TCVN **TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

TCVN 9174:2012

Xuất bản lần 1

THỦY TINH KHÔNG MÀU – PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SẮT OXIT

Colorless glass – Test method for determination of ferric oxide

HÀ NỘI – 2012

Mục lục

Lời nói đầu 4
1 Phạm vi áp dụng 5
2 Tài liệu viện dẫn 5
3 Quy định chung 5
4 Hóa chất, thuốc thử 5
5 Thiết bị, dụng cụ 6
6 Chuẩn bị và phân giải mẫu thử 6
6.1 Chuẩn bị mẫu thử 6
6.2 Phân giải mẫu thử 7
7 Phương pháp thử 7
7.1 Nguyên tắc 7
7.2 Cách tiến hành 7
7.3 Tính kết quả 7
8 Báo cáo thử nghiệm 7

Lời nói đầu

TCVN 9174:2012 được chuyển đổi từ TCXD 131:1985 theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 7 Nghị định số 127/2007/NĐ–CP ngày 01/8/2007 của Chính phủ qui định chi tiết ban hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật

TCVN 9174:2012 do Viện vật liệu xây dựng – Bộ xây dựng biên soạn, Bộ Xây dựng đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thủy tinh không mầu – Phương pháp xác định hàm lượng sắt oxit

Colorless glass – Test method for determination of ferric oxide

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hoá học xác định hàm lượng sắt (III) oxit trong thủy tinh thông dụng không mầu.

2 Tài liệu viện dẫn*

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết khi 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 các bản sửa đổi (nếu có).

TCVN 4851-1989 (ISO 3696:1987) *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.*

TCXD 136:1985 *Thủy tinh – Cát để sản xuất thủy tinh – Phương pháp chuẩn bị mẫu trong phòng thí nghiệm để phân tích hóa học – Quy định chung.*

3 Quy định chung

Theo TCXD 136:1985.

4 Hóa chất, thuốc thử

4.1 Kali pyrosunfat ($K_2S_2O_7$) khan hoặc kali hydrosunfat ($KHSO_4$) khan.

4.2 Axit clohydric (HCl) đậm đặc, d = 1,19.

4.3 Amoni hydroxit (NH_4OH) đậm đặc, d = 0,88 – 0,91 (25 %).

4.4 Axit flohydric (HF) đậm đặc, d = 1,12.

4.5 Axit sunfuric (H_2SO_4), pha loãng (1 + 1).

---

* Các tiêu chuẩn TCXD, TCN sẽ được chuyển đổi thành TCVN hoặc QCVN

4.6 Axit sunfosalicilic ($C_6H_4(OH)SO_2H$), dung dịch 10 %.

4.7 Dung dịch tiêu chuẩn sắt (III) oxit gốc ($C_{Fe_2O_3}$ = 0,1 mg/mL):

Cân 0,1005 gam sắt (III) oxit (hoặc lượng cân tương ứng của một muối sắt (III)) đã sấy ở 105 °C ± 5 °C vào cốc thủy tinh dung tích 250 mL, thêm vào cốc 10 mL axit clohydric đặc (4.2), đun đến tan trong. Để nguội, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1 L, thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

* **Dung dịch tiêu chuẩn sắt (III) oxit làm việc** ($C_{Fe_2O_3}$ = 0,02 mg/mL): Lấy 50 mL dung dịch tiêu chuẩn gốc vào bình định mức dung tích 250 mL, thêm nước tới vạch mức, lắc đều.

* **Xây dựng đồ thị chuẩn:**

Lấy 11 bình định mức dung tích 100 mL, lần lượt cho vào mỗi bình một thể tích dung dịch tiêu chuẩn sắt (III) oxit làm việc ($C_{Fe_2O_3}$ = 0,02 mg/mL) theo thứ tự sau: 0 mL; 1 mL; 2 mL; 4 mL; 6 mL; 8 mL; 10 mL; 12 mL; 16 mL; 20 mL; 25 mL, pha loãng đến khoảng 50 mL, thêm tiếp 10 mL dung dịch axit sunfosalicilic 10 % (4.6), sau đó vừa lắc đều bình vừa nhỏ từng giọt amoni hydroxit đậm đặc (4.3) đến khi dung dịch xuất hiện màu vàng, cho dư từ 4 mL đến 5 mL amoni hydroxit nữa, thêm nước tới vạch mức, lắc đều.

