

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9173 : 2012

THỦY TINH KHÔNG MÀU - PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SUNFUA TRIOXIT

Colorless glass - Test method for determination of sulfur trioxide

Lời nói đầu

TCVN 9173:2012 được chuyển đổi từ TCXD 130:1985 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 9173:2012 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 KHÔNG MÀU - PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SUNFUA TRIOXIT

Colorless glass - Test method for determination of sulfur trioxide

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hóa học xác định hàm lượng sunfua trioxit 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 129:1985 Thủy tinh - Phương pháp phân tích hóa học xác định hàm lượng silic dioxit.

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

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

4.3. Amoni hydroxit (NH₄OH) đậm đặc, $d = 0,88 - 0,91$ (25 %).

4.4. Amoni clorua (NH₄Cl) tinh thể.

4.5. Bari clorua (BaCl₂), dung dịch 10 %.

4.6. Chỉ thị metyl đỏ, dung dịch 0,1 % pha trong cồn: Hòa tan 0,1 g thuốc thử trong 100 ml cồn 90 %.

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 °C ± 50 °C, có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ.

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

5.3. Máy cất nước.

5.4. Tủ hút hơi độc.

5.5. Bếp điện, bếp cách cát, kiểm soát được ở 400 °C.

5.6. Chén sứ dung tích 30 ml.

5.7. Giấy lọc: Giấy lọc định lượng không tro chảy chậm (đường kính lỗ trung bình khoảng 2 µm).

Giấy lọc định tính chảy nhanh (đường kính lỗ trung bình khoảng 20 µm).

5.8. Giấy pH.

6. Chuẩn bị và phân giải mẫu thử

6.1. Chuẩn bị mẫu thử

Theo TCXD 136:1985.

6.2. Phân giải mẫu thử

Phân giải mẫu thử và tách loại silic được thực hiện theo TCXD 129:1985, thu được dung dịch I dùng để xác định hàm lượng sunfua trioxit.

7. Phương pháp thử

7.1. Nguyên tắc

Kết tủa sunfua trioxit bằng bari clorua trong môi trường axit clohydric. Nung kết tủa tạo thành ở 850 °C, dạng cân là bari sunfat.

7.2. Cách tiến hành

Cho dung dịch mẫu đã tách silic (dung dịch I) (Điều 6) vào cốc thủy tinh, cô trên bếp đến thể tích còn khoảng 100 ml. Thêm vào dung dịch 2 g amoni clorua (4.4) và từ 1 giọt đến 2 giọt chỉ thị metyl đỏ 0,1 % (4.6). Vừa khuấy dung dịch vừa nhỏ từ từ amoni hydroxit 25 % (4.3) đến khi dung dịch chuyển từ đỏ sang màu vàng. Đun dung dịch khoảng từ 70 °C đến 80 °C để đông tụ kết tủa hydroxit.

Lọc dung dịch qua giấy lọc định tính chảy nhanh (5.7), rửa kết tủa từ 8 lần đến 10 lần bằng nước sôi. Thu nước lọc và nước rửa vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml. Cô dung dịch trên bếp điện đến thể tích còn khoảng 10 ml, dùng axit clohydric (1 + 1) (4.2) trung hòa đến chuyển màu chỉ thị sang màu đỏ, cho dư từ 2 ml đến 3 ml axit clohydric (1 + 1) nữa.

Đun sôi dung dịch mẫu, vừa khuấy vừa nhỏ từ từ 10 ml dung dịch bari clorua 10 % (4.5) đã đun đến gần sôi. Tiếp tục khuấy dung dịch từ 3 min đến 5 min nữa. Để cốc vào nơi có nhiệt độ khoảng từ 40 °C đến 50 °C trong khoảng 10 h.

Lọc kết tủa qua giấy lọc không tro chảy chậm, rửa kết tủa với nước sôi cho đến hết ion Cl⁻ (thử bằng giấy pH). Cho kết tủa và giấy lọc vào chén sứ đã nung đến khối lượng không đổi. Sấy và đốt cháy giấy lọc, nung ở nhiệt độ 850 °C trong 60 min.

Lấy ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng, cân, nung lại ở nhiệt độ trên đến khối lượng không đổi.

7.3. Tính kết quả

Hàm lượng sunfua trioxit (SO₃), tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$\%SO_3 = 0,343 \times \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100$$

trong đó:

m₁: Khối lượng chén có kết tủa, tính bằng gam (g);

m₂: Khối lượng chén không, tính bằng gam (g);

m: Khối lượng mẫu tương ứng với thể tích mẫu lấy đem phân tích, tính bằng gam (g).

0,343: Hệ số chuyển đổi từ BaSO₄ sang SO₃.

Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,15 %.

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 và phân giải mẫu thử

6.1 Chuẩn bị mẫu thử

6.2 Phân giải 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