

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9178:2012

Xuất bản lần 1

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

Colour 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.....	7
6.1 Chuẩn bị mẫu thử.....	7
6.2 Phân giải mẫu thử.....	7
7 Phương pháp thử.....	8
7.1 Xác định hàm lượng sắt (III) oxit (khi tạp chất $\leq 0,5\%$).....	8
7.1.1 Nguyên tắc.....	8
7.1.2 Cách tiến hành.....	8
7.1.3 Tính kết quả.....	8
7.2 Xác định hàm lượng sắt (III) oxit (khi tạp chất $> 0,5\%$).....	9
7.2.1 Nguyên tắc.....	9
7.2.2 Cách tiến hành.....	9
7.2.3 Tính kết quả.....	9
8 Báo cáo thử nghiệm.....	9

Lời nói đầu

TCVN 9178:2012 được chuyển đổi từ TCXD 137:1985 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 1/8/2007 của Chính phủ qui định chi tiết ban hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật

TCVN 9178:2012 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 màu – Phương pháp xác định hàm lượng sắt oxit

Colour glass – Test method for determination of ferric oxide

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp phân tích hoá học xác định hàm lượng sắt (III) oxit trong thủy tinh 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 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.
- 4.2 Amoni clorua (NH_4Cl), tinh thể.
- 4.3 Axit flohydric (HF) đậm đặc, $d = 1,12$.
- 4.4 Axit clohydric (HCl) đậm đặc, $d = 1,19$.
- 4.5 Axit sunfuric (H_2SO_4) đậm đặc, $d = 1,84$.
- 4.6 Axit nitric (HNO_3) đậm đặc, $d = 1,52$.

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

TCVN 9178:2011

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

4.8 Axit sunfuric (H₂SO₄), pha loãng (1+1).

4.9 Axit nitric (HNO₃), pha loãng (1+1).

4.10 Axit tannic (H₂C₆H₄O₆), dung dịch 20 %, bảo quản trong chai thủy tinh tối màu.

4.11 Amoni hydroxit (NH₄OH) đậm đặc, d = 0,88.

4.12 Amoni hydroxit (NH₄OH), pha loãng (1+1).

4.13 Hydroxylamin clohydrat (NH₂OH.HCl), dung dịch 10 %.

4.14 Para nitrophenol (C₆H₅NO₃), dung dịch 0,5 % pha trong hỗn hợp (rượu etylic:nước) (1+1).

4.15 1,1 phenantrolin (C₁₂H₈N₂), dung dịch 0,25 %.

4.16 Phèn nhôm amoni ((NH₄)₂SO₄.12H₂O), dung dịch 5 %.

4.17 Dung dịch tiêu chuẩn gốc sắt (III) oxit (Fe₂O₃) 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 (4.4), đun đến tan trong. Để nguội chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1 L, thêm nước đến vạch định mức, lắc đều.

* Dung dịch tiêu chuẩn làm việc sắt (III) oxit (Fe₂O₃) 0,01 mg/mL:

Lấy 50 mL dung dịch tiêu chuẩn gốc vào bình định mức dung tích 500 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_{Fe₂O₃} = 0,01 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 5 mL dung dịch axit tannic 20% (4.10), 3 mL dung dịch hydroxylamin clohydrat 10 % (4.13), 2 giọt chỉ thị para nitrophenol 0,5 % (4.14). Sau đó vừa lắc đều bình vừa nhỏ từng giọt dung dịch amoni hydroxit (1+1) (4.12) đến khi dung dịch xuất hiện màu vàng, dùng dung dịch axit clohydric (1+1) (4.7) và dung dịch amoni hydroxit (1+1) (4.12) điều chỉnh dung dịch đến mất màu vàng (hoặc còn thoáng vàng). Sau 15 min thêm tiếp 10 mL dung dịch 1,1 phenantrolin 0,25 % (4.15), thêm nước tới vạch định mức, lắc đều.

Đo độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu ở bước sóng λ từ 500 nm đến 520 nm. Dung dịch so sánh là dung dịch mẫu trắng (lấy từ thí nghiệm trắng).

