

TCVN 1047: 2004

ISO 695: 1991

Xuất bản lần 2

**THỦY TINH — ĐỘ BỀN ĂN MÒN ĐỐI VỚI
HỖN HỢP DUNG DỊCH KIỀM SÔI —
PHƯƠNG PHÁP THỬ VÀ PHÂN CẤP**

*Glass - Resistance to attack by a boiling aqueous solution of mixed alkali -
Method of test and classification*

HÀ NỘI - 2004

Lời nói đầu

TCVN 1047: 2004 thay thế TCVN 1047: 88.

TCVN 1047: 2004 hoàn toàn tương đương ISO 695: 1991.

TCVN 1047: 2004 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC 48 *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ ban hành.

Thủy tinh – Độ bền ăn mòn đối với hỗn hợp dung dịch kiềm sôi— Phương pháp thử và phân cấp

*Glass - Resistance to attack by a boiling aqueous solution of mixed alkali -
Method of test and classification*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định

- a) phương pháp xác định độ bền ăn mòn của thủy tinh đối với hỗn hợp dung dịch kiềm sôi của natri cacbonat và natri hydroxit. Độ bền đo được tỷ lệ nghịch với sự hao hụt khối lượng trên một đơn vị diện tích bề mặt của thủy tinh.
- b) việc phân cấp thủy tinh theo độ bền kiềm được xác định theo phương pháp qui định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH 1 Phương pháp thử theo tiêu chuẩn này cũng có thể được áp dụng để xác định độ bền kiềm của gốm thủy tinh.

2 Tài liệu viện dẫn

ISO 683 - 13: 1986, Heat-treatable steels, alloy steels and free-cutting steels - Part 13: Wrought stainless steels (*Thép gia nhiệt, thép hợp kim và thép dễ bong phoi - Phần 13: Thép không gỉ đã rèn*).

TCVN 1046: 2004 (ISO 719: 1985), Thủy tinh - Độ bền nước của hạt thủy tinh ở 98 °C - Phương pháp thử và phân cấp.

TCVN 7431: 2004 (ISO 720: 1985), Thủy tinh - Độ bền nước của hạt thủy tinh ở 121°C - Phương pháp thử và phân cấp.

TCVN 4851 - 89 (ISO 3696:1987), Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

TCVN 7154: 2002 (ISO 3819: 1985), Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh - Cốc thí nghiệm có mỏ.

TCVN 7157: 2002 (ISO 4799:1978), Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh - Bộ ngưng tụ.

TCVN 1047: 2004

3 Nguyên tắc

3.1 Nhúng hai mẫu thử, mỗi mẫu có tổng diện tích bề mặt từ 10 cm² đến 15 cm² trong dung dịch kiềm sôi của hỗn hợp natri cacbonat, $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,5 \text{ mol/l}$ và natri hydroxit $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$ với thể tích tương đương trong 3 giờ. Tính toán sự hao hụt khối lượng trên một đơn vị diện tích bề mặt của thủy tinh.

4 Thuốc thử

Trong quá trình thử, trừ khi có qui định khác, chỉ sử dụng các thuốc thử có độ phân tích và nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương (nước loại 3 phù hợp với các yêu cầu trong TCVN 4851 - 89 (ISO 3696:1987)).

4.1 **Axeton**, CH_3COCH_3

4.2 **Axit clohydric**, dung dịch $c(\text{HCl}) \approx 1 \text{ mol/l}$

4.3 **Axit clohydric**, dung dịch $c(\text{HCl}) \approx 2 \text{ mol/l}$

4.4 **Axit flohydric**, $c(\text{HF}) \approx 22 \text{ mol/l}$ (có nghĩa là $\approx 400\text{g HF/l}$ dung dịch)

4.5 **Natri cacbonat**, dung dịch $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,5 \text{ mol/l} \pm 0,01 \text{ mol/l}$, được chuẩn bị mới cho từng phép thử.

