

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9179:2012

Xuất bản lần 1

**THỦY TINH MÀU – PHƯƠNG PHÁP
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TITAN DIOXIT**

Colour glass – Test method for determination of titanium dioxide

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
7 Phương pháp thử.....	7
7.1 Nguyên tắc	7
7.2 Cách tiến hành.....	7
7.3 Tính kết quả.....	8
8 Báo cáo thử nghiệm.....	8

Lời nói đầu

TCVN 9179:2012 được chuyển đổi từ TCXD 138:1985 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 9179:2012 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 titan dioxit

Colour glass - Test method for determination of titanium dioxide

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp phân tích hoá học xác định hàm lượng titan dioxit 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 và các quy định chung.*

TCXD 137:1985 *Thủy tinh - Cát để sản xuất thủy tinh - Phương pháp phân tích hoá học xác định hàm lượng sắt oxit.*

3 Quy định chung

Theo TCXD 136:1985.

4 Hóa chất, thuốc thử

4.1 Axit clohydric (HCl) đậm đặc, $d = 1,19$.

4.2 Axit sunfuric (H_2SO_4) đậm đặc, $d = 1,84$.

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

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

4.5 Axit sunfuric (H_2SO_4), dung dịch 5 %.

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

TCVN 9179:2012

4.6 Amoni hydroxit (NH_4OH) đậm đặc, $d = 0,88$.

4.7 Natri axetat (CH_3COONa), dung dịch 50 %.

4.8 Đồng sunfat (CuSO_4), dung dịch 5 %.

4.9 Axit ascobic ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$), dung dịch 5 %, bảo quản trong chai thủy tinh màu.

4.10 Formalin (CH_2O), dung dịch 40 %.

4.11 Cồn tuyệt đối ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$).

4.12 Diantipyrinmetan ($\text{C}_{23}\text{H}_{24}\text{N}_4\text{O}_2$), dung dịch 2 %:

Hoà tan 20 g diantipyrinmetan vào 300 mL nước, thêm từ từ 15 mL axit sunfuric đặc (4.2) khuấy đều cho tan hết thuốc thử, thêm nước thành 1 L. Bảo quản trong chai thủy tinh tối màu.

4.12 Dung dịch tiêu chuẩn gốc titan dioxit (TiO_2) 0,1 mg/mL:

Cân khoảng 0,1508 g kali hexafluoro titan (K_2TiF_6) chính xác đến 0,000 1g đã sấy khô ở nhiệt độ $105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ vào chén bạch kim, thêm 10 mL dung dịch axit sunfuric (1+1) (4.4), làm bay hơi trên bếp điện đến khô, thêm tiếp 5 mL dung dịch axit nưã, làm bay hơi đến khô kiệt và ngừng bốc khói trắng. Chuyển vào cốc thủy tinh bằng dung dịch axit sunfuric 5 % (4.5), thêm 5 mL dung dịch axit sunfuric (1+1) (4.4) và đun tới sôi. Lấy ra để nguội, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 500 mL, dùng dung dịch axit sunfuric 5 % định mức, lắc đều.

* Dung dịch tiêu chuẩn làm việc titan dioxit (TiO_2) 0,01 mg/mL:

Lấy 50 mL dung dịch tiêu chuẩn gốc vào bình định mức dung tích 500 mL, dùng dung dịch axit sunfuric 5 % định 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 titan dioxit làm việc ($\text{C}_{\text{TiO}_2} = 0,01 \text{ mg/mL}$) 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 20 mL. Dùng dung dịch natri axetat 50 % (4.7) và dung dịch axit clohydric (1+1) (4.3) điều chỉnh dung dịch về pH từ 5 đến 6 (thử bằng giấy đo pH). Thêm vào bình 2 giọt dung dịch đồng sunfat 5 % (4.8) và 3 mL dung dịch axit ascobic 5 % (4.9) lắc đều, để yên 15 min. Thêm tiếp vào bình 10 mL dung dịch axit clohydric (1+1) (4.3) và 15 mL dung dịch diantipyrinmetan 2 % (4.12), thêm nước tới vạch định mức, lắc đều.

Sau 60 min đo độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu ở bước sóng λ từ 400 nm đến 420 nm. Dung dịch so sánh là dung dịch mẫu trắng (lấy từ thí nghiệm trắng).

Từ hàm lượng titan dioxit 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 Máy cất nước.
- 5.4 Tủ hút hơi độc.
- 5.5 Tủ sấy, có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ đến $300\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 5.6 Bếp điện, bếp cách cát, kiểm soát được ở $400\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 5.7 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.
- 5.8 Chén bạch kim, dung tích 30 mL hoặc 50 mL.
- 5.9 Pipet, dung tích 5 mL, 10 mL, 50 mL.
- 5.10 Cốc thủy tinh chịu nhiệt, dung tích 250 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

Mẫu thử được chuẩn bị và phân giải theo TCXD 137:1985, thu được dung dịch A dùng để xác định hàm lượng titan oxit.

7 Phương pháp thử

7.1 Nguyên tắc

Trong môi trường axit mạnh Ti^{4+} tạo với thuốc thử diantipyrinmetan một phức chất màu vàng, cường độ màu tỷ lệ với nồng độ titan có trong dung dịch. Đo độ hấp thụ quang của dung dịch phức màu vàng ở bước sóng λ từ 400 nm đến 420 nm.

7.2 Cách tiến hành

Tùy theo hàm lượng titan dioxit có trong mẫu, lấy một phần dung dịch A (Điều 6) vào bình định mức dung tích 100 mL, pha loãng đến khoảng 20 mL. Dùng dung dịch natri axetat 50 % (4.7) và dung dịch axit clohydric (1+1) (4.3) điều chỉnh dung dịch về pH từ 5 đến 6 (thử bằng giấy đo pH). Thêm vào bình 2 giọt dung dịch đồng sunfat 5 % (4.8) và 3 mL dung dịch axit ascorbic 5 % (4.9) lắc đều, để yên 15 min. Thêm tiếp vào bình 10 mL dung dịch axit clohydric (1+1) (4.3) và 15 mL dung dịch diantipyrinmetan 2 % (4.12), thêm nước tới vạch định mức, lắc đều.

TCVN 9179:2012

Sau 60 min đo độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu ở bước sóng λ từ 400 nm đến 420 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 titan dioxit có trong bình.

7.3 Tính kết quả

Hàm lượng titan dioxit (TiO_2), tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$\% \text{TiO}_2 = \frac{m_1}{m_2} \times 100$$

trong đó:

m_1 : Lượng titan dioxit 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 giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,04 %.

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.
-