Từ hàm 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, có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ đến $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 5.3 Tủ sấy, có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ đến $300\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 5.4 Máy cất nước.
- 5.5 Tủ hút hơi độc.
- 5.6 Chén bạch kim, dung tích 30 mL hoặc 50 mL.
- 5.7 Bếp điện, bếp cách cát, kiểm soát được ở $400\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 5.8 Máy đo 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.
- 5.9 Cốc thủy tinh chịu nhiệt, dung tích 250 mL.
- 5.10 Pipet, dung tích 5 mL, 10 mL, 50 mL.
- 5.11 Bình định mức, dung tích 100 mL, 500 mL.
- 5.12 Giấy lọc, chảy nhanh (đường kính lỗ trung bình khoảng 20 μm).
- 5.13 Giấy pH.

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 2,0 g mẫu (6.1) chính xác đến 0,000 1g vào chén bạch kim, tắm ướt mẫu bằng vài giọt nước thêm vào chén từ 2 mL đến 3 mL axit nitric (1+1) (4.9) và từ 8 mL đến 10 mL axit flohydric 40 % (4.3), làm bay hơi các chất trong chén trên bếp đến khô, thêm tiếp 5 mL axit flohydric 40 % (4.3), cho bay hơi tiếp đến khô, lặp lại quá trình trên một lần nữa. Thêm tiếp 2 mL đến 3 mL axit sunfuric (1+1) (4.8), cho bay hơi trên bếp điện đến ngừng bốc khói trắng. Để nguội, thêm vào chén từ 4 g đến 5 g kali pyrosunfat. Cho chén mẫu vào lò nung ở nhiệt độ khoảng $750\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong thời gian 10 min, nung mẫu đến tan trong. Hoà tan khối nung chảy bằng nước nóng có khoảng 10 mL axit clohydric (1+1) (4.7), đun đến tan trong. Chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức dung tích 250 mL để nguội, thêm nước đến vạch định mức, lắc đều.

Dung dịch thu được dùng để xác định các oxit Fe_2O_3 , TiO_2 , CuO , CoO , NiO có trong mẫu (dung dịch A).

Lượng cân mẫu thử cần lấy để phân tích đo màu cho từng chỉ tiêu phân tích theo Bảng 1:

Bảng 1: Lượng cân mẫu thử cần lấy để phân tích

Hàm lượng oxit trong mẫu (%)	Lượng mẫu cần lấy để phân tích (g)
Từ 0,005 đến 0,01	Từ 0,5 đến 0,25
Từ 0,01 đến 0,05	Từ 0,2 đến 0,1
Từ 0,05 đến 0,10	Từ 0,1 đến 0,05
Trên 0,10	dưới 0,05

7 Phương pháp thử

7.1 Xác định hàm lượng sắt (III) oxit (khi tạp chất $\leq 0,5\%$)

7.1.1 Nguyên tắc

Khử ion Fe^{3+} về hóa trị 2 bằng hydroxylamin, trong môi trường axit ion Fe^{2+} tạo với thuốc thử 1,1 phenantrolin một phức chất màu đỏ, cường độ màu tỷ lệ với nồng độ sắt có trong dung dịch. Đo độ hấp thụ quang của dung dịch phức màu đỏ ở bước sóng λ từ 500 nm đến 520 nm.

7.1.2 Cách tiến hành

Lấy một phần dung dịch A theo bảng 1 (6.2) vào bình định mức dung tích 100 mL, pha loãng đến khoảng 50 mL, thêm tiếp 5 mL dung dịch axit tartaric 20% (4.10), 3 mL dung dịch hydroxylamin clohydrat 10 % (4.13), 2 giọt chỉ thị para nitrophenol 0,5 % (4.14). Sau đó vừa lắc đều bình vừa nhỏ từng giọt dung dịch amoni hydroxit (1+1) (4.12) đến khi dung dịch xuất hiện màu vàng, dùng dung dịch axit clohydric (1+1) (4.7) và dung dịch amoni hydroxit (1+1) (4.12) điều chỉnh dung dịch đến mất màu vàng (hoặc còn thoáng vàng). Sau 15 min thêm tiếp 10 mL dung dịch 1,1 phenantrolin 0,25 % (4.15), thêm nước tới vạch định mức, lắc đều.

