

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 7432-2 : 2004**

**ISO 4802-2 : 1988**

Xuất bản lần 1

**DỤNG CỤ BẰNG THUỶ TINH – ĐỘ BỀN NƯỚC BỀ MẶT  
TRONG CỦA BAO BÌ THUỶ TINH –  
PHẦN 2: XÁC ĐỊNH BẰNG PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ  
NGỌN LỬA VÀ PHÂN CẤP**

*Glassware - Hydrolytic resistance of the interior surfaces of glass containers -  
Part 2: Determination by flame spectrometry and classification*

HÀ NỘI - 2008



## Lời nói đầu

TCVN 7432 – 2 : 2004 hoàn toàn tương đương ISO 4802 – 2 : 1988.

TCVN 7432 – 2 : 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.

TCVN 7432 – 2 : 2004 là một phần của TCVN 7432: 2004. Tiêu chuẩn này gồm 2 phần :

- TCVN 7432 – 1 : 2004, Dụng cụ bằng thủy tinh – Độ bền nước bề mặt trong của bao bì thủy tinh – Phần 1: Xác định bằng phương pháp chuẩn độ và phân cấp.
- TCVN 7432 – 2 : 2004, Dụng cụ bằng thủy tinh – Độ bền nước bề mặt trong của bao bì thủy tinh – Phần 2: Xác định bằng phương pháp quang phổ ngọn lửa và phân cấp.

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.



## Dụng cụ bằng thủy tinh – Độ bền nước bề mặt trong của bao bì thủy tinh –

### Phần 2: Xác định bằng phương pháp quang phổ ngọn lửa và phân cấp

*Glassware – Hydrolytic resistance of the interior surfaces of glass containers – Part 2: Determination by flame spectrometry and classification*

#### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định

- a) phương pháp xác định độ bền nước bề mặt trong của bao bì thủy tinh khi chịu tác động của nước ở nhiệt độ  $121\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$  trong  $60\text{ phút} \pm 1\text{ phút}$ . Độ bền nước được đo bằng cách xác định lượng natri oxit và oxit kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ có trong dung dịch tách sử dụng phương pháp phát xạ nguyên tử ngọn lửa hoặc quang phổ hấp thụ (phép quang phổ ngọn lửa).
- b) việc phân cấp độ bền nước bề mặt trong của bao bì thủy tinh được xác định theo phương pháp qui định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH      Độ bền nước cấp HC của bao bì thu được bằng phương pháp quang phổ ngọn lửa có thể so sánh được với cấp HC thu được theo TCVN 7432 - 1: 2004 (ISO 4802 - 1: 1988), mặc dù các giá trị riêng lẻ sẽ không bằng nhau.

#### 2 Đối tượng áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho các bao bì như chai, lọ nhỏ, ống nhỏ (ampun), bình, cốc, v.v... làm bằng thủy tinh natri-canxi-silicat, có bề mặt được xử lý hoặc không xử lý, hoặc bằng thủy tinh borosilicat hoặc thủy tinh trung tính.

Tiêu chuẩn này không áp dụng cho các ống nhỏ có hai đáy hoặc cho việc phân cấp đối với các ống nhỏ kín.

## **TCVN 7432 – 2 : 2004**

### **3 Tài liệu viện dẫn**

TCVN 7149 – 1 : 2002 (ISO 385 – 1 : 1984) Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh - Buret - Phần 1: Yêu cầu chung.

TCVN 7149 – 2 : 2002 (ISO 385-2 : 1984) Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh - Buret - Phần 2: Buret không qui định thời gian chờ.

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 7153: 2002 (ISO 1042 : 1998) Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh - Bình định mức.

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.

### **4 Định nghĩa**

Trong tiêu chuẩn này áp dụng các định nghĩa sau:

#### **4.1**

##### **Bao bì (*container*)**

Bất kỳ dụng cụ nào được làm bằng thủy tinh borosilicat, thủy tinh trung tính hoặc thủy tinh natri-canxi-silicat như chai, lọ nhỏ, ống nhỏ và các dụng cụ đặc biệt dùng trong phòng thí nghiệm hoặc trong dược phẩm và dùng để chứa đựng các chất khác.

#### **4.2**

##### **Thủy tinh borosilicat (*borosilicate glass*)**

Thủy tinh silicat có từ 5 đến 13 % (*m/m*) bo oxit, có độ bền sốc nhiệt cao và độ bền nước rất cao do thành phần cấu tạo của nó.

Bao bì bằng thủy tinh này hoàn toàn phù hợp với bao bì có độ bền nước cấp HC 1 qui định trong tiêu chuẩn này.

### 4.3

#### **Thuỷ tinh trung tính** (*neutral glass*)

Thuỷ tinh silicat có một lượng lớn bo oxit, thông thường từ 5 % đến 13 % (*m/m*), oxit nhôm và/hoặc kiềm thổ, và có độ bền nước rất cao do thành phần cấu tạo của nó.

Bao bì bằng thuỷ tinh này hoàn toàn phù hợp với bao bì có độ bền nước cấp HC 1 qui định trong tiêu chuẩn này.

