

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9172 : 2012

THỦY TINH KHÔNG MÀU - PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SILIC DIOXIT

Colorless glass - Test method for determination of silicon dioxide

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hóa học hàm lượng silic dioxit trong thủy tinh thông dụng không 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 - Quy định chung.

3. Quy định chung

Theo TCXD 136:1985.

4. Hóa chất, thuốc thử

4.1. Natri cacbonat (Na_2CO_3), khan.

4.2. Kali cacbonat (K_2CO_3), khan

4.3. Hỗn hợp nung chảy: trộn đều Na_2CO_3 (4.1) với K_2CO_3 (4.2) theo tỷ lệ khối lượng 1 : 1, bảo quản trong bình nhựa kín.

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

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

4.6. Axit flohydric (HF) đậm đặc, $d = 1,12$.

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

4.8. Rượu metanol (CH_3OH), $d = 0,792$ hoặc etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), $d = 0,789$.

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. Chén bạch kim, dung tích 30 ml hoặc 50 ml.

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

5.8. Bát sứ đáy bằng, dung tích khoảng 300 ml đến 400 ml

5.9. Giấy lọc định lượng không tro chảy trung bình (đường kính lỗ trung bình khoảng $7\text{ }\mu\text{m}$).

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

5.10. Giấy pH.

6. Chuẩn bị mẫu thử

Theo TCXD 136:1985.

7. Phương pháp thử

7.1. Nguyên tắc

Phân giải mẫu bằng hỗn hợp nung chảy (4.3), hòa tan khối nung chảy bằng axit clohydric loãng, cô cạn dung dịch (hai lần) để khử nước của axit silixic. Nung kết tủa silic dioxit ở $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ và xử lý bằng axit flohydric để tách silic ở dạng silic tetraflorua.

7.2. Cách tiến hành

Cân khoảng 0,5 g mẫu (Điều 6) trên cân phân tích vào chén bạch kim đã có sẵn khoảng từ 5 g đến 7 g hỗn hợp chất nung chảy (4.3), trộn đều hỗn hợp, phủ lên trên mẫu một lớp mỏng hỗn hợp chất nung chảy.

Nung mẫu ở nhiệt độ $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 30 min. Lấy chén ra để nguội, chuyển toàn bộ khối nung chảy vào bát sứ, dùng nước đun sôi và dung dịch axit clohydric (1 + 1) (4.5) rửa sạch chén bạch kim. Đặt bát sứ bằng mặt kính đồng hồ, thêm từ từ 30 ml axit clohydric đậm đặc ($d = 1,19$) (4.4). Sau khi mẫu tan hết dùng nước đun sôi tia rửa thành bát sứ và mặt kính đồng hồ, dùng đĩa thủy tinh khuấy đều dung dịch.

Đặt bát sứ lên bếp cách thủy hoặc cách cát (ở nhiệt độ từ $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $110\text{ }^{\circ}\text{C}$) cô đến còn khoảng 20 ml, thêm vào bát 10 ml rượu metanol (4.8), khuấy đều, sau khi rượu bay hơi hết thêm tiếp 10 ml rượu metanol, tiếp tục cho bay hơi đến khô, dùng đĩa thủy tinh dầm nhỏ các cục muối trong bát. Sau khi mẫu khô kiệt (hết giọt nước đọng ở dưới mặt kính đồng hồ), tiếp tục để bát sứ thêm 1 h nữa.

Lấy bát khỏi bếp, để nguội, thêm vào bát 15 ml axit clohydric đậm đặc (4.4), để yên 10 min cho ngấu. Thêm vào bát 10 ml nước sôi, khuấy đều và đun âm cho tan hết muối.

Lọc dung dịch còn nóng qua giấy lọc không tro chảy trung bình. Dùng nước đun sôi rửa kết tủa và giấy lọc đến hết ion trong nước rửa (hoặc chạm nhẹ một mẫu giấy đo pH vào giấy lọc thấy không còn axit). Thu nước lọc và nước rửa vào bát sứ (đã dùng để kết tủa silic lần đầu). Đặt bát lên bếp cách thủy cô dung dịch đến khô kiệt và tiếp tục cô thêm 1 h nữa. Lấy bát ra để nguội, thêm vào bát 10 ml axit clohydric đậm đặc (4.4), để yên 10 min, thêm vào bát 80 ml nước sôi, khuấy đều dung dịch cho tan muối. Lọc dung qua giấy lọc không tro chảy trung bình. Dùng một mảnh nhỏ giấy lọc không tro lau sạch mặt kính đồng hồ, bát sứ và đĩa thủy tinh rồi cho vào phễu lọc. Dùng nước đun sôi rửa kết tủa và giấy lọc đến khi hết ion clo trong nước rửa (hoặc thử bằng giấy đo pH như trên). Nước lọc và nước rửa được giữ lại để xác định hàm lượng sunfua trioxit (dung dịch I).

Gộp cả hai lượng kết tủa silic (sau hai lần cô cạn dung dịch) cùng giấy lau vào chén bạch kim, sấy và đốt giấy lọc trên bếp điện. Nung chén ở nhiệt độ $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 1,5 h. Lấy chén ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng. Nung lại ở nhiệt độ trên đến khối lượng không đổi. Ghi khối lượng chén và kết tủa thu được (m_1).

Tẩm ướt kết tủa trong chén bằng vài giọt nước, thêm vào 1 ml dung dịch axit sunfuric (1 + 1) (4.7) và từ 8 ml đến 10 ml dung dịch axit flohydric đậm đặc (4.6). Làm bay hơi trên bếp điện đến ngừng bốc khói trắng. Nung chén bạch kim và cạn ở nhiệt độ $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 30 min. Lấy chén ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng. Nung lại ở nhiệt độ trên đến khối lượng không đổi. Ghi khối lượng chén và cạn thu được (m_2).

7.3. Tính kết quả

Hàm lượng silic dioxit (SiO_2), tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100$$

trong đó:

m_1 : Khối lượng chén bạch kim và kết tủa trước khi xử lý bằng axit flohydric, tính bằng gam (g);

m_2 : Khối lượng chén bạch kim và kết tủa sau khi xử lý bằng axit flohydric, tính bằng gam (g);

m : Khối lượng mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam (g).

Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,60 %.

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.

MỤC LỤC

Lời nói đầu

1 Phạm vi áp dụng

2 Tài liệu viện dẫn

3 Quy định chung

4 Hóa chất, thuốc thử

5 Thiết bị, dụng cụ

6 Chuẩn bị mẫu thử

7 Phương pháp thử

7.1 Nguyên tắc

7.2 Cách tiến hành

7.3 Tính kết quả

8 Báo cáo thử nghiệm