

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 9176:2012**

Xuất bản lần 1

**THỦY TINH KHÔNG MÀU – PHƯƠNG PHÁP  
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CANXI OXIT VÀ MAGIÊ OXIT**

*Colorless glass – Test methods for determination of calcium oxide and magnesium 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.....	6
7.1 Xác định hàm lượng canxi oxit.....	6
7.1.1 Nguyên tắc.....	6
7.1.2 Cách tiến hành.....	6
7.1.3 Tính kết quả.....	7
7.2 Xác định hàm lượng magiê oxit .....	7
7.2.1 Nguyên tắc.....	7
7.2.2 Cách tiến hành.....	7
7.2.3 Tính kết quả .....	8
8 Báo cáo thử nghiệm.....	8

### **Lời nói đầu**

**TCVN 9176:2012** được chuyển đổi từ TCXD 133:1985 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 9176:2012** 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 canxi oxit và magiê oxit

*Colorless glass – Test methods for determination of calcium oxide and magnesium oxide*

## 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hoá học xác định hàm lượng canxi oxit và magiê 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 Amoni clorua ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) tinh thể.

4.2 Kali hydroxit ( $\text{KOH}$ ) dung dịch 25 %, bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

4.3 Amoni hydroxit ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) đậm đặc,  $d = 0,88 - 0,91$  (25 %).

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

## TCVN 9176:2012

4.4 **Kali cyanua (KCN)**, dung dịch 5 %, bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

4.5 **Chỉ thị fluorexon 1 %**: Dùng cối chày thủy tinh nghiền mịn và trộn đều 0,1 g chỉ thị màu fluorexon với 10 g kali clorua, bảo quản trong lọ thủy tinh màu.

4.6 **Chỉ thị eriocrom T đen (ETOO)**, dung dịch 0,10 %: Hoà tan 0,10 g chỉ thị ETOO trong 100 mL cồn 90 %, thêm tiếp vào dung dịch 3 g hydroxylamin hydroclorua, bảo quản trong chai thủy tinh tối màu.

4.7 **Dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M**: Pha từ ống chuẩn (fixanal).

4.8 **Dung dịch đệm pH = 10,5**: Hoà tan 54 g amoni clorua vào 500 mL nước, thêm tiếp 350 mL amoni hydroxit đậm đặc, khuấy đều. Điều chỉnh pH = 10,5 bằng amoni hydroxit đậm đặc, 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 cát 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 131:1985, thu được dung dịch II, dùng để xác định hàm lượng canxi oxit và magiê oxit.

## 7 Phương pháp thử

7.1 **Xác định hàm lượng canxi oxit**

7.1.1 **Nguyên tắc**

Sắt, nhôm, titan và các ion cản trở khác được tách khỏi canxi và magiê bằng amoni hydroxit. Trong môi trường kiềm pH > 12 ion canxi tạo phức bền với EDTA. Dùng dung dịch tiêu chuẩn EDTA để chuẩn độ canxi theo chỉ thị fluorexon.

7.1.2 **Cách tiến hành**

Lấy 100 mL dung dịch II (Điều 6) vào cốc thủy tinh dung tích 250 mL, thêm 1 g amoni clorua (4.1), đun dung dịch đến khoảng 70 °C, nhỏ từ từ dung dịch amoni hydroxit 25 % (4.3) và khuấy đều đến khi xuất hiện kết tủa hydroxit, cho dư 1 giọt amoni hydroxit. Đun nóng dung dịch khoảng từ 70 °C đến 80 °C trong thời gian từ 45 min đến 60 min để đông tụ kết tủa và loại amoni hydroxit dư. Để nguội dung dịch,

chuyển dung dịch trong cốc vào bình định mức dung tích 250 mL, thêm nước tới vạch mức, lắc đều. Lọc dung dịch qua giấy lọc chảy nhanh (khô), phễu (khô) vào bình nón dung tích 250 mL (khô) (dung dịch III).

Lấy 100 mL dung dịch III vào cốc thủy tinh dung tích 250 mL, thêm 20 mL dung dịch kali hydroxit 25 % (4.2), 2 mL dung dịch kali cyanua 5 % (4.4) và một ít chỉ thị fluorexon 1 % (4.5). Đặt cốc trên nền màu đen, dùng dung dịch EDTA tiêu chuẩn 0,01 M, chuẩn độ cho đến khi dung dịch chuyển từ màu xanh huỳnh quang sang hồng. Ghi thể tích EDTA 0,01 M tiêu thụ ( $V_1$ ).

Làm song song một thí nghiệm trắng để hiệu chỉnh lượng canxi có trong dung dịch và thuốc thử. Ghi thể tích EDTA 0,01 M tiêu thụ ( $V_0$ ).

### 7.1.3 Tính kết quả

Hàm lượng canxi oxit (CaO), tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$\%CaO = 0,00056 \times \frac{V_1 - V_0}{m} \times 100$$

trong đó:

$V_0$ : Thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit (mL);

$V_1$ : Thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit (mL);

0,00056: Khối lượng canxi oxit CaO tương ứng với 1 mL dung dịch EDTA 0,01 M, tính bằng gam (g);

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

Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,20 %.

## 7.2 Xác định hàm lượng magiê oxit

### 7.2.1 Nguyên tắc

Trong môi trường pH khoảng 10,5 canxi và magiê tạo phức bền với EDTA. Dùng dung dịch tiêu chuẩn EDTA để chuẩn độ tổng số canxi và magiê theo chỉ thị eriocrom T đen. Hàm lượng magiê oxit xác định theo hiệu số kết quả xác định tổng số canxi oxit, magiê oxit và riêng canxi oxit.

### 7.2.2 Cách tiến hành

Lấy 100 mL dung dịch III (Điều 7.1.2) vào cốc thủy tinh dung tích 250 mL. Thêm 15 mL dung dịch đệm pH = 10,5 (4.8), 2 mL dung dịch kali cyanua 5 % (4.4) và vài giọt eriocrom T đen 0,1 % (4.6). Chuẩn độ tổng lượng canxi và magiê bằng dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M (4.7) đến khi dung dịch chuyển từ màu đỏ rượu nho sang xanh nước biển. Ghi thể tích EDTA 0,01 M tiêu thụ ( $V_2$ ).

Làm song song một thí nghiệm trắng để hiệu chỉnh tổng lượng canxi và magiê có trong các thuốc thử. Ghi thể tích EDTA 0,01 M tiêu thụ ( $V_{02}$ ).

### 7.2.3 Tính kết quả

Hàm lượng magiê oxit (MgO), tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$\%MgO = 0,000403 \times \frac{(V_2 - V_{02}) - (V_1 - V_{01})}{m} \times 100$$

trong đó:

$V_{01}$ : Thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ riêng lượng canxi trong mẫu trắng, tính bằng mililit (mL);

$V_1$ : Thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ riêng lượng canxi trong dung dịch mẫu thử, tính bằng mililit (mL);

$V_{02}$ : Thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ tổng lượng canxi và magiê trong mẫu trắng, tính bằng mililit (mL);

$V_2$ : Thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ tổng lượng canxi và magiê trong dung dịch mẫu thử, tính bằng mililit (mL);

0,000403: Khối lượng magiê oxit (MgO) tương ứng với 1 mL dung dịch EDTA 0,01 M, tính bằng gam (g);

$m$ : Khối lượng mẫu tương ứng với thể tích mẫu lấy để xác định magiê oxit, tính bằng gam.

Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,02 %.

## 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.
-