc thử

- Axit sunfuric (H₂SO₄) d = 1,84;
- Axit clohydric (HCl) d = 1,18;

TCVN 5383 : 1991

- Axit clohydric loãng (1:1);
- Axit flohydric (HF) d = 1,13;
- Axit benzensunfonic;
- Niken kim loại (dạng bột);
- Dung dịch niken chuẩn 1000 µg/ml;

Cân 1 g niken kim loại đã được sấy khô trước ở nhiệt độ 110 °C trong thời gian 2 giờ. Chuyển lượng cân vào cốc chịu nhiệt 250 ml, thêm vào đó 25 ml axit nitric đặc, lắc đều cho tan hết. Chuyển vào bình định mức 1000 ml và định mức bằng nước cất hai lần. Dung dịch được bảo quản trong bình polyetylen hay bình thủy tinh trung tính.

CHÚ THÍCH Các hoá phẩm được dùng là loại tinh khiết phân tích.

3 Cách tiến hành

3.1 Cách lấy mẫu

Việc lấy mẫu dầu để xác định niken được tiến hành theo TCVN 2715 : 1978.

3.2 Chuẩn bị dung dịch mẫu

3.2.1 Tro hoá mẫu dầu

Cân 5 g mẫu dầu thô trong chén bạch kim, thêm 3 ml axit benzensunfonic nóng chảy để giữ các kim loại dễ bay hơi. Đặt chén lên bếp điện kín và đun nóng từ từ để tránh sôi trào. Châm lửa cho dầu cháy thành than. Chuyển chén có mẫu vào lò nung, nâng nhiệt độ đến 550 °C và duy trì ở nhiệt độ này trong 2 giờ. Sản phẩm thu được là một lớp tro màu trắng xám.

3.2.2 Hoà tan mẫu

Thêm vào chén đựng mẫu 1 giọt đến 2 giọt axit sunfuric và 2 ml axit flohydric. Đặt chén lên bếp điện kín, nâng nhiệt độ lên từ từ và tiếp tục cô khi không còn khói trắng bốc ra. Thêm 2 ml axit clohydric (1:1) vào mẫu và cô cạn. Thêm 3 ml axit nitric, tiếp tục cô cạn. Hoà tan cạn còn lại bằng một lượng nhỏ nước cất và chuyển vào bình định mức 50 ml. Định mức bằng nước cất hai lần.

3.3 Chuẩn bị dung dịch mẫu trắng

Việc chuẩn bị dung dịch mẫu trắng giống như chuẩn bị mẫu phân tích (mục 3.2) chỉ khác ở chỗ không lấy lượng mẫu.

4 Tiến hành đo mẫu

4.1 Chuẩn bị dung dịch chuẩn làm việc

Từ dung dịch niken chuẩn 1000 µg/ml và nước cất, chuẩn bị các dung dịch có nồng độ theo thứ tự cao dần:

0 µg/ml – 0,1 µg/ml – 0,2 µg/ml – 0,5 µg/ml – 1,0 µg/ml – 2,5 µg/ml – 5,0 µg/ml – 7,5 µg/ml – 10 µg/ml.

4.2 Chuẩn bị các điều kiện đo trên máy

Các điều kiện đo trên máy được chọn theo Bảng 1.

Bảng 1

Tên nguyên tố	Bước sóng A ⁰	Độ mở khe µ	Dòng làm việc của đèn catot mA	Lưu lượng khí (lít / phút)		Chiều dài ngọn lửa cm
				Axetylen	Không khí	
Ni	2320	100	15	0,8	5	10

4.3 Dụng cụ chuẩn

Lần lượt đo các dung dịch chuẩn theo thứ tự nồng độ từ thấp đến cao và ghi nồng độ chất chuẩn trên trục hoành và ghi mật độ, quang đo được trên trục tung. Đường biểu diễn sự phụ thuộc của mật độ quang và nồng độ của dung dịch chuẩn niken tuân theo định luật Lambert -Beer, khoảng tuyến tính của nồng độ từ 0 µg/ml đến 10 µg/ml.

4.4 Đo mẫu

Tiến hành đo dung dịch mẫu như khi đo dung dịch chuẩn từ số đo mật độ quang suy ra nồng độ nguyên tố niken có trong dung dịch mẫu.

5 Tính toán kết quả

Hàm lượng của niken chứa trong mẫu được tính theo công thức:

$$M = \frac{C \cdot V}{G}$$

trong đó:

M là hàm lượng nguyên tố niken có trong mẫu p.p.m;

C là nồng độ của niken có trong dung dịch mẫu µg/ml;

V là thể tích dung dịch mẫu được pha loãng, ml;

G là lượng cân mẫu thử dùng để phân tích, g.

Kết quả thu được là giá trị trung bình số học của các lần xác định song song, với điều kiện chúng thoả mãn các quy định ở mục 6.

6 Độ chính xác của phương pháp

Độ lệch tương đối giữa hai lần xác định song song không được vượt quá giá trị nêu trong Bảng 2.

Bảng 2

Hàm lượng Ni	Độ lệch cho phép (%)	
	Độ lặp lại	Độ tái lập
	15	25

6.1 Độ lặp lại: Độ lệch giữa kết quả của hai phép xác định do cùng một người phân tích tiến hành trên cùng một máy trong cùng một điều kiện thí nghiệm, không được vượt quá giá trị nêu trong bảng trên.

6.2 Độ tái lập: Độ lệch giữa kết quả của hai phép xác định do hai phòng thí nghiệm phân tích khác nhau, không vượt quá giá trị nêu trong bảng trên.

5 Biên bản thử nghiệm

Biên bản thử nghiệm có những thông tin sau:

- a) Tên tiêu chuẩn qui định phương pháp phân tích;
- b) Kết quả phân tích;
- c) Những điều kiện bất thường xảy ra trong khi tiến hành thử nghiệm;
- d) Ngày, tháng phân tích, đơn vị phân tích, tên người tiến hành phân tích.