### 4.4

#### **Thuỷ tinh natri-canxi-silicat** (*soda-lime-silica glass*)

Thuỷ tinh silicat có khoảng gần 15 % (*m/m*) oxit kim cấp kiềm - chủ yếu là natri oxit và khoảng 15 % (*m/m*) oxit kiềm thổ, chủ yếu là canxi oxit.

Bao bì bằng loại thuỷ tinh này sẽ có độ bền nước vừa phải do thành phần hoá học của thuỷ tinh và phù hợp với bao bì có độ bền nước cấp HC 3 hoặc bao bì có độ bền nước HC D. Sau khi xử lý bề mặt (xem 4.5), bao bì bằng thuỷ tinh natri-canxi-silicat có độ bền nước cấp HC 3 sẽ có độ bền nước rất cao do đã được xử lý và phù hợp với bao bì có độ bền nước cấp HC 2.

### 4.5

#### **Xử lý bề mặt** (*surface treatment*)

Việc xử lý bề mặt bên trong của bao bì thuỷ tinh natri-canxi-silicat với các thuốc thử để có bề mặt đã được tách kiềm và làm giảm rõ sự tách các ion kim loại kiềm (và ion kim loại kiềm thổ).

### 4.6

#### **Dung tích tràn** (*brimful capacity*)

Lượng nước cần thiết để đổ đầy bao bì, được đặt trên một mặt phẳng nằm ngang cho đến khi mặt khum của nước vừa chạm vào tấm mức (xem 7.7).

### 4.7

#### **Thể tích chứa** (*filling volume*)

Thể tích nước được đổ đầy vào trong mẫu thử. Đối với bình, chai và bao bì kép thể tích chứa được xác định bằng 90 % dung tích tràn. Đối với các ống nhỏ, nó được xác định là thể tích đổ đến chiều cao ống, nơi mà thân ống được xác định là đến ngang vai của ống (xem Hình 2).

**4.8**

**Bình nhỏ, chai lọ nhỏ (*vial; phial*)**

Bao bì nhỏ có đáy phẳng bằng thủy tinh dạng ống hoặc có khuôn sẵn, thông thường có thành dày và có dung tích đến 50 ml.

CHÚ THÍCH Bình nhỏ thông thường được đậy kín bằng nắp làm từ vật liệu không phải là thủy tinh và không hàn kín bằng lửa.

**4.9**

**Chai (*bottle*)**

Bao bì có đáy phẳng, làm bằng thủy tinh có khuôn sẵn, thông thường có thành dày và dung tích thường là lớn hơn 50 ml.

Chai có thể có tiết diện tròn hoặc mặt cắt ngang có hình học khác.

CHÚ THÍCH Chai thông thường được đậy kín bằng nắp làm từ vật liệu không phải là thủy tinh và không hàn kín bằng lửa.

