

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9182:2012

Xuất bản lần 1

**THỦY TINH MÀU – PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH HÓA HỌC
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NIKEN OXIT**

Colour glass – Test method for determination of nickel 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 niken oxit (NiO) bằng phương pháp đo màu trong môi trường nước (khi tạp chất $\leq 0,2\%$)	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 niken oxit (NiO) bằng phương pháp chiết, đo màu (khi tạp chất $>0,2\%$)	9
7.2.1 Nguyên tắc.....	9
7.2.2 Cách tiến hành.....	9
7.2.3 Tính kết quả.....	9
8 Báo cáo thử nghiệm.....	10

Lời nói đầu

TCVN 9182:2012 được chuyển đổi từ TCXD 141:1985 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 9182:2012 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 phân tích hóa học xác định hàm lượng niken oxit

Colour glass – Test method for determination of nickel oxide

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hoá học xác định hàm lượng niken oxit trong thủy tinh màu và cát để sản xuất thủy tinh.

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 (H₂SO₄) đậm đặc, $d = 1,84$.

4.3 Axit clohydric (HCl), dung dịch khoảng 0,5 N.

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

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

4.5 Amoni hydroxyt (NH_4OH) đậm đặc, $d = 0,88$.

4.6 Amoni hydroxyt (NH_4OH), pha loãng (1+1).

4.7 EDTA ($Na_2H_2C_{10}H_{12}O_8N_2 \cdot 2H_2O$), dung dịch 5 %.

4.8 Natri kali tactrat (hoặc natri tactrat) ($KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$), dung dịch 20 %.

4.9 Natri hydroxyt ($NaOH$), dung dịch 5 %.

4.10 Natri thiosunfat ($Na_2S_2O_3$), dung dịch 10 %.

4.11 Amoni pesunfat ($(NH_4)_2S_2O_8$), dung dịch 5%.

4.12 Dimetyl glyoxin ($C_4H_8N_2O_2$), dung dịch 1 %, pha trong dung dịch natri hydroxyt 5 %.

4.13 Dimetyl glyoxin ($C_4H_8N_2O_2$), dung dịch 1 %, pha trong dung môi etanol.

4.14 Clorofom ($CHCl_3$), $d = 1,74$ đến $1,84$.

4.15 Amoni hydroxyt (NH_4OH), pha loãng (1+50).

4.16 Dung dịch tiêu chuẩn gốc niken (NiO) 0,2 mg/mL:

Cân 0,4280 gam niken sunfat đã nung từ $400^\circ C$ đến $450^\circ C$ vào cốc thủy tinh dung tích 250 mL, thêm vào cốc 15 mL axit clohydric đậm đặc (4.1), 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 niken oxit (NiO) 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:

Cách 1:

Lấy 11 bình định mức dung tích 100 mL, lần lượt cho vào mỗi bình một thể tích dung dịch tiêu chuẩn niken oxit làm việc ($C_{NiO} = 0,01$ 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 kali natri tactrat 20 % (4.8), dùng dung dịch natri hydroxyt 5 % (4.9) trung hoà hết axit (theo giấy đo pH) và cho dư thêm 10 mL nữa. Thêm tiếp vào bình 10 mL amoni pesunfat 5 % (4.11), 15 mL dung dịch thuốc thử dimetyl glyoxin 1 % (4.12), 10 mL natri hydroxyt 5 % (4.9). Sau mỗi lần thêm thuốc thử phải lắc đều dung dịch. Sau 30 min thêm vào bình 3 mL dung dịch EDTA 5 % (4.7), dùng dung dịch natri hydroxyt 5 % (4.9) định mức, lắc đều.

Đo độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu ở bước sóng $\lambda = 440$ nm. Dung dịch so sánh là dung dịch mẫu trắng (lấy từ thí nghiệm trắng).

