

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9180:2012

Xuất bản lần 1

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

Colour glass - Test method for determination of copper 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.....	7
6 Chuẩn bị và phân giải mẫu thử	7
7 Phương pháp thử	8
7.1 Xác định hàm lượng đồng oxit (CuO) bằng phương pháp đo màu trong môi trường nước.....	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 đồng oxit (CuO) bằng phương pháp chiết đo màu	8
7.2.1 Nguyên tắc.....	8
7.2.2 Cách tiến hành.....	8
7.2.3 Tính kết quả	9
8 Báo cáo thử nghiệm	9

Lời nói đầu

TCVN 9180:2012 được chuyển đổi từ TCXD 139:1985 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 9180:2012 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 đồng oxit

Colour glass – Test method for determination of copper oxide

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp phân tích hoá học xác định hàm lượng đồng 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 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 Natri dietyl dithio cacbonat ($C_5H_{10}NNaS_2 \cdot 2H_2O$), tinh thể.

4.2 Axit tauric ($H_2C_4H_4O_6$), tinh thể.

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

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

4.5 Axit citric ($C_6H_8O_7$), dung dịch 30 %.

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

TCVN 9180:2011

4.6 Amoni hydroxyt (NH_4OH), dung dịch 25 %.

4.7 Natri dietyl dithio cacbonat ($\text{C}_2\text{H}_5\text{S}_2\text{NNaS}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), dung dịch 0,5 %.

4.8 EDTA ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), dung dịch 5 %.

4.9 Natri xitrat ($\text{C}_4\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), dung dịch 40 %.

4.10 Natri hydroxyt (NaOH), dung dịch 10 %.

4.11 Kali cyanua (KCN), dung dịch 5 %.

4.12 Gelatin ($\text{C}_{102}\text{H}_{151039}\text{N}_{31}$), dung dịch 5 %, hòa tan thuốc thử vào nước, đun dung dịch đến 70 °C.

4.13 Dung môi clorofom (CHCl_3).

4.14 Chì dietyl dithio cacbonat ($\text{C}_5\text{H}_{10}\text{O}_3\text{Pb}$), pha trong dung môi clorofom.

Hoà tan 0,1 g chì natri vào nước, thêm 1,0 g axit tetric (4.2), nhỏ giọt dung dịch natri hydroxyt 10 % (4.10) đến tan trong. Thêm tiếp vào 5 mL dung dịch kali cyanua 5 % (4.11) và 0,25 g natri dietyl dithio cacbonat (4.1), khuấy kỹ. Chuyển toàn bộ dung dịch vào phễu chiết, thêm tiếp 250 mL dung môi clorofom (4.13), lắc kỹ dung dịch, để yên cho dung dịch phân lớp, tách lớp kết tủa trắng khỏi dung dịch nước. Chuyển lớp clorofom sang một phễu chiết khác, dùng nước rửa lớp clorofom từ 3 lần đến 4 lần, lọc lớp clorofom qua giấy lọc khô vào bình nón khô, thêm dung môi clorofom đến khoảng 500 mL. Bảo quản dung dịch trong bình thủy tinh tối màu.

4.17 Dung dịch tiêu chuẩn gốc đồng oxit (CuO) 0,2 mg/mL:

Cân 0,4630 gam đồng sunfat đã sấy ở 105 °C \pm 5 °C vào cốc thủy tinh dung tích 250 mL, thêm vào cốc 15 mL axit clohydric đặc (4.3), đun đến tan trong. Để nguội chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1 L, thêm nước tới vạch định mức, lắc đều.

* Dung dịch tiêu chuẩn làm việc đồng oxit (CuO) 0,01 mg/mL:

Lấy 25 mL dung dịch tiêu chuẩn gốc vào bình định mức dung tích 500 mL, thêm 10 mL dung dịch axit clohydric (1+1) (4.4), thêm nước tới vạch định mức, lắc đều.

* Xây dựng đồ thị chuẩn:

Cách 1:

Lấy 11 bình định mức dung tích 100 mL, lần lượt cho vào mỗi bình một thể tích dung dịch tiêu chuẩn đồng oxit làm việc ($C_{\text{CuO}} = 0,01 \text{ mg/mL}$) 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, thêm vào bình 5 mL dung dịch axit xitric 30 % (4.5), 10 mL dung dịch gelatin 5 % (4.12), 5 mL dung dịch EDTA 5 % (4.8), 12 mL dung dịch amoni hydroxit 25 % (4.6) và 15 mL dung dịch natri dietyl dithio cacbonat 0,5 % (4.7) (sau mỗi lần thêm thuốc thử cần lắc đều dung dịch), thêm nước tới vạch định mức, lắc đều.

Sau 45 min đo độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu ở bước sóng λ từ 435 nm đến 455 nm. Dung dịch so sánh là dung dịch mẫu trắng (lấy từ thí nghiệm trắng).

Từ lượng đồng oxit có trong mỗi bình và giá trị độ hấp thụ quang tương ứng xây dựng đồ thị chuẩn.