**4.10**

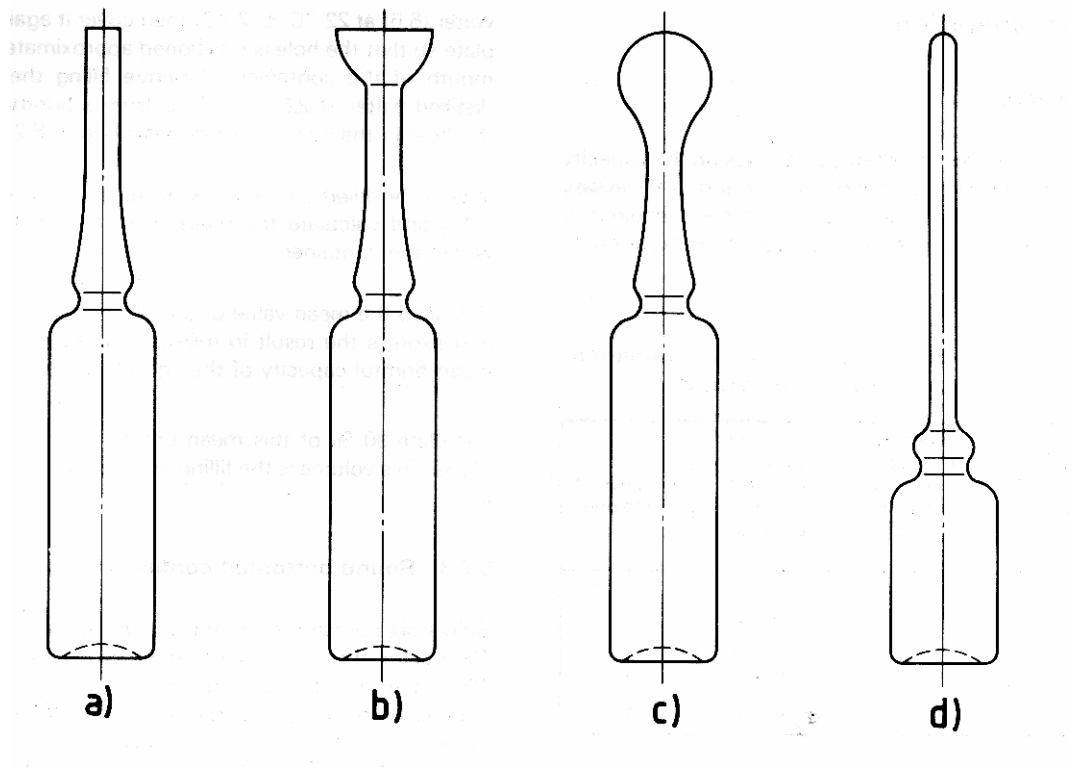
**Ống nhỏ (*ampoule*)**

Bao bì thông thường có đáy phẳng làm từ ống có thành mỏng và thân có nhiều hình dạng khác nhau.

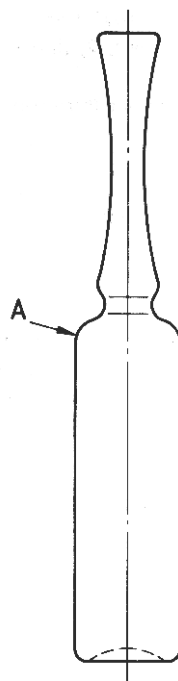
Ống nhỏ được đóng kín sau khi đổ đầy bằng cách hàn lại bằng lửa. Thông thường nó có dung tích đến 25 ml.

Các kiểu ống: ống nhỏ hở hoặc kín (xem Hình 1).





Hình 1 – Ví dụ về các kiểu ống nhỏ hở [a) và b)] và kín [c) và d)]



Hình 2 – Dung tích chứa của ống nhỏ ( đến điểm A)

## **5 Nguyên tắc**

Phương pháp thử này là phép thử bề mặt thông thường áp dụng cho bao bì thuỷ tinh được coi là sản phẩm.

Đổ đầy bao bì được thử bằng một lượng nước theo qui định đến một dung tích xác định và làm nóng bao bì được đậy hờ ở điều kiện qui định. Đo mức độ ăn mòn do nước bằng phép phân tích quang phổ ngọn lửa của dung dịch chiết.

## **6 Thuốc thử**

Trong suốt quá trình thử, nếu không có qui định nào khác, chỉ sử dụng các thuốc thử có độ phân tích.

**6.1 Nước để thử**, là nước loại 1 hoặc loại 2, phù hợp với các yêu cầu qui định trong TCVN 4851 – 89 (ISO 3696 : 1987).

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

**6.3 Axit clohydric**, dung dịch  $c(\text{HCl}) \approx 6 \text{ mol/l}$  ( $\approx 1 + 1$ ).

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

**6.5 Nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương** (nước loại 3 phù hợp với các yêu cầu qui định trong TCVN 4851 – 89 (ISO 3696 : 1987)).

**6.6 Dung dịch đệm hoá quang phổ** (dung dịch cesi clorua,  $\text{CsCl}$ ).

Hoà 80 g cesi clorua trong khoảng 300 ml nước để thử (6.1), thêm 10 ml axit clohydric (6.3) và chuyển vào bình định mức dung tích 1 000 ml (7.3). Pha loãng với nước để thử (6.1) đến vạch mức và trộn.

### **6.7 Dung dịch gốc**

**6.7.1** Sấy khô natri clorua, kali clorua và canxi cacbonat ở  $110 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$  trong 2 giờ. Dùng nước để thử (6.1) để chuẩn bị dung dịch lỏng gốc trực tiếp từ các muối clorua và canxi cacbonat, sau khi hoà tan trong một lượng dư vừa đủ axit clohydric sao cho tất cả các dung dịch có nồng độ 1 mg/ml, tính toán natri clorua, kali clorua và canxi cacbonat riêng từng loại.

**6.7.2** Dung dịch chuẩn loại thương phẩm cũng có thể được sử dụng.

### **6.8 Dung dịch chuẩn**

**6.8.1** Chuẩn bị dung dịch chuẩn bằng cách pha loãng dung dịch gốc (6.7) với nước để thử (6.1) để có được những nồng độ thích hợp nhằm tạo ra các dung dịch so sánh theo cách phù hợp, ví dụ như có các nồng độ tương ứng là 20  $\mu\text{g/ml}$  natri oxit, kali oxit và canxi oxit.

**6.8.2** Dung dịch chuẩn loại thương phẩm cũng có thể sử dụng được.

## 6.9 Dung dịch so sánh

Dung dịch so sánh để dựng đồ thị (tập hợp các dung dịch hiệu chuẩn) được chuẩn bị bằng cách pha loãng dung dịch chuẩn đậm đặc (6.8) với nước để thử (6.1). Thông thường, chúng phải bao trùm khoảng làm việc tối ưu của các nguyên tố đặc trưng phù hợp với phương tiện đo. Khoảng nồng độ đặc trưng của các dung dịch so sánh là:

- để xác định natri oxit và kali oxit bằng quang phổ phát xạ nguyên tử ngọn lửa (FAES): đến 10 µg/ml;
- để xác định natri oxit và kali oxit bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (FAAS) : đến 3 µg/ml;
- để để xác định canxi oxit bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (FAAS) : đến 7 µg/ml.