4.6 **Natri hydroxit**, dung dịch $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l} \pm 0,02 \text{ mol/l}$, được chuẩn bị mới cho từng phép thử.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 **Bình thử**, làm bằng bạc tinh khiết, bạc hợp kim bền kiềm hoặc thép không gỉ loại 15¹⁾ phù hợp với các yêu cầu trong ISO 683 - 13. Bình thử, được mô tả như ở hình 1, có dạng hình trụ với đáy phẳng hoặc bán cầu và có nút đậy khít. Bình có cổ rộng và trên mặt phía trong có gắn bốn móc dùng để treo các mẫu thử. Một vòng đệm bằng vật liệu trơ trong những điều kiện thử nghiệm, được sử dụng để tạo thành vòng đệm kín giữa miệng và thân bình thử.

5.5 **Bình ngưng tụ**, kiểu Allihn hoặc Liebig, phù hợp với các yêu cầu trong TCVN 7157: 2002 (ISO 4799:1978) và được làm bằng thủy tinh có độ bền nước cấp HGA - TCVN 7431: 2004 (ISO 720: 1985)²⁾ được lắp với cổ bình qua nút làm bằng vật liệu trơ thích hợp và đã được đun sôi trước 60 phút trong nước.

5.3 **Cân**, độ chính xác đến $\pm 0,1 \text{ mg}$.

5.4 **Bình hút ẩm**, chứa chất làm khô thích hợp.

1) Các thành phần liên quan của thép loại 15 là 18% Cr, 10% Ni, tối đa 0,08% C và có bổ sung Ti.

2) Thủy tinh hạt có độ bền nước cấp HGB 1 - TCVN 1046: 2004 (ISO 719: 1985) tương ứng với các yêu cầu của cấp HGA 1 trong TCVN 7431: 2004 (ISO 720: 1985).

5.5 Dụng cụ đo, thích hợp để đo chiều dài và đường kính với độ chính xác $\pm 1\%$.

5.6 Tủ sấy, thích hợp để vận hành ở nhiệt độ $110\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.7 Cốc thí nghiệm có mỏ, dung tích 1 lit, phù hợp với các yêu cầu qui định trong TCVN 7154: 2002 (ISO 3819: 1985).

5.8 Dây bạc.

5.9 Kim, nếu cần thiết, có mũi được bọc bằng vật liệu thích hợp như nhựa, bạc, platin.

5.10 Bể gia nhiệt, có lắp bộ điều nhiệt và bộ điều chỉnh nhiệt độ, có khả năng làm nóng và duy trì nhiệt độ của chất lỏng của bể là glycerol ở trong khoảng giữa $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ và $112\text{ }^{\circ}\text{C}$. Bể gia nhiệt được trang bị một máy khuấy hoặc một máy bơm tuần hoàn chất lỏng và có nắp hoặc được trang bị các quả bóng nhựa để có thể phủ toàn bộ bề mặt chất lỏng của bể. Bể phải có dung tích thích hợp cho phép mỗi một bình thử có thể nhúng vào chất lỏng trong bể cho đến khi mực chất lỏng có trong bình thử đạt tới mức chất lỏng trong bể gia nhiệt và còn có một khoảng cách khoảng 60 mm vòng quanh thành bình thử. Những điều kiện như vậy cũng phải đạt được nếu đặt đồng thời một số bình thử vào trong bể. Bể gia nhiệt được trang bị một thiết bị đo nhiệt độ, ví dụ nhiệt kế hiện số, có thể đo được nhiệt độ chất lỏng của bể trong khoảng $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ và $112\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6 Chuẩn bị mẫu thử và số lượng mẫu thử

6.1 Mẫu thử từ thủy tinh “sản phẩm”

Cắt miếng mẫu thử hoặc các miếng mẫu thử (sau đây gọi là mẫu thử) từ thủy tinh theo các hình dạng để đo như hình vuông, hình chữ nhật hoặc từ các ống hình trụ không đáy.

Mỗi mẫu có tổng diện tích bề mặt (bề mặt cộng với các cạnh) trong khoảng giữa 10 cm^2 và 15 cm^2 . Loại bỏ tất cả các góc, cạnh sắc, “các sợi” hoặc những mảnh vụn bằng cách mài nhẵn các gờ hoặc gọt bỏ những góc thừa. Không dùng lửa để làm nhẵn bất kỳ phần nào của mẫu.

