

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 11118:2015
ISO 4285:1977**

**AXIT PHOSPHORIC SỬ DỤNG TRONG CÔNG NGHIỆP -
HƯỚNG DẪN KỸ THUẬT LẤY MẪU**

Phosphoric acid for industrial use - Guide to sampling techniques

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11118:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 4285:1977.

TCVN 11118:2015 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.

Axit phosphoric sử dụng trong công nghiệp – Hướng dẫn kỹ thuật lấy mẫu

Phosphoric acid for industrial use – Guide to sampling techniques

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này đưa ra hướng dẫn kỹ thuật lấy mẫu liên quan đến việc tuân thủ các quy trình và thực hiện các biện pháp phòng ngừa trong khi lấy mẫu, chuẩn bị và bảo quản các mẫu axit phosphoric sử dụng trong công nghiệp.

2 Lĩnh vực áp dụng

Hướng dẫn kỹ thuật lấy mẫu này được áp dụng đối với axit orto-phosphoric và axit polyphosphoric được sản xuất theo quy trình nhiệt và quy trình ướt, cũng như đối với axit phosphoric kết tinh.

Việc lấy mẫu axit được sản xuất theo quy trình ướt đặc biệt khó bởi thường xuất hiện kết tủa nhiều hơn hoặc ít hơn, không dễ phân tán trong huyền phù.

3 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. 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 sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 7289 (ISO 3165) *Lấy mẫu sản phẩm hóa dùng trong công nghiệp – An toàn trong lấy mẫu.*

ISO 683-13 *Heat-treated steels, alloy steels and free-cutting steels – Part 13: Wrought stainless steels (Thép đã xử lý nhiệt, thép hợp kim, thép dễ gia công – Phần 13: Rèn thép không gỉ).*

ASTM E 300 *Standard practice of sampling industrial chemicals (Tiêu chuẩn lấy mẫu hóa chất sử dụng trong công nghiệp).*

4 Phương tiện giao hàng

Nhìn chung, axit phosphoric được vận chuyển trong vật chứa lớn hoặc xi-téc lưu động (xe tải, toa tàu, xe bồn) theo từng lô, và thỉnh thoảng được chứa trong vật chứa nhỏ hơn (ví dụ, dung tích nhỏ hơn 1000 L).

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Để lấy mẫu

5.1.1 Chai mẫu hoặc chai đã biết khối lượng, bằng thép không gỉ phù hợp với yêu cầu của cấp 20a ISO 683-13.

5.1.2 Vật chứa, bằng nhựa (polyetylen, poly-propylen, polystyren) khi đựng axit ở nhiệt độ dưới 50 °C và bằng thép không gỉ phù hợp với yêu cầu của cấp 20a ISO 683-13 khi đựng axit ở nhiệt độ trên 50 °C.

Nắp vật chứa bằng nhựa không được chêm kim loại.

CHÚ THÍCH: Không nên sử dụng bình thủy tinh để lấy và lưu giữ mẫu. Đó có thể là nguyên nhân tạo màng dính lên thành bình và tạo florosilicat do phản ứng của thủy tinh với axit flohydric có trong axit phosphoric.

5.2 Để khuấy trộn trong vật chứa giao hàng

Lựa chọn phương tiện trộn tốt nhất trong số các phương tiện trộn có sẵn như sau:

5.2.1 Máy khuấy cơ học, (ví dụ kiểu cánh quạt) trong trường hợp vật chứa giao hàng nhỏ.

5.2.2 Hệ thống khuấy bằng bọt khí hoặc bằng máy bơm tuần hoàn-kín trong trường hợp vật chứa lớn và xi-téc lớn.

CHÚ THÍCH 1: Hệ thống khuấy bằng bọt khí là đơn giản nhất, thực tế nhất và hơn nữa, thích hợp với hình dạng bể chứa bằng cách sử dụng vòi phun. Tuy nhiên, điều đó có thể dẫn đến thay đổi kết quả trong việc loại bỏ khí hydroflorua và florosilicat từ chất lỏng, hoặc thay đổi hàm lượng nước.

Sử dụng hiệu quả nhất là máy bơm tuần hoàn kín có công suất đủ lớn.