Để đo trên các bao bì có độ bền nước cấp HC 1, HC 2 hoặc HC B (borosilicat hoặc thuỷ tinh có độ bền nước cao), dung dịch so sánh được sử dụng mà không cần phải thêm dung dịch đệm hoá quang phổ (6.6).

Để đo trên các bao bì có độ bền nước cấp HC 3 hoặc HC D (thuỷ tinh loại natri-canxi-silicat), dung dịch so sánh sẽ chứa 5 % (V/V) dung dịch đệm hoá quang phổ (6.6).

## 7 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị thí nghiệm thông thường và

**7.1 Nồi hấp** hoặc **lò khử trùng bằng hơi nước**, có khả năng chịu được áp suất ít nhất là  $2,5 \times 10^5 \text{ N/m}^2$ ) và có khả năng thực hiện chu trình làm nóng qui định ở 9.2. Tốt nhất là nó được trang bị một bộ điều khiển áp suất không đổi hoặc một thiết bị khác để duy trì nhiệt độ ở  $121 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ . Nồi hấp có đường kính trong ít nhất là 300 mm và được trang bị thiết bị làm nóng, nhiệt kế hoặc một cặp nhiệt điện đã được hiệu chuẩn, áp kế, thiết bị xả áp suất an toàn, một van xả có lỗ thoát và một giá để đỡ các mẫu.

Nồi hấp và thiết bị phụ trợ phải được làm sạch cẩn thận trước khi sử dụng.

**7.2 Buret**, dung tích thích hợp, phù hợp với các qui trình phân tích sẽ được sử dụng và phù hợp với các yêu cầu qui định đối với buret cấp A trong TCVN 7149 – 2: 2002 (ISO 385 - 2: 1984) và được làm bằng thuỷ tinh có độ bền nước cấp HGA 1 qui định trong TCVN 7431: 2004 (ISO 720:1985)<sup>1)</sup>.

**7.3 Bình định mức**, dung tích 1 000 ml và phù hợp với các yêu cầu qui định đối với bình định mức cấp A trong TCVN 7153: 2002 (ISO 1042 : 1998).

**7.4 Nồi cách thuỷ**, có khả năng làm nóng đến khoảng  $80 \text{ }^\circ\text{C}$ .

<sup>1)</sup>  $2,5 \times 10^5 \text{ N/m}^2 = 0,25 \text{ Mpa} = 2,5 \text{ bar}$  lờ

1) Thuỷ tinh hạt có độ bền nước cấp HGB - TCVN 1046: 2004 (ISO 719: 1985) đáp ứng các yêu cầu của thuỷ tinh cấp HGA 1 qui định trong TCVN 7431: 2004 (ISO 720: 1985)

## TCVN 7432 – 2 : 2004

### 7.5 Thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (FAAS) hoặc phát xạ nguyên tử ngọn lửa (FAES)

Thiết bị FAAS được trang bị nguồn trực tuyến cho natri, kali và canxi; chúng phải có nguồn cung cấp không khí/propan hoặc không khí /axetylen và vòi đốt để đo natri và kali, nguồn khí nitơ oxit / axetylen và vòi đốt để đo canxi.

Thiết bị FAES phải có nguồn cung cấp không khí/propan hoặc không khí/axetylen để đo natri và kali.

**7.6 Cốc thí nghiệm có mỏ**, dung tích thích hợp và phù hợp với các yêu cầu qui định trong TCVN 7154: 2002 (ISO 3819: 1985).

Trước khi dùng, cốc mới sử dụng lần đầu phải được xử lý trước bằng cách cho vào hấp ở điều kiện qui định ở 9.2.

**7.7 Tấm mức** (để đo dung tích tràn của bình nhỏ và chai), được làm bằng vật liệu cứng, trơ, trong suốt với bất kỳ hình dạng nào thuận tiện nhưng có một lỗ ở giữa với đường kính gần bằng 5 mm. Tấm mức phải rộng vừa đủ để lắp chặt và phủ kín được toàn bộ bề mặt của bao bì có dung tích tràn sẽ được đo.

## 8 Chuẩn bị mẫu thử

### 8.1 Kích thước mẫu thử

Dung tích và số lượng của từng bao bì phải được thử riêng từng cái theo qui định trong Bảng 1.

