

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 9185:2012**

Xuất bản lần 1

**CÁT ĐỂ SẢN XUẤT THỦY TINH - PHƯƠNG PHÁP  
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NHÔM OXIT**

*Sand for glass manufacture - Test method for determination of aluminium 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.....	5
6 Chuẩn bị mẫu thử.....	6
7 Phương pháp thử.....	7
7.1 Nguyên tắc.....	7
7.2 Các bước tiến hành.....	7
7.3 Tính kết quả.....	7
8 Báo cáo thử nghiệm.....	8

**Lời nói đầu**

**TCVN 9185:2012** được chuyển đổi từ TCXD 155:1985 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 9185:2012** 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.

# Cát để sản xuất thủy tinh - Phương pháp xác định hàm lượng nhôm oxit

*Sand for glass manufacture - Test method for determination of aluminium oxide*

## 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hóa học để xác định hàm lượng nhôm oxit trong cát để sản xuất thủy tinh.

## 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.*

TCXD 154:1985 *Cát sử dụng trong công nghiệp thủy tinh - Phương pháp xác định hàm lượng sắt oxit.*

## 3 Quy định chung

Theo TCXD 136:1985.

## 4 Hóa chất, thuốc thử

- 4.1 Axit axetic ( $\text{CH}_3\text{CO OH}$ ), đậm đặc.
- 4.2 Amoni hydroxyt ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ), dung dịch 25 %.
- 4.3 Axit clohydric ( $\text{HCl}$ ), pha loãng (1 + 1).
- 4.4 Natri hydroxit ( $\text{NaOH}$ ), dung dịch 30 %, bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

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

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

4.6 Natri florua (NaF), dung dịch 3 %.

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

4.8 EDTA (trilon B), dung dịch 1 %.

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

4.10 Dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat ( $Zn(CH_3COO)_2$ ), dung dịch 0,025 M.

Kẽm axetat dung dịch 0,025 M, hoà tan 5,65 g kẽm axetat  $Zn(C_2H_3O_2)_2 \cdot 2H_2O$  chuyển vào bình định mức dung tích 100 mL nước đã có sẵn 5 mL axit axetic đậm đặc, đun nóng cho tan rồi chuyển vào bình định mức dung tích 1000 mL, thêm nước đến vạch, lắc đều.

\* Xác định hệ số độ chuẩn (K) của dung dịch kẽm axetat 0,025 M theo dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,025 M.

Lấy 20 mL dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,025 M (4.9) vào cốc, thêm nước đến khoảng 100 mL rồi cho tiếp vào đó 10 mL dung dịch đệm pH = 5,5 và một ít chỉ thị xylenol da cam 0,1 % (4.7), dung dịch có màu vàng, dùng dung dịch kẽm axetat pha được, chuẩn độ dung dịch trong cốc đến khi màu đổi từ vàng sang hồng.

Hệ số chuẩn độ (K) của dung dịch kẽm axetat 0,025 M để xác định nhôm oxit tính theo công thức sau:

$$K = \frac{V}{V_1}$$

trong đó:

V: Thể tích dung dịch EDTA 0,025 M lấy để xác định, tính bằng mililit (mL);

V<sub>1</sub>: Thể tích dung dịch kẽm axetat 0,025M tiêu thụ khi chuẩn độ, tính bằng mililit (mL);

4.11 Chỉ thị phenolphthalein, dung dịch 0,1 %: pha trong cồn 90 %.

4.12 Dung dịch đệm pH = 5,5: Hoà 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 đến 1 Lit, khuấy đều.

## 5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Giấy lọc, chảy nhanh đường kính lỗ trung bình khoảng 20 μm).

5.2 Máy cất nước.

5.3 Tủ hút hơi độc.

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

5.5 Pipet, dung tích 10 mL, 20 mL, 25 mL, 50 mL, 100 mL.

5.6 Bình định mức các loại, dung tích 250 mL, 500 mL, 1000 mL.

## 6 Chuẩn bị và phân giải mẫu thử

Mẫu thử được chuẩn bị và phân giải theo Điều 6 của tiêu chuẩn TCXD 154:1985 (\*), thu được dung dịch A dùng để xác định hàm lượng nhôm oxit.

## 7 Phương pháp thử

### 7.1 Nguyên tắc

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

### 7.2 Cách tiến hành

Tùy theo hàm lượng  $Al_2O_3$  có trong mẫu, lấy một phần dung dịch A (Điều 6) được quy định theo Bảng 1.

**Bảng 1 - Hàm lượng nhôm oxit trong mẫu (%)**

Hàm lượng $Al_2O_3$ %	Lượng mẫu lấy để xác định $Al_2O_3$	
	Thể tích dung dịch lấy để xác định $Al_2O_3$ mL	Lượng mẫu cát tương ứng g
Nhỏ hơn 1,0	100	2,0
Từ 1,0 đến 3,0	50	1,0

Cho vào cốc thủy tinh dung tích 250 mL, thêm khoảng 15 mL đến 20 mL dung dịch natri hydroxit 30 % (4.4), đun sôi 2 min đến 3 min. Để nguội dung dịch, chuyển vào bình định mức dung tích 250mL, thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Lọc dung dịch qua giấy lọc khô, phễu khô vào bình nón khô thu được dung dịch B.

Lấy 100 mL dung dịch B vào cốc thủy tinh, thêm vào 10mL dung dịch EDTA 0,025M, và vài giọt chỉ thị phenolphthalein (4.11) (dung dịch xuất hiện màu hồng), dùng dung dịch axit clohydric (1 + 1) (4.3) và natri hydroxit 10 % (4.5) điều chỉnh dung dịch về môi trường trung tính (dung dịch hết màu hồng). Thêm tiếp 20mL dung dịch đệm pH = 5,5, và vài giọt chỉ thị xylenol da cam 0,1 % (4.7) (dung dịch xuất hiện màu vàng), rồi đun sôi dung dịch từ 1 min đến 2 min. Để nguội dung dịch đến nhiệt độ khoảng 70 °C, dùng dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat 0,025 M (4.10) chuẩn độ đến khi dung dịch chuyển từ màu vàng sang màu hồng. Thêm vào cốc 10 mL dung dịch natri florua 3 % (4.6) và đun sôi dung dịch từ 1

min đến 2 min (dung dịch xuất hiện màu vàng). Để nguội dung dịch, dùng dung dịch kẽm axetat 0,025 M chuẩn độ đến khi dung dịch mất màu vàng và chuyển sang màu hồng. Ghi lại thể tích tiêu tốn ( $V_{Zn}$ )

### 7.3 Tính kết quả

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

$$\% Al_2O_3 = 0,0001274 \times \frac{K \times V_{Zn}}{m} \times 100$$

trong đó:

$V_{Zn}$ : 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;

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);

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

Chênh lệch giữa hai thí nghiệm tiến hành song song được quy định tại Bảng 2

**Bảng 2 - Chênh lệch cho phép giữa hai thí nghiệm tiến hành song song**

Hàm lượng $Al_2O_3$ %	Chênh lệch cho phép không lớn hơn %
Nhỏ hơn 1,0	0,05
Từ 1,0 đến 3,0	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;
- Tài liệu viện dẫn là 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.