

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9184:2012

Xuất bản lần 1

**CÁT ĐỂ SẢN XUẤT THỦY TINH - PHƯƠNG PHÁP
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SẮT OXIT**

Sand for glass manufacture - Test method for determination of ferric 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
6.1 Chuẩn bị mẫu thử.....	7
6.2 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 9184:2012 được chuyển đổi từ TCXD 154:1985 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 quy định chi tiết ban hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

TCVN 9184:2012 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.

Cát để sản xuất thủy tinh - Phương pháp xác định hàm lượng sắt oxit

Sand for glass manufacture - Test method for determination of ferric oxide

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hóa học để xác định hàm lượng sắt (III) dioxit trong 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.*

3 Quy định chung

Theo TCXD 136:1985.

4 Hóa chất, thuốc thử

4.1 Kali pyrosunphat ($K_2S_2O_7$), tinh thể.

4.2 Sắt (III) oxit (Fe_2O_3) hoặc muối sắt (Fe^{3+}).

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

4.4 Axit flohydric (HF), dung dịch 40 %.

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

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

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

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

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

4.9 Axit sunfosalicilic ($C_6H_4(OH)SO_2H$), dung dịch 20 %.

4.10 Amoni clorua (NH_4Cl), dung dịch 5 %.

4.11 Dung dịch Fe^{3+} tiêu chuẩn ($Fe_2O_3 = 0,1 \text{ mg/mL}$).

Cân 0,1005 gam sắt (III) oxit đã sấy khô (hoặc lượng cân tương ứng của một muối sắt) vào cốc thủy tinh dung tích 250 mL, thêm vào cốc 10 mL đến 15 mL axit clohydric (4.5) đậm đặc và đun sôi dung dịch đến tan trong. Để nguội và chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1000 mL, thêm nước đến vạch mức lắc đều.

* Dung dịch tiêu chuẩn làm việc sắt (III) oxit ($C_{Fe_2O_3} = 0,01 \text{ mg/mL}$): Lấy 100 mL dung dịch Fe^{3+} tiêu chuẩn vào bình định mức 1000 mL, định mức dung dịch bằng nước, lắc đều.

* Xây dựng đồ thị chuẩn:

Lấy 10 bình định mức, dung tích 100 mL, lần lượt cho chính xác vào mỗi bình một thể tích dung dịch tiêu chuẩn làm việc sắt (III) oxit ($C_{Fe_2O_3} = 0,01 \text{ mg/mL}$) theo thứ tự sau: 0 mL, 1 mL, 2 mL, 3 mL, 5 mL, 7 mL, 9 mL, 12 mL, 14 mL, 15 mL, tương ứng với 0 mg; 0,01 mg; 0,02 mg; 0,03 mg; 0,05 mg; 0,07 mg; 0,09 mg; 0,12 mg; 0,14 mg; 0,15 mg, sắt (III) oxit. Thêm vào mỗi bình 10 mL dung dịch amoni clorua (4.10), 10 mL dung dịch axit sunfosalicilic (4.9), và thêm nước đến thể tích khoảng 50mL, thêm từ từ từng giọt dung dịch amoni hydroxit 25 %, vừa thêm vừa lắc nhẹ bình cho đến khi dung dịch có màu vàng bền, thêm tiếp 1 mL đến 2 mL amoni hydroxit (4.6) nữa, định mức, lắc đều .

Tiến hành đo độ hấp thụ quang của dung dịch ở bước sóng λ từ 420 nm đến 430 nm. Dung dịch so sánh là mẫu trắng (lấy từ thí nghiệm trắng).

Từ lượng Fe_2O_3 có trong mỗi bình và giá trị độ hấp thụ quang tương ứng xây dựng đồ thị đường 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 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.

5.3 Tủ sấy, có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ đến $300 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$.

5.4 Lò nung, có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ đến $950 \text{ }^\circ\text{C} \pm 50 \text{ }^\circ\text{C}$.