**Bảng 1 – Số lượng bao bì cần để xác định độ bền nước bằng phương pháp quang phổ ngọn lửa**

Dung tích [thể tích tương đương với thể tích chứa (xem 8.2)] ml	Số bao bì sẽ đo riêng từng cái	Số bao bì phụ thêm để đo sơ bộ ban đầu
Đến và bằng 2	20	2
Trên 2 đến và bằng 5	15	2
Trên 5 đến và bằng 30	10	2
Trên 30 đến và bằng 100	5	1
Trên 100 trở lên	3	1

### 8.2 Xác định thể tích chứa

#### 8.2.1 Bao bì có đáy phẳng dung tích đến 30 ml (trừ ống nhỏ)

Chọn ngẫu nhiên từ lô mẫu thử sáu bao bì, loại bỏ tất cả bụi bẩn và mảnh vụn bằng cách lắc các bao bì. Đặt từng bao bì khô lên mặt phẳng nằm ngang và để đến khi nhiệt độ đạt được  $22\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Đặt tấm mức (7.7) lên từng bao bì sao cho lỗ của tấm mức ở vị trí gần với điểm giữa của miệng bao bì. Dùng

buret (7.2) đổ nước cất (6.6) ở nhiệt độ  $22\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  vào từng bao bì qua lỗ của tấm mức cho đến khi mặt khum ngang với đáy của lỗ tấm mức. Phải đảm bảo rằng không có bọt khí ở vị trí giao điểm giữa mặt nước và tấm mức. Đọc thể tích nước đổ vào buret chính xác đến hai số thập phân. Thể tích này là dung tích tràn của bao bì.

Tính giá trị trung bình các kết quả thu được từ sáu bao bì. Sau đó tính 90 % dung tích tràn trung bình chính xác đến một số thập phân. Đây là thể tích chứa đối với lô mẫu cụ thể này.

### 8.2.2 Bao bì đáy phẳng có dung tích bằng và lớn hơn 30 ml

Chọn ngẫu nhiên từ lô mẫu thử sáu bao bì (có dung tích nhỏ hơn hoặc bằng 100 ml) hoặc ba bao bì (có dung tích lớn hơn 100 ml) và loại bỏ tất cả bụi bẩn và mảnh vụn bằng cách lắc các bao bì. Để các bao bì khô đạt đến nhiệt độ  $22\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Đặt tấm mức (7.7) lên từng bao bì và cân từng bao bì rỗng đã được đầy tấm mức chính xác đến 0,1 g. Lấy tấm mức ra và đổ nước cất (6.5) ở nhiệt độ  $22\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  đầy gần tới miệng, sau đó lại đặt tấm mức lên bao bì sao cho lỗ của tấm mức ở vị trí gần với điểm giữa của miệng bao bì. Dùng buret (7.2) tiếp tục đổ nước cất ở nhiệt độ  $22\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  vào bao bì qua lỗ của tấm mức như đã mô tả ở 8.2.1.

Cân bao bì đã được đổ đầy nước cùng với tấm mức chính xác đến 0,1 g và tính khối lượng nước chứa trong bao bì, tính bằng gam.

Tính giá trị trung bình các kết quả thu được từ sáu bao bì và biểu thị kết quả bằng millilit nước; giá trị này là dung tích tràn của bao bì.

Tính 90 % dung tích tràn trung bình này chính xác đến một số thập phân. Đây là thể tích chứa đối với lô mẫu cụ thể này.

### 8.2.3 Bao bì có đáy tròn (trừ ống nhỏ)

Chọn ngẫu nhiên từ lô mẫu sáu bao bì (có dung tích nhỏ hơn hoặc bằng 100 ml) hoặc ba bao bì (có dung tích lớn hơn 100 ml) và loại bỏ tất cả bụi bẩn hoặc mảnh vụn bằng cách lắc các bao bì. Để bao bì khô đạt đến nhiệt độ  $22\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Giữ từng bao bì thẳng đứng trong một phương tiện thích hợp và lần lượt xác định dung tích tràn theo 8.2.1 hoặc 8.2.2.

Sau đó tính 90 % giá trị dung tích tràn trung bình chính xác đến một số thập phân. Đây là thể tích chứa đối với lô mẫu cụ thể này.

### 8.2.4 Bao bì có mỏ

Quấn băng dính quanh miệng bao bì sao cho băng dính bao quanh ngang với miệng của bao bì. Cân bao bì cùng tấm mức (7.7), sau đó đổ đầy và cân lại như mô tả ở 8.2.2 mà vẫn giữ nguyên tấm mức.

### **8.2.5 Ống nhỏ**

Đặt ít nhất sáu ống nhỏ khô ở nhiệt độ  $22\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  trên mặt phẳng nằm ngang và dùng buret (7.2) đổ nước cất (6.6) ở cùng nhiệt độ cho đến khi nước đạt đến điểm A, nơi mà thân của ống tiếp xúc với vai (xem Hình 2). Đọc các dung tích chính xác đến hai số thập phân và tính giá trị trung bình.

Thể tích này được biểu thị chính xác đến một số thập phân, là thể tích chứa và sẽ được đổ vào tất cả các ống của cùng một lô.

## **9 Cách tiến hành**

Qui trình này phải được thực hiện trong cùng một ngày.

### **9.1 Làm sạch mẫu**

Qui trình làm sạch mẫu kể từ lần rửa đầu tiên phải được hoàn thành trong không ít hơn 20 phút và không nhiều hơn 25 phút.