Sau 15 min, đo độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu ở bước sóng λ từ 420 nm đến 430 nm. Dung dịch so sánh là dung dịch mẫu trắng (lấy từ thí nghiệm trắng).

Từ lượng sắt (III) oxit có trong mỗi bình và giá trị độ hấp thụ quang tương ứng xây dựng đồ thị chuẩn.

5 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm và:

5.1 Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,000 1 g.

5.2 Lò nung, đạt nhiệt độ 950 °C ± 50 °C, có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ.

5.3 Máy so màu quang điện hoặc phổ quang kế UV-VIS, có khả năng đo độ hấp thụ quang ở bước sóng từ 380 nm đến 850 nm.

5.4 Máy cất nước.

5.5 Tủ hút hơi độc.

5.6 Bếp điện, bếp cách cát, kiểm soát được ở 400 °C.

5.7 Chén bạch kim, dung tích 30 mL hoặc 50 mL.

6 Chuẩn bị và phân giải mẫu thử

6.1 Chuẩn bị mẫu thử

Theo TCXD 136:1985.

6.2 Phân giải mẫu thử

Cân khoảng 0,5 g mẫu (Điều 6.1) chính xác đến 0,000 1 g vào chén bạch kim, tẩm ướt mẫu bằng nước, thêm tiếp 1 mL axit sunfuric (1 + 1) (4.5) và từ 7 mL đến 8 mL axit flohydric đậm đặc (4.4). Đặt chén lên bếp cho bay hơi đến khô. Thêm tiếp 5 mL axit flohydric đậm đặc và cho bay hơi trên bếp điện đến ngừng bốc khói trắng.

Để nguội chén, thêm vào từ 3 g đến 4 g kali pyrosunfat (4.1) rồi nung trong lò ở nhiệt độ từ 750 °C đến 800 °C trong khoảng 10 min đến tan trong. Hòa tan khối nung chảy trong nước đã có 5 mL axit clohydric đậm đặc (4.2), đun đến tan trong. Chuyển dung dịch vào bình định mức 250 mL, thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Dung dịch này dùng để xác định hàm lượng sắt oxit, nhôm oxit, canxi oxit và magiê oxit (dung dịch II).

7 Phương pháp thử

7.1 Nguyên tắc

Trong môi trường amoniac, ion sắt (III) tạo với thuốc thử axit sunfosalicilic một phức chất màu vàng. Cường độ màu tỷ lệ với hàm lượng sắt (III) có trong dung dịch. Đo độ hấp thụ quang của dung dịch phức màu vàng ở bước sóng λ từ 420 nm đến 430 nm.

7.2 Cách tiến hành

Lấy 25 mL hoặc 50 mL dung dịch II (Điều 6) vào bình định mức dung tích 100 mL. Thêm vào bình 10 mL axit sunfosalicilic 10 % (4.6), lắc đều. Nhỏ từ từ amoni hydroxit 25 % (4.3) vào bình đến khi xuất hiện màu vàng, thêm dư từ 4 mL đến 5 mL amoni hydroxit nữa, thêm nước tới vạch mức, lắc đều.

Sau 15 min, đo độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu ở bước sóng λ từ 420 nm đến 430 nm. Từ giá trị độ hấp thụ quang thu được, dựa vào đồ thị chuẩn (4.7) xác định được hàm lượng sắt (III) oxit.

Làm song song một thí nghiệm trắng để hiệu chỉnh kết quả.

7.3 Tính kết quả

Hàm lượng sắt (III) oxit (Fe_2O_3), tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$\%Fe_2O_3 = \frac{m_1}{m_2} \times 100$$

trong đó:

m_1: Lượng sắt (III) oxit tìm được trên đồ thị chuẩn, tính bằng gam (g);

m_2: Lượng mẫu tương ứng với thể tích mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam (g).

Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,10 %.

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm ít nhất các thông tin sau:

- Các thông tin cần thiết để nhận biết mẫu thử một cách đầy đủ;
- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Các bước tiến hành thử khác với quy định của tiêu chuẩn này (ghi rõ tài liệu viện dẫn);
- Các kết quả thử;
- Các tình huống có ảnh hưởng đến kết quả thử;
- Ngày, tháng, năm tiến hành thử nghiệm.