

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9177:2011

Xuất bản lần 1

**THỦY TINH KHÔNG MÀU - PHƯƠNG PHÁP
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NATRI OXIT VÀ KALI OXIT**

Colorless glass - Test methods for determination of sodium and potassium oxides

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 mẫu thử.....	6
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	8

Lời nói đầu

TCVN 9177:2012 được chuyển đổi từ TCXD 134:1985 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 9177:2012 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 phân tích hoá học xác định hàm lượng natri oxit và kali oxit

Colorless glass - Test methods for determination of sodium and potassium oxides

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp phân tích hoá học xác định hàm lượng natri oxit và kali 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 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 clorua (KCl), tinh thể.

4.2 Natri clorua (NaCl), tinh thể.

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

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

TCVN 9177:2012

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

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

4.6 Amoni hydroxit (NH_4OH) đậm đặc, $d = 0,88 - 0,91$ (25 %).

4.7 Amoni oxalat ($(NH_4)_2C_2O_4$), dung dịch bão hòa.

4.8 Dung dịch tiêu chuẩn natri gốc ($C_{Na_2O} = 1 \text{ mg/mL}$) (dung dịch A):

Hoà tan vào nước 1,8858 g muối natri clorua đã sấy ở nhiệt độ $110^\circ C$, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1 L, thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Bảo quản trong bình polyetylen.

*** Dung dịch tiêu chuẩn làm việc Na_2O :**

Lấy vào một loạt bình định mức dung tích 100 mL lần lượt các thể tích 2 mL; 4 mL; 6 mL; 8 mL; 10 mL; 12 mL; 14 mL và 16 mL của dung dịch A. Thêm nước đến vạch, lắc đều, thu được dung dịch chuẩn để làm việc có nồng độ tương ứng 0,002 mg/mL; 0,004 mg/mL; 0,006 mg/mL; 0,008 mg/mL; 0,010 mg/mL; 0,012 mg/mL; 0,014 mg/mL; 0,016 mg/mL của natri oxit tương ứng.

4.9 Dung dịch tiêu chuẩn kali gốc ($C_{K_2O} = 1 \text{ mg/mL}$) (dung dịch B):

Hoà tan vào nước 1,5835 g muối kali clorua đã sấy ở nhiệt độ $110^\circ C$, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1 L, thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Bảo quản trong bình polyetylen.

*** Dung dịch tiêu chuẩn làm việc K_2O :**

Được chuẩn bị từ dung dịch K_2O gốc với cách pha loãng giống như khi chuẩn bị dãy dung dịch làm việc Na_2O .

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 Máy quang phổ ngọn lửa.

5.3 Máy cất nước.

5.4 Tủ hút hơi độc.

5.5 Bếp điện, bếp cách cát, kiểm soát được ở $400^\circ C$.

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

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

6 Chuẩn bị mẫu thử

Theo TCXD 136:1985.

7 Phương pháp thử

7.1 Nguyên tắc

Phân giải mẫu bằng hỗn hợp axit flohydric và axit sunfuric. Loại sắt, nhôm, titan, canxi, magiê bằng amoni hydroxit và amoni oxalat. Xác định kali và natri bằng máy quang phổ ngọn lửa ở bước sóng $\lambda = 598 \text{ nm}$ (cho natri) và $\lambda = 768 \text{ nm}$ (cho kali).

7.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 0,25 g mẫu (Điều 6) trên cân phân tích và chuyển vào chén bạch kim. Tẩm ướt mẫu bằng nước cất, thêm vào chén 1 mL axit sunfuric (1 + 1) (4.4) và 10 mL axit flohydric đậm đặc (4.3). Đặt chén lên bếp điện cho bay hơi đến khô. Thêm tiếp vào chén 5 mL axit flohydric đặc vào cho bay hơi đến ngừng bốc khói trắng.

Chuyển cặn còn lại trong chén bạch kim vào cốc thủy tinh bằng axit clohydric (1 + 1) (4.5) và nước nóng, đun cho tan trong. Khuấy đều dung dịch và nhỏ từ từ amoni hydroxit 25 % (4.6) đến có mùi amoniắc, đun đến 70°C để đông tụ kết tủa hydroxit. Lọc kết tủa hydroxit qua giấy lọc chày nhanh, rửa kết tủa từ 8 lần đến 10 lần bằng nước đun sôi, thu lấy nước lọc và nước rửa. Đun nước lọc, nước rửa rồi thêm vào đó từ 15 mL đến 20 mL dung dịch amoni oxalat bão hoà (4.7) và từ 2 giọt đến 3 giọt amoni hydroxit 25 % (4.6). Để ấm dung dịch từ 3 h đến 4 h, để nguội dung dịch, chuyển vào bình định mức 250 mL, thêm nước đến vạch, lắc đều. Lọc dung dịch qua giấy khô, phễu khô vào bình tam giác khô. Lấy 25mL dung dịch trong bình tam giác vào bình định mức 250mL, định mức, lắc đều dung dịch này để xác định natri oxit và kali oxit trong mẫu.

Tiến hành xác định hàm lượng oxit kim loại trên máy quang phổ ngọn lửa theo phương pháp "Đo kèm". Đầu tiên xác định chỉ số điện kế dung dịch mẫu, sau đó xác định chỉ số điện kế của hai dung dịch chuẩn để phân tích trong đó một dung dịch có chỉ số điện kế lớn hơn, một dung dịch có chỉ số điện kế nhỏ hơn chỉ số điện kế của dung dịch mẫu (của từng oxit kim loại kiểm riêng biệt).

Khi xác định theo phương pháp "Đường chuẩn" cần phải tiến hành phân tích trong cùng điều kiện với đường chuẩn (đường chuẩn được thiết lập từ các dung dịch tiêu chuẩn làm việc của từng oxit kim loại kiểm riêng biệt).

Trước khi phân tích hàng loạt mẫu, cần kiểm tra lại một vài điểm trên đồ thị chuẩn bằng dung dịch chuẩn phân tích.

Tiến hành đo 3 lần cho mỗi dung dịch.

7.3 Tính kết quả

Hàm lượng kali oxit (K_2O) hoặc natri oxit (Na_2O), tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$\%K_2O \text{ (hoặc } Na_2O) = \frac{C \times V}{m} \times 100$$

trong đó:

V: Thể tích của bình định mức dùng để định mức dung dịch mẫu đem đo trên máy, tính bằng mililit (mL);

C: Nồng độ kali oxit hoặc natri oxit trong dung dịch mẫu đem đo trên máy, tính bằng miligam trên mililit (mg/mL);

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

Giá trị C được tính bằng cách lập đồ thị theo các giá trị tương ứng của hai dung dịch chuẩn để phân tích (trong phương pháp đo kèm) trục tung là chỉ số điện kế, trục hoành là nồng độ dung dịch (mg/mL). Từ chỉ số điện kế của dung dịch mẫu xác định được giá trị C.

Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,30 %.

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.
-