Loại bỏ khỏi các mẫu hở tất cả các mảnh vụn hoặc bụi bắn phát sinh trong quá trình bảo quản và vận chuyển. Rửa từng mẫu cẩn thận ít nhất hai lần với nước cất (6.5) ở nhiệt độ môi trường, sau đó để đứng yên rồi đổ đầy nước cất. Ngay trước khi thử, rút hết nước trong mẫu thử ra, rửa một lần nữa với nước cất và sau đó một lần với nước để thử (6.1). Tháo hết nước trong ống ra.

Làm nóng các ống nhỏ kín trong nồi cách thủy hoặc trong tủ khí ở  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$  trong khoảng 2 phút trước khi mở ống. Không được rửa chúng trước khi mở.

### **9.2 Đổ đầy và làm nóng**

Dùng các phương tiện đo thể tích thích hợp đổ nước để thử (6.1) vào từng bao bì được chọn làm mẫu thử theo 8.1 và đã được làm sạch theo 9.1.

Đậy hờ từng bao bì kể cả các ống nhỏ bằng một loại vật liệu trơ, ví dụ như cốc để đậy ngược (7.6) có kích thước sao cho đáy cốc vừa chạm tới miệng của mẫu, ví dụ như đậy các ống nhỏ bằng lá nhôm sạch.

**CHÚ THÍCH** Phải đảm bảo rằng lá kim loại không giải phóng ra các ion vào nước để thử.

Đặt các mẫu chứa nước cất (6.1) ở nhiệt độ môi trường, các mẫu này được gộp thành nhóm vào đĩa Petri, để lên giá đỡ trong nồi hấp (7.1), và đảm bảo rằng chúng được giữ trên mực nước có trong nồi hấp. Đậy nắp hoặc cửa nồi hấp một cách an toàn, nhưng để lỗ van mở. Làm nóng ở một tốc độ đồng đều sao cho sau khoảng 20 phút đến 30 phút hơi sẽ bốc mạnh qua lỗ van và duy trì sự bốc hơi mạnh này thêm 10 phút nữa. Đóng lỗ van lại và tăng nhiệt độ đến  $121\text{ }^{\circ}\text{C}$  với tốc độ  $1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{phút}$ . Giữ nguyên nhiệt độ  $121\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$  trong  $60\text{ phút} \pm 1\text{ phút}$  kể từ lúc đạt được nhiệt độ trên, sau đó làm nguội đến  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  với tốc độ  $0,5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{phút}$ , đồng thời thông gió để ngăn ngừa việc tạo chân không.

**CHÚ THÍCH** Kinh nghiệm cho thấy rằng tốc độ làm nóng đến 121 °C, việc giữ nhiệt độ 121 °C ± 1 °C và tốc độ làm nguội đến 100 °C là tối hạn. Sự thay đổi so với các điều kiện qui định sẽ tạo nên những kết quả biến thiên thậm chí tới mức độ làm chúng trở nên mất giá trị.

Lấy các mẫu thử đang nóng ra khỏi nồi hấp rồi đặt vào nồi cách thuỷ (7.5), làm nóng đến nhiệt độ khoảng 80°C, và cho dòng nước lạnh chảy vào trong và bên ngoài nồi cách thuỷ với tốc độ có thể làm nguội mẫu đến nhiệt độ môi trường càng nhanh càng tốt, việc tính toán sẽ được tiến hành với kích thước, độ dày thành của mẫu và loại thuỷ tinh lấy làm mẫu để tránh những hao hụt do sốc nhiệt. Thời gian làm nguội sẽ không vượt quá 30 phút. Tiến hành xác định sau khi làm nguội.

**CẢNH BÁO** Phải hết sức cẩn thận tránh cho vòi nước lạnh tiếp xúc với nắp lá dầy hồ. Điều này rất nguy hiểm, đặc biệt là đối với các bình nhỏ.

### 9.3 Phân tích dung dịch chiết

#### 9.3.1 Bao bì có độ bền nước cấp HC 1, HC 2 và HC B hoặc những bao bì được làm bằng thuỷ tinh borosilicat hoặc thuỷ tinh trung tính

**CHÚ THÍCH** Thông thường, những bao bì này không giải phóng kali hoặc canxi với lượng lớn và chỉ xác định được natri.

Tiến hành đo sơ bộ nồng độ của kali oxit và canxi oxit trên một trong các dung dịch chiết. Nếu đối với một loại bao bì nào đó, nồng độ kali oxit thấp hơn 0,2 µg/ml và nếu như nồng độ canxi oxit thấp hơn 0,1 µg/ml thì không cần phân tích những ion này trong các dung dịch chiết còn lại của loại bao bì đó.

Hút dung dịch chiết từ từng mẫu thử đưa trực tiếp vào ngọn lửa của thiết bị hấp thụ nguyên tử hoặc thiết bị phát xạ nguyên tử (7.5) và xác định nồng độ natri oxit (và kali oxit và canxi oxit, nếu có) bằng việc so sánh đồ thị hiệu chuẩn nhận được từ dung dịch nước so sánh (6.9) có nồng độ thích hợp.