CHÚ THÍCH 2: Máy khuấy cơ học và ống thoát khí phải là thép không gỉ bền axit hoặc được phủ chất dẻo. Sử dụng không khí khô để phân tích các axit mạnh. Nếu chọn phương pháp máy bơm tuần hoàn kín, nên nhớ rằng các axit phosphoric mạnh kết tinh tại nhiệt độ lên đến 28 °C, vì vậy, phải để ráo nước và rửa đường thoát khí và máy bơm từ trước.

5.3 Các thiết bị khác, (đối với axit kết tinh)

5.3.1 Hệ thống gia nhiệt phù hợp: bộ cuộn gia nhiệt có lớp bảo vệ chống ăn mòn, v.v...

Cần thận khi dùng bộ cuộn gia nhiệt có lớp bảo vệ chống ăn mòn khi nhiệt độ bề mặt thường xuyên vượt quá 80 °C. Hơn nữa, nhiệt độ phản ứng ăn mòn giảm đáng kể nếu có mặt các hợp chất halogen. Nên sử dụng nước nóng trong ống xoắn hơi bằng thép bền axit.

6 Cách tiến hành

6.1 Biện pháp an toàn

CẢNH BÁO: Thực hiện việc lấy mẫu axit phosphoric bằng các cách khác nhau với tất cả các biện pháp phòng ngừa an toàn. Trong trường hợp cụ thể, bắt buộc phải đeo kính bảo vệ và găng tay chống axit. Xem thêm TCVN 7289 (ISO 3165).

6.2 Lấy mẫu axit sản xuất theo quy trình nhiệt

Do các axit loại này thường không chứa cặn, việc lấy mẫu không xuất hiện bất kỳ khó khăn đặc biệt nào. Kỹ thuật chung quy định trong ASTM E 300.

6.3 Lấy mẫu axit sản xuất theo quy trình ướt

Thông thường, các axit này chứa kết tủa tăng dần theo thời gian và chủ yếu là canxi sulfat (thạch cao), florosilicat và các phosphat (của canxi, sắt, nhôm, v.v...). Việc lấy mẫu rất khó khăn: phụ thuộc vào độ axit, thời gian lưu trữ (nếu axit để lâu, kết tủa đã kết tụ có thể dư và nhiều hoặc ít) và kích cỡ vật chứa (khuấy khó hơn trong vật chứa lớn).

Kỹ thuật thường dùng là khuấy, theo cách hiệu quả nhất có thể, mẫu axit được lấy tại bất kỳ nơi nào kết tủa hoàn toàn trong trạng thái huyền phù (có thể trộn kỹ, trong trường hợp nhất định, yêu cầu 8 h) và thực hiện việc lấy mẫu trong khi khuấy, nếu cần thiết.

6.3.1 Trường hợp vật chứa lớn và xi-téc lưu động

Đây là trường hợp phổ biến nhất.

Mỗi một mẻ hoặc lô hàng có thể được chứa trong một vật chứa riêng.

Thực hiện việc lấy mẫu theo thỏa thuận giữa các bên liên quan, trong khi nạp hoặc xả hàng từ vật chứa.

6.3.1.1 Lấy mẫu

6.3.1.1 Sau khi nạp hoặc trước khi xả hàng.

Khuấy hỗn hợp trong vật chứa bằng thiết bị có sẵn hiệu quả nhất (xem 5.2) và duy trì việc khuấy trong khi lấy mẫu.

Lấy mẫu như quy định trong kế hoạch lấy mẫu ¹⁾, phụ thuộc vào hình dạng của vật chứa, sử dụng chai mẫu hoặc chai đã biết khối lượng (xem 5.1) và theo phương pháp quy định trong ASTM E 300.

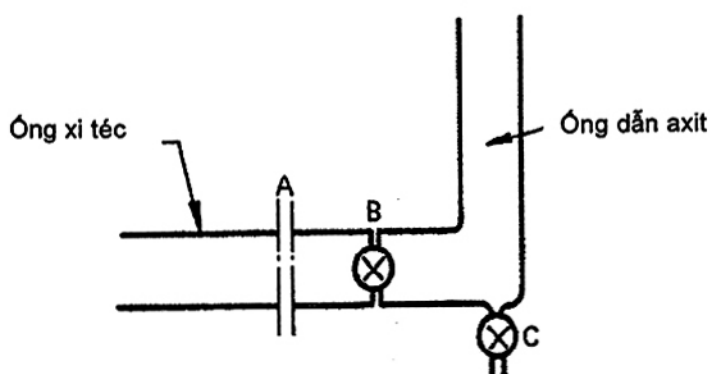
Nói chung, phụ thuộc vào kích cỡ, hình dạng và vị trí mở của vật chứa, lấy một hoặc nhiều loạt ba mẫu sơ cấp – tại vị trí đáy, giữa và trên bề mặt – theo quy trình được quy định trong ASTM E 300.

