

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9181:2012

Xuất bản lần 1

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

Colour glass – Test method for determination of cobalt 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.....	7
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 9181:2012 được chuyển đổi từ TCXD 140:1985 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 quy định chi tiết ban hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật

TCVN 9181:2012 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 coban oxit

Colour glass – Test method for determination of cobalt oxide

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hoá học xác định hàm lượng coban 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 Amoni clorua (NH_4Cl), tinh thể.

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

4.3 Axit nitric (HNO_3) đậm đặc, $d = 1,52$.

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

4.5 Axit nitric (HNO_3), pha loãng (1+1).

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

TCVN 9181:2012

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

4.7 Amoni hydroxit (NH_4OH), pha loãng (1+1).

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

4.9 Nitroso-R ($\text{C}_{10}\text{H}_4(\text{OH})(\text{SO}_3\text{Na})_2\text{NO}$), dung dịch 0,1 %.

4.13 Dung dịch tiêu chuẩn gốc coban oxit (CoO) 0,2 mg/mL:

Cân 0,4746 g coban đã sấy ở $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ vào cốc thủy tinh dung tích 250 mL, thêm vào cốc 10 mL axit clohydric đặc (4.2), đun đến tan trong. Để nguội, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1 L, thêm nước đến vạch định mức, lắc đều.

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

Lấy 50 mL dung dịch tiêu chuẩn gốc vào bình định mức dung tích 1 L, thêm tiếp 10 mL dung dịch axit clohydric (1+1) (4.4), thêm nước đến vạch 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 coban oxit làm việc ($C_{\text{CoO}} = 0,01\text{ mg/mL}$) 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, dùng dung dịch amoni hydroxyt (1+1) (4.7) và dung dịch axit clohydric (1+1) (4.4) điều chỉnh pH khoảng từ 4 đến 5 (thử bằng giấy đo pH), thêm nước đến khoảng 50 mL, thêm tiếp 5 mL dung dịch natri axetat 50 % (4.8), đun sôi nhẹ dung dịch trong bình từ 2 min đến 3 min. Thêm tiếp vào bình 15 mL nitroso - R 0,1 % (4.9), đun sôi 1 min đến 2 min. Sau đó thêm vào bình 5 mL dung dịch axit nitric (1+1) (4.5) và đun sôi nhẹ 1 min. Để nguội dung dịch, thêm nước đến vạch định mức, lắc đều.

Đo độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu ở bước sóng λ từ 500 nm đến 520 nm. Dung dịch so sánh là dung dịch mẫu trắng (lấy từ thí nghiệm trắng).

Từ lượng coban 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 0,0001 g.

5.2 Máy cất nước.

5.3 Tủ hút hơi độc.

5.4 Tủ sấy, nhiệt độ làm việc tối đa $300\text{ }^\circ\text{C} \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ.

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

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 Pipet, dung tích 5 mL, 10 mL, 50 mL.

5.8 Cốc thủy tinh chịu nhiệt, dung tích 250 mL.

5.9 Bình định mức, dung tích 100 mL, 500 mL, 1000 mL.

5.10 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 coban oxit.

7 Phương pháp thử

7.1 Nguyên tắc

Trong môi trường axit nitric ion Co^{2+} tạo với thuốc thử nitroso-R một phức chất màu đỏ, cường độ màu tỷ lệ với nồng độ coban có trong dung dịch. Đo độ hấp thụ quang của dung dịch phức màu đỏ ở bước sóng λ từ 500 nm đến 520 nm.

7.2 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, dùng dung dịch amoni hydroxyt (1+1) (4.7) và dung dịch axit clohydric (1+1) (4.4) điều chỉnh pH khoảng từ 4 đến 5 (thử bằng giấy đo pH), thêm nước đến khoảng 50 mL, thêm tiếp 5 mL dung dịch natri axetat 50 % (4.8), đun sôi nhẹ dung dịch trong bình từ 2 min đến 3 min. Thêm tiếp vào bình 15 mL nitroso - R 0,1 % (4.9), đun sôi từ 1 min đến 2 min. Sau đó thêm vào bình 5 mL dung dịch axit nitric (1+1) (4.5) và đun sôi nhẹ 1 min. Để nguội dung dịch, thêm nước đến vạch định mức, lắc đều.

Đo độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu ở bước sóng λ từ 500 nm đến 520 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 coban oxit có trong bình.

7.3 Tính kết quả

Hàm lượng coban oxit (CoO), tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

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

trong đó:

m_1 : Lượng coban oxit tìm được trên đường chuẩn, tính bằng gam (g);

TCVN 9181:2012

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.
-