Điều này chỉ áp dụng với những mẫu có diện tích bề mặt mới cắt không lớn hơn 20 % tổng diện tích bề mặt. Nếu không mẫu sẽ được xử lý theo qui trình ăn mòn theo 6.2 như với thủy tinh “vật liệu”.

6.2 Mẫu thử từ thủy tinh “vật liệu”

Nhúng các mẫu vào hỗn hợp dung dịch gồm 1 thể tích axit flohydric (4.4) và 9 thể tích axit clohydric (4.3). Để mẫu đứng yên ở nhiệt độ môi trường trong 10 phút. Giữ nguyên vị trí các mẫu, đổ hết hỗn hợp trong mẫu đi một cách rất cẩn thận. Rửa mẫu năm lần với nước cất (xem phần đầu của điều 4).

6.3 Số lượng mẫu

Mỗi phép thử đều phải thử hai mẫu đối với cả thủy tinh “sản phẩm” hoặc thủy tinh “vật liệu”.

7 Cách tiến hành

7.1 Số mẫu trong bình thử

Khi “không rõ loại” thủy tinh được kiểm tra, chỉ cần phải thử hai mẫu trong cùng một lúc. Khi thủy tinh có hao hụt khối lượng trên một đơn vị diện tích bề mặt không lớn hơn 200 mg/dm², có thể thử đồng thời bốn mẫu của hai loại thủy tinh khác nhau.

7.2 Phương pháp thử

Đo và tính tổng diện tích bề mặt của mỗi mẫu, bề mặt cộng với các mặt cạnh, với độ chính xác 2 % và ghi lại các giá trị đo được.

Dùng kim (5.9) để giữ mẫu (như trong các thao tác tiếp theo) rồi rửa từng mẫu ba lần với những phần nước riêng (xem phần đầu của điều 4) và sau đó rửa với axeton (4.1). Sấy các mẫu trong tủ sấy (5.6) ở nhiệt độ khoảng 110 °C trong 60 phút, chuyển mẫu vào bình hút ẩm (5.4) và để nguội đến nhiệt độ phòng. Sau đó cân từng mẫu với độ chính xác đến 0,1 mg. Ghi lại khối lượng m_1 của từng mẫu.

Chuyển 800 ml dung dịch hỗn hợp với thể tích bằng nhau của dung dịch natri cacbonat (4.5) và natri hydroxit (4.6) vào mỗi bình thử (5.1). Nhúng từng bình thử vào bể gia nhiệt (5.10) cho đến khi mức chất lỏng trong bình thử đạt đến mức chất lỏng trong bể gia nhiệt. Lắp bình ngưng tụ (5.2) vào nút của từng bình thử và cho dòng nước chảy vào bên trên vỏ bình ngưng tụ. Đậy bề mặt hở của chất lỏng ở bể và khởi động máy khuấy hoặc máy bơm tuần hoàn chất lỏng. Làm nóng cho đến khi nhiệt độ chất lỏng trong mỗi bình thử (5.1) đạt đến 102,5 °C ± 0,5 °C và nhiệt độ của chất lỏng trong bể đạt 110 °C đến 112 °C, nếu cần để tránh sự sôi trào trong bình thử, cho thêm vào bình thử các chất phụ gia trợ sôi, ví dụ như các mẫu dây bạc hoặc polytetrafluoroethylen (PTFE).

Nhấc nút và bình ngưng tụ ở mỗi bình thử lên, treo các mẫu lên dây treo bằng bạc (5.8) từ các móc trên nắp bình thử, lắp vòng đệm lên mép của thân của mỗi bình thử, sau đó nhúng các mẫu vào dung dịch thử đang sôi sao cho tất cả các mẫu được nhúng ngập hoàn toàn. Cần đảm bảo rằng không có sự tiếp xúc giữa các mẫu với nhau hoặc giữa các mẫu với thành bình thử, nắp và thân bình thử được kẹp thật chặt bằng vòng đệm để tránh sự bay hơi trong suốt quá trình làm nóng.

Duy trì nhiệt độ ở 102,5 °C ± 0,5 °C trong bình thử trong 3 h ± 2 phút kể từ khi nhúng mẫu.