6.3.1.1.2 Trong khi chuyển hàng

Lấy mẫu trong khi nạp hoặc xả hàng trong vật chứa là rất thuận lợi và hữu ích, bởi vì bằng cách này, thường nhận được mẫu đại diện hơn.

Khuấy sản phẩm ngược dòng ống dẫn của xi-téc lưu giữ trong khi nạp hàng vào vật chứa hoặc trong lúc xả hàng trong vật chứa.

Nói chung, lấy ba mẫu sơ cấp, bắt đầu khuấy từ giữa dòng, kết thúc khuấy tại điểm đầu của ống dẫn. Để thực hiện được việc này, tiến hành như sau: Nối ống xi-téc với van dẫn tại gờ A. Khóa van thoát C và mở van dẫn B. Bắt đầu bơm vào xi-téc. Khi mẫu đạt yêu cầu, tắt công tắc bơm vào xi-téc, và nhanh tay khóa van B. Sau đó mở van C (van này thông thường được sử dụng để xả sản phẩm theo đường dẫn) và lấy mẫu axit. Xem Hình 1.



Hình 1 – Lấy mẫu trong khi chuyển hàng

6.3.1.1.3 Trong tất cả các trường hợp

Gom các lượng các mẫu khác nhau (không để mất kết tủa) trong vật chứa bằng nhựa hoặc bằng thép không gỉ (5.1.2). Tránh lưu trữ mẫu của bất kỳ axit nào có chứa lượng đáng kể ion hợp chất halogen (nhiều hơn 100 mg/kg) trong vật chứa bằng thép không gỉ, nếu có thể.

6.3.1.2 Chuẩn bị mẫu đại diện từ vật chứa (đựng trong vật chứa) và từ mẫu đông

¹⁾ Lập kế hoạch lấy mẫu phụ thuộc các đặc tính riêng của axit được lấy, và phải xây dựng trên cơ sở thống kê, từ các loại khác, phù hợp với tiêu chuẩn tại thời điểm nghiên cứu.

Tiến hành theo ASTM E 300, nhưng thực hiện việc trộn từng mẫu sơ cấp càng kỹ càng tốt trước khi kết hợp chúng lại theo các tỷ lệ thích hợp. Khi lấy mẫu trong khi di chuyển, các khối lượng được trộn phải tỷ lệ với tốc độ dòng chảy.

CHÚ THÍCH: Nếu mẫu thử đã được phân tích riêng thành từng phần, không trộn chúng nhưng lưu trữ chúng riêng biệt thành từng mẫu.

Chuẩn bị và lưu trữ các mẫu trong vật chứa bằng nhựa (5.1.2).

6.3.1.3 Chuẩn bị mẫu phòng thử nghiệm

Trộn mẫu đồng (có thể là mẫu trong trường hợp vật chứa riêng) càng kỹ càng tốt và lấy số phần thể tích phù hợp theo yêu cầu, theo kế hoạch lấy mẫu, sao cho từng phòng thử nghiệm liên quan nhận:

- Một mẫu thử nghiệm, cũng có thể thực hiện các phép xác định khác,
- Một mẫu dành cho các phép xác định khác,

và có thể giữ lại một hoặc nhiều mẫu bổ sung trong trường hợp tranh chấp. Xử lý tất cả các mẫu theo cùng một cách để có một dung dịch có thể hòa tan hoàn toàn bất kỳ chất kết tủa nào bằng một phương pháp phù hợp.

Lưu trữ mẫu thử trong vật chứa bằng nhựa (5.1.2).

6.3.2 Trường hợp vật chứa nhỏ hơn (ví dụ dung tích bình nhỏ hơn 1000 L)

Trộn mẫu thử trong các vật chứa được lấy mẫu. Nếu kết tủa có mặt không thể phân tán bằng cách khuấy (đặc biệt bất lợi), có thể xác định được tỷ lệ cặn và mẫu chất lỏng nổi lấy ở trên bề mặt và phân cặn riêng rẽ.

