

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9186:2012

Xuất bản lần 1

**CÁT ĐỂ SẢN XUẤT THỦY TINH - PHƯƠNG PHÁP
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TITAN DIOXIT**

Sand for glass manufacture - 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 mẫu thử.....	6
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.....	7

Lời nói đầu

TCVN 9186:2012 được chuyển đổi từ TCXD 156:1985 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 9186:2012 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 titan dioxit

Sand for glass manufacture - Test method for determination of titanium dioxide

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hóa học để xác định hàm lượng titan 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.*

TCXD 154:1985 *Cát sử dụng trong công nghiệp sản xuất thủy tinh - Phương pháp xác định hàm lượng sắt oxit.*

3 Quy định chung

Theo TCXD 136:1985.

4 Hóa chất, thuốc thử

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

4.2 Titan dioxit (TiO_2), đã nung ở 1000 °C đến khối lượng không đổi.

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

4.3 Axit photphoric (H_3PO_4), đậm đặc, $d = 1,7$).

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

4.5 Hydro peroxit (H_2O_2), dung dịch 30 %.

4.6 Hydro peroxit (H_2O_2), pha loãng (1 + 1).

4.7 Hydro peroxit (H_2O_2), pha loãng (1 + 9).

4.8 Hydro peroxit (H_2O_2), pha loãng (3 + 100).

4.9 Axit sunfuric (H_2SO_4), pha loãng (3 + 100).

4.10 Dung dịch tiêu chuẩn titan dioxit ($C_{TiO_2} = 1 \text{ mg/mL}$).

Nung chảy 0,5000 g titan dioxit với 6 gam đến 7gam kali pyrosunfat (4.1) trong chén bạch kim ở 800 °C đến 850 °C đến tan trong. Hoà tan khối nung chảy bằng dung dịch axit sunfuric (3 + 100) (4.9) chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức dung tích 500 mL, thêm axit sunfuric (3 + 100) (4.9) đến vạch mức, lắc đều.

* Dung dịch tiêu chuẩn làm việc Ti^{4+} ($C_{TiO_2} = 0,1 \text{ mg/mL}$).

Lấy chính xác 100 mL dung dịch tiêu chuẩn titan dioxit ($C_{TiO_2} = 1 \text{ mg/mL}$) vào bình định mức dung tích 1000 mL, thêm dung dịch axit sunfuric (3 + 100) (4.9) định mức đến vạch mức, lắc đều.

* Xây dựng đồ thị chuẩn

Lấy 9 bình định mức, dung tích 100 mL, lần lượt cho chính xác vào mỗi bình một thể tích dung dịch tiêu chuẩn làm việc Ti^{4+} ($TiO_2 = 0,1 \text{ mg/mL}$) theo thứ tự sau: 0 mL; 1 mL; 2 mL; 3 mL; 5 mL; 7 mL; 8 mL; 9 mL; 10 mL. Tương ứng với 0 mg; 0,1 mg; 0,2 mg; 0,3 mg; 0,5 mg; 0,7 mg; 0,8 mg; 0,9 mg; 1,0 mg titan dioxit. Pha loãng dung dịch đến khoảng 50 mL bằng dung dịch axit sunfuric (3 + 100) (4.9). Thêm tiếp 3 mL dung dịch hydro peroxit (1 + 9) (4.7) và 2 giọt đến 3 giọt axit photphoric đậm đặc (4.3), dùng dung dịch axit sunfuric (3 + 100) (4.9) để định mức, lắc đều.

Tiến hành đo độ hấp thụ quang của dung dịch ở bước sóng λ từ 400 nm đến 420 nm.

Từ giá trị độ hấp thụ quang và hàm lượng TiO_2 thu được, dựa vào đồ thị chuẩn để xác định hàm lượng TiO_2 có trong mẫu.

5 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm và:

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

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 Cốc thủy tinh, dung tích 250 mL, 500 mL, 1000mL.

5.4 Máy cất nước.

5.5 Tủ hút hơi độc.

5.6 Pipet, dung tích 10 mL, 20 mL, 25 mL, 50 mL, 100 mL.

5.7 Bình định mức, dung tích 100 mL, 250 mL, 500 mL, 1000 mL.

6 Chuẩn bị và phân giải mẫu thử

Mẫu thử được chuẩn bị và phân giải theo Điều 6 của tiêu chuẩn TCXD 154:1985(*), thu được dung dịch A dùng để xác định hàm lượng titan dioxit.

7 Phương pháp thử**7.1 Nguyên tắc**

Tạo hợp chất màu vàng giữa hydro peroxit và titan (IV) trong môi trường axit sunfuric loãng. Xác định hàm lượng titan dioxit bằng phương pháp đo màu ở bước sóng λ từ 400 nm đến 420 nm.

7.2 Cách tiến hành

Tùy theo hàm lượng TiO_2 có trong mẫu, lấy từ 10 mL đến 50 mL dung dịch A (Điều 6) vào bình dung tích 100 mL, thêm vào bình 3 mL dung dịch hydro peroxit (3 + 100) (4.8) và 2 giọt đến 3 giọt axit photphoric đậm đặc (4.3), dùng dung dịch axit sunfuric pha loãng (3 + 100) (4.9) định mức, lắc đều.

Tiến hành đo độ hấp thụ quang của dung dịch ở bước sóng λ từ 400 nm đến 420 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 chuẩn (4.10) để xác định hàm lượng TiO_2 có trong mẫu.

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 theo đường chuẩn, tính bằng gam (g);

m_2 : Lượng cân mẫu thử lấy để xác định titan dioxit, tính bằng gam (g);

Chênh lệch giữa hai thí nghiệm tiến hành song song, không lớn hơn 0,02 %;

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;

TCVN 9186:2012

- 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.
-