#### 9.3.2 Bao bì có độ bền nước cấp HC 3, HC D, hoặc những bao bì bằng thuỷ tinh natri-canxi-silicat

##### 9.3.2.1 Xác định sơ bộ

Thêm vào mẫu thử của mỗi loại bao bì một thể tích dung dịch đệm hoá quang phổ (6.6) tương đương với 5 % thể tích chứa.

Đậy các bao bì cổ hẹp bằng một miếng nhựa trơn và trộn chất lỏng bằng cách lắc. Dùng que khuấy để trộn chất lỏng trong các bao bì khác.

**CHÚ THÍCH** Phải đảm bảo rằng miếng nhựa không giải phóng ra các ion sẽ được xác định.

Hút dung dịch chiết đưa vào ngọn lửa của thiết bị (7.5) và trước tiên là xác định gần đúng nồng độ natri oxit, sau đó xác định chính xác nồng độ của kali oxit và canxi oxit. Khi nồng độ kali oxit thấp hơn 0,2 µg/ml, thì các dung dịch còn lại của loại bao bì này không cần phải phân tích để xác định kali oxit.

## TCVN 7432 – 2 : 2004

Tùy theo điều kiện đo, nồng độ natri oxit có thể cao hơn khoảng làm việc tối ưu. Đối với kỹ thuật FAAS, thông thường nồng độ natri oxit lớn hơn 3 µg/ml. Trong những trường hợp này, pha loãng dung dịch chiết dùng cho phép đo cuối cùng sao cho nồng độ natri oxit nhỏ hơn 3 µg/ml.

Cần chú ý rằng việc pha loãng đến nồng độ nhỏ hơn 3 µg/ml của natri oxit phải được tiến hành thận trọng. Các thể tích được đo chính xác đến hai số thập phân và việc đo và pha loãng được tiến hành rất cẩn thận trong thiết bị đã được làm sạch.

Nếu cần phải pha loãng, chuẩn bị dung dịch pha loãng từ dung dịch chiết gốc và thêm dung dịch đệm hoá quang phổ (6.6) [ 5 % (V/V)].

**CHÚ THÍCH** Kinh nghiệm cho thấy canxi oxit và kali oxit có thể được đo chính xác chỉ từ dung dịch không pha loãng.

### 9.3.2.2 Xác định cuối cùng

Nếu không cần thiết phải pha loãng, thêm một lượng dung dịch đệm hoá quang phổ (6.6) tương đương với 5 % thể tích đồ đầy như mô tả trong 9.3.2.1, trộn kỹ và xác định natri oxit và canxi oxit (và kali oxit, nếu có) bằng cách so sánh trên đồ thị hiệu chuẩn. Chúng cần phải được xác định từ dung dịch nước so sánh (6.9) và sẽ chứa 5 % (V/V) dung dịch đệm hoá quang phổ (6.6).

Để xác định nồng độ canxi oxit bằng phương pháp FAAS, ngọn lửa nitơ oxit/axetylen sẽ được sử dụng.

Nếu cần pha loãng, xác định natri oxit, canxi oxit và kali oxit, nếu có, theo các qui trình đã mô tả và được mô tả trước đó. Các dung dịch đo cần phải chứa 5 % (V/V) dung dịch đệm hoá quang phổ (6.6).

**CHÚ THÍCH** Phải đảm bảo rằng mọi sự pha loãng phải được xem xét khi tính toán (vì có sự tăng thêm nồng độ của natri oxit và/hoặc cesi clorua).

Các giá trị nồng độ nhỏ hơn 1,0 µg phải được biểu thị chính xác đến hai số thập phân, các giá trị lớn hơn hoặc bằng 1,0 µg chính xác đến một số thập phân.

## 9.4 Phép thử xác định việc xử lý bề mặt của bao bì

### 9.4.1 Bình nhỏ và chai

**CHÚ THÍCH** Độ bền nước bề mặt trong của các bình nhỏ và chai bằng thủy tinh natri-canxi-silicat có thể tăng đáng kể bằng cách xử lý các bề mặt trong này trong quá trình sản xuất.

Nếu cần phải xác định xem bao bì đã được xử lý bề mặt hay chưa, cần phải sử dụng các mẫu đã được thử trước.

Đổ hỗn hợp của 1 thể tích axit flohydric (6.4) với 9 thể tích axit clohydric (6.2) vào các mẫu thử đến điểm tràn. Để mẫu thử đã được đổ đầy đứng yên ở nhiệt độ môi trường trong 10 phút, sau đó cẩn thận đổ



toàn bộ dung dịch trong mẫu thử đi. Rửa mẫu thử ba lần với nước cất (6.5), rồi ít nhất hai lần với nước để thử (6.1). Sau đó tiến hành thử mẫu như qui định ở 9.2 và 9.3.

Nếu các kết quả cao hơn đáng kể so với những kết quả nhận được trên bề mặt ban đầu (khoảng năm đến mười lần), mẫu thử sẽ được xem là đã được xử lý bề mặt.