Từ lượng niken 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 niken oxit làm việc ($C_{NiO} = 0,01 \text{ mg/mL}$) 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 từ 7 mL đến 8 mL dung dịch kali natri tetrat 20 % (4.8) nhỏ giọt dung dịch amoni hydroxyt (1+1) (4.6) vào cốc để pH đạt từ 8,5 đến 9,0, thêm tiếp 5 mL dung dịch dimetyl glyoxin 1 % (pha trong dung môi etanol) (4.13). Chuyển dung dịch vào phễu chiết, thêm vào phễu 10 mL dung môi clorofom lắc mạnh từ 1 min đến 2 min, để yên cho dung dịch phân lớp. Tách lớp clorofom vào một phễu chiết khác, tiến hành lặp lại hai lần chiết nữa, mỗi lần bằng 5 mL dung môi clorofom. Gộp chung các phần chiết vào một phễu chiết khác.

Rửa phần dung môi trong phễu chiết hai lần, mỗi lần bằng 25 mL dung dịch amoni hydroxyt (1+50) (4.15).

Giải chiết niken khỏi dung môi hữu cơ bằng cách lắc mạnh phần dung môi hữu cơ với 10 mL dung dịch axit clohydric 0,5 N (4.3) từ 1 min đến 2 min để dung dịch phân lớp, tách phần dung dịch nước vào bình định mức 100 mL. Tiến hành giải chiết 2 lần nữa mỗi lần bằng 10 mL dung dịch axit clohydric 0,5 N, gộp chung phần dung dịch giải chiết vào bình định mức dung tích 100 mL.

Tiến hành tạo phức màu giữa niken với dimetyl glyoxin trong môi trường kiềm có mặt chất oxy hoá và đo độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu như cách 1 (4.16).

Từ lượng niken 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 Lò nung, đạt nhiệt độ $950 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50 \text{ }^{\circ}\text{C}$ có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ.
- 5.3 Tủ sấy, đạt nhiệt độ $300 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ
- 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, 250 mL.
- 5.8 Bình định mức, dung tích 100 mL, 1000 mL.
- 5.9 Pipet, dung tích 5 mL, 10 mL, 50 mL.
- 5.10 Giấy đo pH.

6 Chuẩn bị và phân giải mẫu thử

TCVN 9182:2011

Mẫu thử được chuẩn bị và phân giải theo TCXD 137-1985 (*), thu được dung dịch A dùng để xác định hàm lượng niken cxit.

7 Phương pháp thử

7.1 Xác định hàm lượng niken oxit (NiO) bằng phương pháp đo màu trong môi trường nước (khi tạp chất $\leq 0,2\%$)

7.1.1 Nguyên tắc

Trong môi trường kiềm có mặt chất oxy hoá Ni^{2+} tạo với thuốc thử dimetyl glyoxin một phức chất màu đỏ, cường độ màu tỷ lệ với nồng độ niken có trong dung dịch. Đo mật độ quang của dung dịch phức màu đỏ ở bước sóng $\lambda = 440\text{ nm}$.

7.1.2 Cách tiến hành

7.1.2.1 Khi mẫu phân tích có hàm lượng $CuO \leq 0,2\%$

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 kali natri tetrat 20 % (4.6) và dung dịch natri hydroxyt 5 % (4.7) trung hoà hết axit (thử bằng giấy đo pH) cho dư 10 mL nữa. Thêm tiếp vào bình 10 mL amoni pesunfat 5 % (4.8), 15 mL dung dịch thuốc thử dimetyl glyoxin 1 % (4.9) vào 10mL natri hydroxyt 5 % (4.7). Sau mỗi lần thêm thuốc thử phải lắc đều dung dịch. Sau 30 min thêm vào bình 3 mL dung dịch EDTA 5 % (4.5), dùng dung dịch natri hydroxyt 5 % (4.9) định mức, lắc đều.

Đo độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu ở bước sóng $\lambda = 440\text{ nm}$. 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 niken oxit có trong bình.

