

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9175:2012

Xuất bản lần 1

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

Colorless glass – Test method for determination of aluminum 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
7 Phương pháp thử.....	7
7.1 Nguyên tắc	7
7.2 Cách tiến hành.....	7
7.3 Tinh kết quả.....	7
8 Báo cáo thử nghiệm	8

Lời nói đầu

TCVN 9175:2012 được chuyển đổi từ TCXD 132:1985 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 quy định chi tiết ban hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật

TCVN 9175:2012 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 màu – Phương pháp xác định hàm lượng nhôm oxit

Colorless glass – Test method for determination of aluminum oxide

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hoá học xác định hàm lượng nhôm oxit trong thủy tinh thông dụng không màu.

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 131:1985 *Thủy tinh – Phương pháp phân tích hóa học xác định hàm lượng sắt ôxit.*

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 Axit clohydric (HCl), pha loãng (1 + 1).

4.2 Natri florua (NaF) dung dịch 3 %, bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

4.3 Natri hydroxit (NaOH) dung dịch 10 %, bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

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

TCVN 9175:2012

4.4 Natri hydroxit (NaOH) dung dịch 30 %, bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

4.5 Chỉ thị xylenol da cam, dung dịch 0,1 %: Hòa tan 0,1 g thuốc thử trong 100 mL nước.

4.6 Chỉ thị phenolphthalein, dung dịch 0,1 %: Hòa tan 0,1 g thuốc thử trong 100 mL cồn 90 %.

4.7 EDTA ($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$), dung dịch 1 %.

4.8 Dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,025 M: Pha từ ống chuẩn (fixanal)

4.9 Dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat ($Zn(CH_3COO)_2$) 0,025 M:

Hòa tan 5,65 g đến 5,75 g $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ trong 200 mL nước, thêm 1 mL axit axetic đặc, đun đến tan trong, để nguội, pha loãng thành 1 L.

*** Xác định hệ số K giữa dung dịch EDTA 0,025 M và dung dịch kẽm axetat 0,025 M:**

Lấy 20 mL dung dịch EDTA 0,025 M (4.8) vào cốc thủy tinh dung tích 250 mL, thêm nước đến khoảng 100 mL và 15 mL dung dịch đệm pH = 5,5. Thêm từ 2 giọt đến 3 giọt chỉ thị xylenol da cam 0,1 %. Đun dung dịch tới nhiệt độ khoảng 70 °C đến 80 °C. Chuẩn độ dung dịch khi còn nóng bằng dung dịch kẽm axetat pha được đến khi dung dịch trong cốc chuyển từ màu vàng sang hồng. Ghi thể tích dung dịch kẽm axetat tiêu thụ (V_{Zn}).

Tỷ số nồng độ K giữa hai dung dịch được tính như sau:

$$K = \frac{V_{EDTA}}{V_{Zn}}$$

trong đó:

V_{EDTA} : Thể tích dung dịch EDTA 0,025 M tiêu chuẩn lấy để chuẩn độ, tính bằng mililit (mL);

V_{Zn} : Thể tích dung dịch kẽm axetat tiêu thụ khi chuẩn độ, tính bằng mililit (mL).

4.10 Dung dịch đệm pH = 5,5: Hòa tan khoảng 100 mL amoni hydroxit đậm đặc trong 700 mL nước, thêm khoảng 100 mL axit axetic, khuấy đều. Điều chỉnh pH = 5,5 bằng amoni hydroxit (1 + 1) và axit axetic (1 + 1), thêm nước thành 1 L, khuấy đều.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Máy cất nước.

5.2 Tủ hút hơi độc.

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

5.4 Giấy lọc định tính chảy nhanh (đường kính lỗ trung bình khoảng 20 μm).

6 Chuẩn bị và phân giải mẫu thử

Mẫu thử được chuẩn bị và phân giải theo TCXD 129:1985, thu được dung dịch II, dùng để xác định hàm lượng nhôm oxit.

7 Phương pháp thử

7.1 Nguyên tắc

Tách nhôm trong dung dịch mẫu bằng kiềm mạnh, tạo phức nhôm với EDTA ở pH = 5,5. Giải phóng EDTA khỏi phức complexon nhôm bằng natri florua, chuẩn độ lượng EDTA được giải phóng bằng dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat 0,025 M với chỉ thị xylenol da cam.

7.2 Cách tiến hành

Lấy 50 mL hoặc 100 mL dung dịch II (Điều 6) vào cốc thủy tinh dung tích 250 mL. Thêm vào cốc 25 mL natri hydroxit 30 % (4.4), khuấy đều. Đun sôi dung dịch khoảng 3 min, để nguội, chuyển vào bình định mức dung tích 250 mL, thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Lọc dung dịch qua giấy lọc khô, phễu khô vào bình nón khô.

Lấy 100 mL dung dịch lọc (trong bình nón ở trên) vào cốc dung tích 250 mL. Thêm tiếp 10 mL dung dịch EDTA 1 % (4.7), thêm từ 1 giọt đến 2 giọt chỉ thị phenolphthalein 0,1 % (4.6). Dùng dung dịch axit clohydric (1 + 1) (4.1) và dung dịch natri hydroxit 10 % (4.3) điều chỉnh dung dịch trong cốc tới trung tính (vừa mất màu hồng), thêm 15 mL dung dịch đệm pH = 5,5 (4.10).

Đun nóng dung dịch trong cốc đến khoảng 80 °C, thêm vài giọt chỉ thị xylenol da cam 0,1 % (4.5). Dùng dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat 0,025 M (4.9) chuẩn độ đến khi dung dịch trong cốc chuyển từ màu vàng sang hồng.

Thêm tiếp vào cốc 10 mL dung dịch natri florua 3 % (4.2), đun sôi 3 min, dung dịch lúc này có màu vàng. Để nguội dung dịch đến khoảng 80 °C, dùng dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat 0,025 M chuẩn độ lượng EDTA vừa được giải phóng đến khi màu của dung dịch chuyển từ vàng sang hồng, ghi thể tích kẽm axetat 0,025 M tiêu thụ (V_{Zn}).

7.3 Tính kết quả

Hàm lượng nhôm oxit (Al_2O_3), tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$\% Al_2O_3 = 0,001274 \times \frac{K \times V_{Zn}}{m} \times 100$$

trong đó:

m : Khối lượng mẫu tương ứng với thể tích mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam (g);

V_{Zn} : Thể tích dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat 0,025 M tiêu thụ khi chuẩn độ lượng EDTA được giải phóng khỏi complexon nhôm, tính bằng mililit (mL);

K : Hệ số nồng độ giữa dung dịch EDTA 0,025 M tiêu chuẩn và dung dịch kẽm axetat 0,025 M;

TCVN 9175:2012

0,001274: Khối lượng Al_2O_3 tương ứng với 1 mL dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat 0,025 M, tính bằng gam (g).

Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,35 %.

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.
-