#### 9.4.2 Các ống nhỏ

CHÚ THÍCH Các ống nhỏ làm bằng ống thủy tinh không phải là đối tượng thông thường chịu xử lý bề mặt bên trong vì chúng có độ bền hoá học cao do thành phần hoá học của vật liệu làm thủy tinh (xem điều 4).

Nếu cần phải xác định xem các ống nhỏ đã được xử lý bề mặt hay chưa, cần phải sử dụng các ống nhỏ đã được thử trước.

Áp dụng qui trình xử lý bề mặt như qui định ở 9.4.1 và thử mẫu như qui định ở 9.2 và 9.3.

Nếu các ống nhỏ chưa được xử lý thì các giá trị mới sẽ thấp hơn các giá trị trước một ít.

## 10 Biểu thị kết quả

### 10.1 Tính toán

Tính giá trị trung bình các kết quả của nồng độ từng oxit (9.3) xác định được trong từng mẫu thử, tính bằng microgram của từng oxit trên 100 ml dung dịch chiết và là tổng các oxit riêng lẻ được tính là nồng độ tổng của natri oxit, biểu thị bằng microgram natri oxit trên mililit dung dịch chiết:

$$1 \mu\text{g kali oxit} \cong 0,658 \mu\text{g natri oxit}$$

$$1 \mu\text{g canxi oxit} \cong 1,105 \mu\text{g natri oxit}$$

### 10.2 Phân cấp

Bao bì được phân cấp như chỉ dẫn trong Bảng 2 tùy theo giá trị nồng độ trung bình của các oxit được biểu thị là lượng natri oxit (6.2) đã tiêu thụ khi thử theo qui định ở 9.3 và tính theo 10.1.

**Bảng 2 - Các giá trị tối đa trong phép thử bền nước bề mặt của bao bì  
(phương pháp quang phổ ngọn lửa)**

Dung tích bao bì [thể tích tương đương với thể tích đổ đầy (xem 8.2)]  ml	Giá trị tối đa nồng độ các oxit được biểu thị bằng microgam natri oxit (Na <sub>2</sub> O) trên mililit dung dịch chiết, µg /ml			
	Cấp HC1 và HC 2	Cấp HC 3	Cấp HC B	Cấp HC D
Đến và bằng 1	5,00	60	12	96
Trên 1 đến và bằng 2	4,50	53	11	84
Trên 2 đến và bằng 5	3,20	40	7,8	63
Trên 5 đến và bằng 10	2,50	30	6,0	51
Trên 10 đến và bằng 20	2,00	24	4,8	40
Trên 20 đến và bằng 50	1,50	18	3,6	30
Trên 50 đến và bằng 100	1,20	14	3,0	23
Trên 100 đến và bằng 200	1,00	11	2,4	18
Trên 200 đến và bằng 500	0,75	8,7	1,8	14
Trên 500 trở lên	0,50	6,6	1,2	10

### 10.3 Phân biệt giữa bao bì có độ bền nước cấp HC 1 và bao bì có độ bền nước cấp HC 2

Sau khi cho ăn mòn và thử lại theo 9.4, các bao bì có độ bền nước cấp HC 1 sẽ phù hợp với các yêu cầu đối với bao bì có độ bền nước cấp HC1 và HC 2 trong Bảng 2.

Sau khi cho ăn mòn và thử lại theo 9.4, các bao bì có độ bền nước cấp HC 2 sẽ có các giá trị lớn hơn nhiều so với những giá trị cho trong cột 2 Bảng 2 và gần hơn rất nhiều tới các giá trị của bao bì có độ bền nước cấp HC 3 trong Bảng 2.

### 10.4 Ký hiệu

Độ bền nước bề mặt trong của bao bì thủy tinh được xác định phù hợp với tiêu chuẩn này được ký hiệu như sau:

Ví dụ:

Ký hiệu đối với bao bì dung tích 9 ml với nồng độ các oxit tính toán được 4,9 µg natri oxit (Na<sub>2</sub>O) trên mililit dung dịch chiết là:

**Bao bì thủy tinh có độ bền nước cấp HC B – TCVN 7432 - 2: 2004 (ISO 4802 – 2: 2004)**

## 11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm những thông tin sau:

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này;
  - b) nhận dạng mẫu thử;
  - c) dung tích tràn trung bình của mẫu thử (trừ ống nhỏ);
  - d) thể tích chứa của mẫu thử;
  - e) hệ số pha loãng, nếu áp dụng;
  - f) các ion được xác định;
  - g) giá trị riêng lẻ và giá trị trung bình, được tính là natri oxit;
  - h) bao bì có độ bền nước cấp HC (ký hiệu của bao bì đã được thử);
  - i) đối với bao bì có độ bền nước cấp HC 2, công bố phép thử được lặp lại sau khi đã ăn mòn bề mặt (xem 9.4) hay không và các kết quả thu được;
  - j) công bố rằng ống nhỏ kín có đã được thử ;
  - k) bất kỳ những điều bất thường nào được ghi nhận trong quá trình xác định.
-