7.1.2.2 Khi mẫu phân tích có hàm lượng $CuO > 0,2\%$

Lấy một phần dung dịch A (Điều 6) (thể tích lớn gấp 4 lần so với thể tích cần lấy trong trường hợp mẫu có hàm lượng $CuO \leq 0,2\%$ (7.1.2.1)) vào cốc thủy tinh dung tích 100 mL, thêm 2 mL dung dịch axit sunfuric(1+1) (4.4), thêm nước đến khoảng 40 mL, thêm tiếp 50 mL dung dịch natri thiosunfat 10 % (4.10) khuấy đều, đun nóng dung dịch đến khoảng $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong thời gian 3 min để kết tủa hoàn toàn đồng sunfat. Để nguội, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 100 mL, thêm nước đến vạch định mức, lắc đều. Lọc dung dịch qua giấy lọc khô, phễu khô vào bình nón khô.

Lấy 25 mL dung dịch trong bình nón cho vào bình định mức dung tích 100 mL, tiến hành lên màu và đo độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu như mục 7.1.2.1.

Từ giá trị độ hấp thụ quang đo được, dựa vào đồ thị chuẩn tìm được hàm lượng niken oxit có trong bình.

7.1.3 Tính kết quả

Hàm lượng niken oxit (NiO), tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$\%NiO = \frac{m_1}{m_2} \times 100$$

trong đó:

m_1 : Lượng niken 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 niken oxit (NiO) bằng phương pháp chiết, đo màu (khi tạp chất >0,2 %)

7.2.1 Nguyên tắc

Trong môi trường kiềm amoniac có mặt dung môi hữu cơ Ni^{2+} được chiết khỏi các ion cản trở, rửa sản phẩm chiết bằng amoni hydroxyt loãng để loại đồng, giải chiết bằng dung dịch axit clohydric. Trong môi trường kiềm có mặt chất oxy hoá Ni^{2+} tạo với thuốc thử dimetyl glyoxin một phức chất màu đỏ. Đo mật độ quang của dung dịch phức màu đỏ ở bước sóng $\lambda = 440 \text{ nm}$.

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 8 mL dung dịch kali natri tactrat 20 % (4.8), nhỏ giọt dung dịch amoni hydroxyt (1+1) (4.6) vào cốc để pH đạt từ 8,5 đến 9,0 (thử bằng giấy đo pH), thêm tiếp 5 mL dung dịch dimetyl glyoxin 1 % (pha trong dung môi etanol) (4.13). Chuyển dung dịch vào phễu chiết, thêm vào phễu 10 mL dung môi clorofom lắc mạnh từ 1 min đến 2 min, để yên cho dung dịch phân lớp. Tách lớp clorofom vào một phễu chiết khác, tiến hành lặp lại hai lần chiết nữa, mỗi lần bằng 5 mL dung môi clorofom, gộp chung các phần chiết vào một phễu chiết khác.

Rửa phần dung môi trong phễu chiết hai lần, mỗi lần bằng 25 mL dung dịch amoni hydroxyt (1+50) (4.15).

Giải chiết niken khỏi dung môi hữu cơ bằng cách lắc mạnh phần dung môi hữu cơ với 10 mL dung dịch axit clohydric 0,5 N (4.3) từ 1 min đến 2 min để dung dịch phân lớp, tách phần dung dịch nước vào bình định mức dung tích 100 mL, tiến hành giải chiết 2 lần nữa mỗi lần bằng 10 mL dung dịch axit clohydric 0,5 N, gộp chung phần dung dịch giải chiết vào bình định mức dung tích 100 mL.

Tiến hành tạo phức màu giữa niken với dimetyl glyoxin trong môi trường kiềm có mặt chất oxy hoá và đo độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu như mục 7.1.2.1.

Từ giá trị độ hấp thụ quang đo được, dựa vào đồ thị chuẩn tìm được hàm lượng niken oxit có trong bình.

7.2.3 Tính kết quả

Theo mục 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.
-