Lấy các mẫu ra khỏi dung dịch sôi và nhanh chóng chìm chúng ba lần vào 500 ml dung dịch axit clohydric (4.2) chứa trong cốc có mỏ (5.7). Sau đó rửa ba lần với nước và cuối cùng rửa với axeton (4.1). Sấy khô mẫu trong tủ sấy (5.6) ở nhiệt độ khoảng 110 °C trong 60 phút, chuyển mẫu vào bình hút ẩm (5.4) và để nguội đến nhiệt độ phòng. Cân từng mẫu với độ chính xác 0,1 mg. Ghi lại khối lượng m_2 của từng mẫu. Tính toán sự hao hụt khối lượng của từng mẫu.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Tính toán

Từ mỗi kết quả thu được, tính toán và ghi lại sự hao hụt khối lượng trên tổng diện tích bề mặt của từng mẫu thử, ρ_A , tính bằng miligam trên deximet vuông, theo công thức sau:

$$\rho_A = \frac{100 (m_1 - m_2)}{A}$$

trong đó

m_1 là khối lượng ban đầu của mẫu thử, tính bằng miligam;

m_2 là khối lượng cuối của mẫu thử, tính bằng miligam;

A là tổng diện tích bề mặt của mẫu thử, tính bằng centimet vuông.

Tính trung bình cộng số học các giá trị nhận được.

Nếu các giá trị chênh lệch hơn 10 % so với giá trị trung bình số học thì làm lại phép thử, với hai mẫu mới và dung dịch mới.

8.2 Phân cấp

Thuỷ tinh được phân cấp như chỉ dẫn trong bảng 1, tùy theo sự hao hụt khối lượng trên tổng diện tích bề mặt tính bằng miligam trên deximet vuông, khi thử trong 3 giờ theo phương pháp qui định trong tiêu chuẩn này.

Bảng 1 - Giá trị giới hạn trong phép thử độ bền kiềm

Cấp	Đặc tính	Sự hao hụt khối lượng trên tổng diện tích bề mặt sau 3 h mg/dm ²
A1	Ăn mòn thấp	Đến 75
A2	Ăn mòn nhẹ	Trên 75 đến 175
A3	Ăn mòn cao	Trên 175

8.3 Ký hiệu

Để thuận tiện cho việc trích dẫn độ bền kiềm của thuỷ tinh phù hợp với sự phân cấp trong tiêu chuẩn này, nên sử dụng cách ký hiệu sau:

Ví dụ: Đối với thuỷ tinh có sự hao hụt khối lượng trên tổng diện tích bề mặt là 90 mg/dm² (cấp A2)

Thuỷ tinh, độ bền kiềm cấp A2 - TCVN 1047: 2004 (ISO 695: 1991).