Cách 2:

Lấy 11 cốc thủy tinh dung tích 100 mL, lần lượt cho vào mỗi cốc một thể tích dung dịch tiêu chuẩn đồng oxit làm việc ($C_{CuO} = 0,01 \text{ mg/mL}$) 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, thêm tiếp 5 mL dung dịch natri xitrat 40 % (4.9) và 12 mL dung dịch amoni hydroxyt 25 % (4.6) khuấy đều. Chuyển toàn bộ dung dịch vào phễu chiết dung tích 100 mL, thêm tiếp 10 mL dung dịch chi dietyl dithio cacbonat trong clorofom (4.14). Lắc kỹ hỗn hợp từ 1 min đến 2 min. Để yên cho dung dịch phân lớp, tách lớp clorofom vào bình định mức dung tích 25 mL. Chiết tiếp hai lần nữa, mỗi lần bằng 5 mL dung dịch chi dietyl dithio cacbonat trong clorofom và gộp phần clorofom sau chiết vào bình định mức dung tích 25 mL, thêm dung môi clorofom (4.13) đến vạch định mức, lắc đều.

Lọc dung dịch qua giấy lọc khô vào cuvet khô có chiều dày 20 mm (đậy nắp cuvet). Đo độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu ở bước sóng λ từ 430 nm đến 440 nm. Dung dịch so sánh là dung dịch mẫu trắng (lấy từ thí nghiệm trắng).

Từ lượng đồng 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 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.
- 5.7 Cốc thủy tinh chịu nhiệt, dung tích 100 mL.
- 5.8 Bình định mức, dung tích 25 mL, 100 mL, 500 mL.
- 5.9 Pipet, dung tích 5 mL, 10 mL, 50 mL.
- 5.10 Giấy lọc, 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 137:1985 thu được dung dịch A dùng để xác định hàm lượng đồng oxit.

7 Phương pháp thử

7.1 Xác định hàm lượng đồng oxit (CuO) bằng phương pháp đo màu trong môi trường nước

7.1.1 Nguyên tắc

Trong môi trường kiềm (amoniac) có mặt chất ổn định keo, ion Cu^{2+} tạo với thuốc thử natri dietyl dithio cacbonat một phức chất màu vàng nâu, cường độ màu tỷ lệ với nồng độ đồng có trong dung dịch. Đo độ hấp thụ quang của dung dịch phức màu vàng nâu ở bước sóng λ từ 435 nm đến 455 nm.

7.1.2 Cách tiến hành

Tùy theo hàm lượng đồng oxit có trong mẫu, lấy một phần dung dịch A (Điều 6) vào bình định mức dung tích 100 mL, thêm vào bình 5 mL dung dịch axit xitric 30 % (4.5), 10 mL dung dịch gelatin 5 % (4.12), 5 mL dung dịch EDTA 5 % (4.8), 12 mL dung dịch amoni hydroxit 25 % (4.6) và 15 mL dung dịch natri dietyl dithio cacbonat 0,5 % (4.7) (sau mỗi lần thêm thuốc thử cần lắc đều dung dịch), thêm nước tới vạch định mức, lắc đều.

Sau 45 min đo độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu ở bước sóng λ từ 435 nm đến 455 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 đồ thị chuẩn tìm được hàm lượng đồng oxit có trong bình.

7.1.3 Tính kết quả

Hàm lượng đồng oxit (CuO), tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

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

trong đó:

m_1 : Lượng đồng oxit 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 %.

7.2 Xác định hàm lượng đồng oxit (CuO) bằng phương pháp chiết đo màu

7.2.1 Nguyên tắc

Chiết Cu^{2+} trong môi trường nước khi có mặt amoni hydroxit bằng dung dịch chì dietyl dithio cacbonat trong clorofom. Xác định hàm lượng đồng oxit bằng phương pháp đo màu ở bước sóng λ từ 430 nm đến 440 nm.

7.2.2 Cách tiến hành

Tùy theo hàm lượng đồng oxit có trong mẫu, lấy một phần dung dịch A (Điều 6) vào cốc thủy tinh dung tích 100 mL, thêm tiếp 5 mL dung dịch natri xitrat 40 % (4.9) và 12 mL dung dịch amoni hydroxyt 25 %

(4.6) khuấy đều. Chuyển toàn bộ dung dịch vào phễu chiết dung tích 100 mL, thêm tiếp 10 mL dung dịch chì dietyl dithio cacbonat trong clorofom (4.14). Lắc kỹ hỗn hợp từ 1 min đến 2 min. Để yên cho dung dịch phân lớp, tách lớp clorofom vào bình định mức dung tích 25 mL. Chiết tiếp hai lần nữa, mỗi lần bằng 5 mL dung dịch chì dietyl dithio cacbonat trong clorofom và gộp phần clorofom sau chiết vào bình định mức dung tích 25 mL, thêm dung môi clorofom (4.13) đến vạch định mức, lắc đều.

Lọc dung dịch qua giấy lọc khô vào cuvet khô có chiều dày 20 mm (đầy nắp cuvet). Đo độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu ở bước sóng λ từ 430 nm đến 440 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 đồ thị chuẩn tìm được hàm lượng đồng oxit có trong bình.

7.2.3 Tính kết quả

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