6.3.2.1 Kiểm tra sơ bộ việc lấy mẫu trong vật chứa

Trước khi tiến hành lấy mẫu thích hợp theo ASTM E 300, thực hiện kiểm tra sơ bộ việc lấy mẫu trong vật chứa.

Qua việc quan sát, có thể xảy ra hai trường hợp:

- a) Có thể xuất hiện kết tủa trong trạng thái huyền phù bằng cách khuấy;
- b) Xuất hiện kết tủa nhiều hoặc ít do sản phẩm đậm đặc và chứa nhiều các kết tủa, và không thể phân tán bằng cách khuấy.

6.3.2.2 Lấy mẫu

Trong trường hợp đầu tiên, a), thực hiện việc lấy mẫu như đối với vật chứa lớn (xem 6.3.1.1.1), trong lúc khuấy hoặc, nếu điều đó không khả thi, thực hiện ngay sau khi khuấy.

TCVN 11118:2015

CHÚ THÍCH: Do axit phosphoric khá nhớt, kết tủa, nếu dễ phân tán, có thể tồn tại ở trạng thái huyền phù trong một thời gian đáng kể.

Trong trường hợp vật chứa nhỏ (vài trăm lít) trong lúc khuấy có thể đạt hiệu quả lớn, lấy một mẫu riêng trong vật chứa.

Trong trường hợp thứ hai, b), để sản phẩm có trong vật chứa được lấy mẫu lắng xuống, xác định tỷ lệ pha lỏng với cặn trong ít nhất một vài vật chứa nhỏ nhất, và cố gắng để mẫu thành hai pha riêng biệt.

6.4 Lấy mẫu axit kết tinh

Axit phosphoric kết tinh thuộc loại rắn có thể thực hiện phân tán bằng cách gia nhiệt.

Sau đó thực hiện quy trình theo quy định trong ASTM E 300.

7 Báo cáo lấy mẫu

Lập báo cáo phù hợp với ASTM E 300.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Các tiêu chuẩn liên quan đến axit phosphoric sử dụng trong công nghiệp

TCVN 11114 (ISO 2997), *Xác định hàm lượng sulfat – Phương pháp khử và chuẩn độ.*

TCVN 11116 (ISO 3360), *Xác định hàm lượng flo – Phương pháp đo quang phức alizalin và lantan nitrat.*^{*)}

TCVN 11117 (ISO 3707), *Xác định hàm lượng canxi – Phương pháp hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.*^{*)}

TCVN 11118 (ISO 4285), *Hướng dẫn kỹ thuật lấy mẫu.*

ISO 847, *Determination of sulphate content – Titrimetric method (Xác định hàm lượng sulfat – Phương pháp chuẩn độ).*

ISO 848, *Determination of calcium content – Titrimetric method (Xác định hàm lượng canxi – Phương pháp chuẩn độ).*

ISO 849, *Determination of iron content – 2,2'-Bipyridyl spectrophotometric method (Xác định hàm lượng sắt – Phương pháp quang phổ kế 2,2'-Bipyridyl).*

ISO 3359, *Determination of arsenic content – Silver diethyldithiocarbamate photometric method (Xác định hàm lượng asen – Phương pháp đo quang bạc dietyldithiocacbamate).*

ISO 3361, *Determination of soluble silica content – Reduced molybdosilicate spectrophotometric method (Xác định hàm lượng silic đioxit hòa tan – Phương pháp quang phổ khử molybdosilicat).*

ISO 3706, *Determination of total phosphorus (V) oxide content – Quynoline phosphomolybdate gravimetric method (Xác định tổng hàm lượng phospho (V) oxit – Phương pháp khối lượng phosphomolybdat quynoline).*^{*)}

ISO 3708, *Determination of chloride content – Potentiometric method (Xác định hàm lượng clorua – Phương pháp điện thế).*^{*)}

ISO 3709, *Determination of nitrogen oxides content – 3,4 Xylenol spectrophotometric method (Xác định hàm lượng các nitơ oxit – Phương pháp quang phổ kế 3,4 xylenol).*^{*)}

^{*)} Các tiêu chuẩn này cũng có thể áp dụng đối với axit phosphoric sử dụng trong công nghiệp thực phẩm.