5.5 Máy cất nước.

5.6 Tủ hút hơi độc.

5.7 Chén bạch kim, dung tích 30 mL hoặc 50 mL.

5.8 Chày, cối, bằng đồng hoặc bằng thép.

5.9 Chày, cối mã não.

5.10 Sàng các loại, có kích thước lỗ: 150 μm ; 250 μm .

5.11 Bình hút ẩm, chứa hạt sili cagel.

6 Chuẩn bị và phân giải mẫu thử

6.1 Chuẩn bị mẫu thử

Theo TCXD 136 :1985 (*)

6.2 Phân giải mẫu thử

Cân khoảng 5 g mẫu (Điều 6) chính xác đến 0,000 1 g vào chén bạch kim. Nung chén có mẫu ở nhiệt độ 700 °C đến 800 °C trong khoảng 15 min đến 20 min rồi để nguội. Tẩm ướt mẫu trong chén bằng vài giọt nước, thêm vào chén 1 mL đến 2 mL axit sunfuric (1 + 1) (4.7) và khoảng 8 mL đến 10 mL axit flohydric (4.4). Lắc nhẹ chén để trộn đều hỗn hợp. Đặt chén lên bếp điện làm bay hơi dung dịch đến khô. Để nguội chén, thêm tiếp vào chén 8 mL đến 10 mL axit flohydric (4.4) nữa và tiếp tục đun nóng đến khi phân hủy hoàn toàn lượng mẫu. Đối với những mẫu cát khó tan, cần xử lý thêm bằng axit flohydric (4.4) một lần nữa. Tráng thành chén bằng một lượng nhỏ nước. Tiếp tục cho bay hơi dung dịch đến kiệt (không còn khói trắng bốc ra). Để nguội chén, thêm vào khoảng 1 g đến 3 g kali pyrosunfat (4.1). Nung hỗn hợp ở nhiệt độ 750 °C đến 800 °C trong khoảng 10 min, đến tan trong.

Để nguội, hòa tan khối nung chảy bằng hỗn hợp gồm 80 mL nước và 20 mL axit sunfuric (1 + 1) (4.7) vào cốc thủy tinh, dung tích 250 mL. Tráng rửa sạch chén bạch kim bằng nước nóng, đun sôi dung dịch đến tan trong. để nguội, chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức dung tích 250 mL, thêm nước đến vạch, lắc đều. Dung dịch này dùng để xác định sắt, nhôm, titan trong mẫu thử (dung dịch A).

7 Phương pháp thử

7.1 Nguyên tắc

Phân giải mẫu thử bằng axit flohydric, tạo phức màu vàng giữa sắt (III) và axit sunfosalicilic ở pH = 8 đến 11, xác định hàm lượng sắt bằng phương pháp đo màu ở bước sóng λ từ 420 nm đến 430 nm.

7.2 Cách tiến hành

Tùy theo hàm lượng Fe_2O_3 có trong mẫu, lấy một phần dung dịch A (Điều 6) được quy định tại Bảng 1.

Bảng 1 - Hàm lượng sắt oxit trong mẫu (%)

Hàm lượng Fe ₂ O ₃ %	Lượng mẫu lấy để xác định Fe ₂ O ₃	
	Thể tích dung dịch mL	Lượng mẫu tương ứng g
Nhỏ hơn 0,05	50	1,0
Từ 0,05 đến 0,10	25	0,5
Từ 0,10 đến 0,50	10	0,2

Cho vào bình định mức dung tích 100 mL, thêm 10 mL dung dịch amoni clorua (4.10), 10 mL dung dịch axit sunfosalicilic (4.9), thêm nước đến thể tích khoảng 50mL, thêm từ từ từng giọt dung dịch amoni hydroxit (4.6), vừa thêm vừa lắc nhẹ bình đến khi xuất hiện màu vàng bền, thêm dư 1 mL đến 2 mL amoni hydroxit (4.6) nữa, thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

Tiến hành đo độ hấp thụ quang của dung dịch ở bước sóng λ từ 420 nm đến 430 nm. Dung dịch so sánh là mẫu trắng (lấy từ thí nghiệm trắng). Từ giá trị độ hấp thụ quang thu được, dựa vào đồ thị đường chuẩn (4.11) để xác định hàm lượng Fe₂O₃ có trong mẫu.

7.3 Tính kết quả

Hàm lượng sắt oxit (Fe₂O₃), tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$\%Fe_2O_3 = \frac{m_1}{m_2} \times 100$$

Trong đó:

m_1 : Lượng sắt oxit tìm được theo 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 thí nghiệm tiến hành song song được quy định tại Bảng 2:

Bảng 2 - Chênh lệch cho phép giữa hai thí nghiệm tiến hành song song

Hàm lượng Fe ₂ O ₃ %	Chênh lệch cho phép không lớn hơn %
Nhỏ hơn 0,05	0,005
Từ 0,05 đến 0,1	0,010
Từ 0,1 đến 0,5	0,030

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo kết quả 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.
-