Đo độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu ở bước sóng λ từ 500 nm đến 520 nm. Dung dịch so sánh là dung dịch mẫu trắng (lấy từ thí nghiệm trắng). Từ giá trị độ hấp thụ quang đo được, dựa vào đường chuẩn tìm được hàm lượng sắt (III) oxit có trong bình.

7.1.3 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 ôxyt tìm được trên đường 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 0,04 %.

7.2 Xác định hàm lượng sắt (III) oxit (khi tạp chất > 0,5 %)

7.2.1 Nguyên tắc

Tách lượng nhỏ sắt khỏi một lượng lớn Cu^{2+} , Co^{2+} bằng cách kết tủa với Al^{3+} trong amoni hydroxyt, hòa tan kết tủa. Khử ion Fe^{3+} về hóa trị 2 bằng hydroxylamin, trong môi trường axit ion Fe^{2+} tạo với thuốc thử 1,1 phenantrolin một phức chất màu đỏ, cường độ màu tỷ lệ với nồng độ sắt có trong dung dịch. Đo độ hấp thụ quang của dung dịch phức màu đỏ ở bước sóng λ từ 500 nm đến 520 nm.

7.2.2 Cách tiến hành

Lấy một phần dung dịch A lớn gấp hai lần quy định ở bảng 1 (6.2) thêm vào dung dịch 3 g amoni clorua (4.2), 2 mL dung dịch phen nhôm 5 % (4.16), thêm nước đến khoảng 50 mL. Đun nóng dung dịch đến 70 °C, nhỏ từ từ dung dịch amoni hydroxyt (1+1) (4.12), tiếp tục đun dung dịch đến 70 °C để đồng tụ kết tủa. Lọc dung dịch qua giấy lọc chày nhanh và rửa từ 2 lần đến 3 lần bằng nước đun sôi, bỏ phần nước lọc rửa.

Hoà tan kết tủa trên giấy lọc bằng dung dịch axit clohydric (1+1) (4.7) vào bình định mức dung tích 100 mL, dùng nước đun sôi rửa giấy lọc đến hết axit (thử bằng giấy đo pH). Làm nguội phần dung dịch rửa, thêm nước tới vạch định mức, lắc đều (dung dịch B).

Lấy 5 mL dung dịch B vào bình định mức dung tích 100 mL, thêm nước đến khoảng 50 mL, thêm tiếp 5 mL dung dịch axit tacríc 20 % (4.10), 3 mL dung dịch hydroxylamin clohydrat 10 % (4.13), 2 giọt chỉ thị para nitrophenol 0,5 % (4.14). Sau đó vừa lắc đều bình vừa nhỏ từng giọt dung dịch amoni hydroxit (1+1) (4.12) đến khi dung dịch xuất hiện màu vàng, dùng dung dịch axit clohydric (1+1) (4.7) và dung dịch amoni hydroxit (1+1) (4.12) điều chỉnh dung dịch đến mất màu vàng (hoặc còn thoáng vàng). Sau 15 min thêm tiếp 10 mL dung dịch 1,1 phenantrolin 0,25 % (4.15), thêm nước tới vạch định mức, lắc đều.

Đo độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu ở bước sóng λ từ 500 nm đến 520 nm. Dung dịch so sánh là dung dịch mẫu trắng (lấy từ thí nghiệm trắng). Từ giá trị độ hấp thụ quang đo được, dựa vào đường chuẩn tìm được hàm lượng sắt (III) oxit có trong bình.

7.2.3 Tính kết quả

Theo mục 7.1.3.

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);

TCVN 9178:2012

- Các kết quả thử;
 - Các tình huống có ảnh hưởng đến kết quả thử;
 - Ngày, tháng, năm tiến hành thử nghiệm.
-