TCVN 1047: 2004

9 Độ chính xác

Giá trị lặp lại : $r = 16 \text{ mg/dm}^2$

Giá trị tái lặp : $R = 25 \text{ mg/dm}^2$

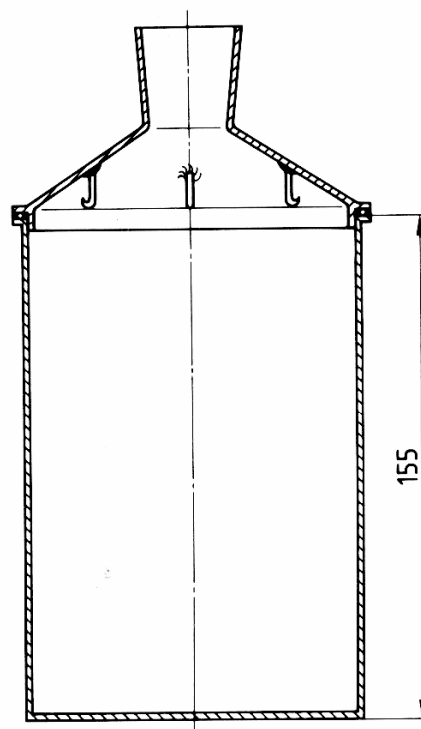
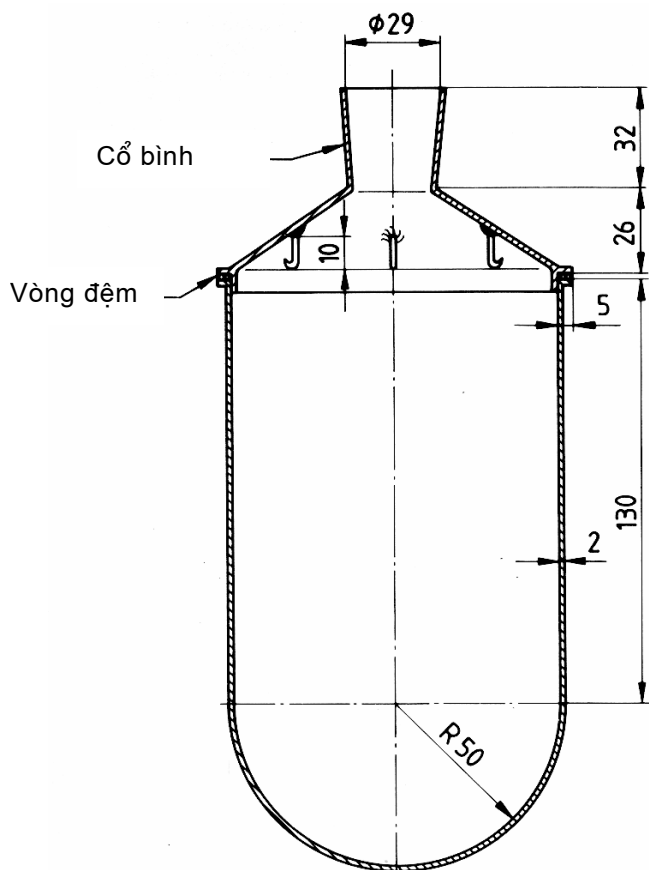
CHÚ THÍCH 2 Số liệu về độ chính xác được tính toán từ các kết quả thử của liên phòng thí nghiệm, trong đó bảy phòng thí nghiệm đã tiến hành 87 phép xác định đơn lẻ thu được kết quả giá trị trung bình cộng số học $\rho_A = 163 \text{ mg/dm}^2$ đối với thủy tinh được thử.

10 Báo cáo thử nghiệm

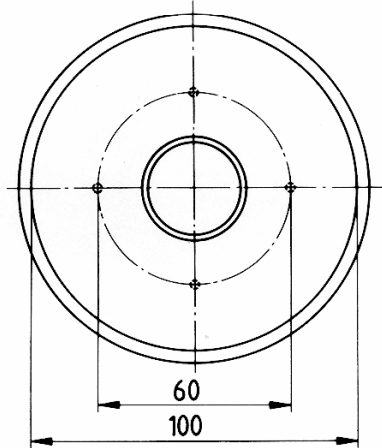
Báo cáo thử nghiệm phải gồm các nội dung sau:

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) nhận dạng mẫu thử;
- c) thông báo rằng, phép thử đã được tiến hành cho thủy tinh “sản phẩm” hay thủy tinh “vật liệu” sau khi đã cho ăn mòn bề mặt hay chưa;
- d) tổng diện tích bề mặt mẫu thử, tính bằng centimet vuông, chính xác đến 0,1 cm^2 ;
- e) giá trị trung bình hao hụt khối lượng trên tổng diện tích bề mặt của thủy tinh, tính bằng miligam trên deximet vuông, chính xác đến 1 mg/dm^2 ;
- f) độ bền kiểm cấp A (ký hiệu);
- g) bất kỳ điều bất thường nào được ghi nhận trong suốt quá trình xác định.

Kích thước tính bằng milimet



Kích thước và các qui định khác như hình bên



Hình chiếu của nắp bình nhìn từ trên xuống chỉ rõ vị trí của các móc

Kết cấu:

- 4 cái móc được hàn vào nắp bình;
- 1 gờ có bề mặt đáy mài phẳng, được cố định với nắp bình.

Hình 1 - Ví dụ về bình thử thích hợp có đáy bán cầu và đáy phẳng