

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 7432 – 1 : 2004**

**ISO 4802 – 1 : 1988**

Xuất bản lần 1

**DỤNG CỤ BẰNG THUỶ TINH – ĐỘ BỀN NƯỚC BỀ MẶT  
TRONG CỦA BAO BÌ THUỶ TINH –  
PHẦN 1: XÁC ĐỊNH BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ VÀ  
PHÂN CẤP**

*Glassware - Hydrolytic resistance of the interior surfaces of glass containers -  
Part 1: Determination by titration method and classification*

**HÀ NỘI - 2008**



## Lời nói đầu

TCVN 7432 – 1 : 2004 hoàn toàn tương đương ISO 4802 - 1: 1988.

TCVN 7432 – 1 : 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 – 1 : 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 1: Xác định bằng phương pháp chuẩn độ và phân cấp

*Glassware – Hydrolytic resistance of the interior surfaces of glass containers – Part 1: Determination by titration method 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 xác định bằng phương pháp chuẩn độ một phần cho trước của dung dịch chiết sau khi cho ăn mòn bằng dung dịch axit clohydric, trong đó, độ bền tỷ lệ nghịch với lượng axit cần thiết.

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 chuẩn độ có thể so sánh được với cấp HC thu được theo TCVN 7432 - 2: 2004 (ISO 4802 – 2: 1988), mặc dù các giá trị thử riêng lẻ sẽ không bằng nhau.

### 2 Đối tượng áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho các loại bao bì như chai, lọ nhỏ, ống nhỏ (ampun), bình, cốc, v.v... 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.

### 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 7432 - 1: 2004**

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 7151 : 2002 (ISO 648 : 1977) Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh - Pipet một mức.

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.

ISO 1773 : 1976 *Laboratory glassware – Boiling flasks (narrow necked)* Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh - Bình đun sôi (cổ hẹp)

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**

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

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

#### 4.4

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

Thủy 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 thủy tinh này sẽ có độ bền nước vừa phải do thành phần hoá học của thủy 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 thủy 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 trong của bao bì thủy 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, 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.

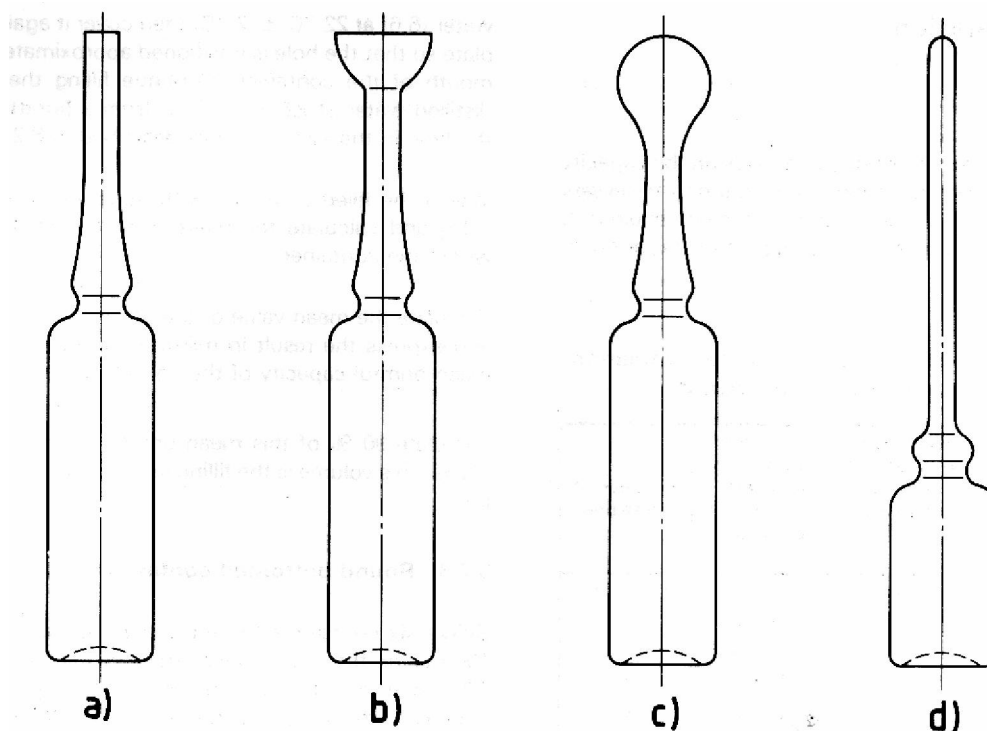
4.10

**Ống nhỏ (ampoule)**

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

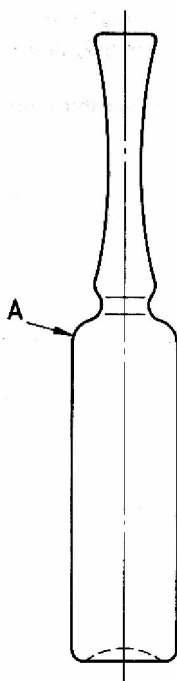
Ống nhỏ được đóng kín sau khi đổ đầy bằng cách hàn lại bằng lửa. Thông thường nó có dung tích đến 25 ml.

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 – Thể 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 thủy tinh được coi là sản phẩm.

Đổ đầy bao bì được thử bằng nước theo qui định đến một dung tích xác định và làm nóng bao bì được đầy hờ ở điều kiện qui định. Đo mức độ ăn mòn do nước bằng cách chuẩn độ 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 2, phù hợp với các yêu cầu qui định trong TCVN 48510 - 89 (ISO 3696: 1987) và đã loại các khí hoà tan như cacbon dioxit bằng cách đun sôi ít nhất 15 phút trong bình đun sôi bằng thủy tinh silicat nóng chảy hoặc borosilicat. Bình đun sôi phải được xử lý trước một lần như qui định ở 9.2 khi sử dụng lần đầu.

Khi thử, ngay trước khi dùng, nước để thử này phải được trung hoà với metyl đỏ, có nghĩa là nó phải tạo màu đỏ cam (không phải là đỏ tím hoặc vàng) tương đương với pH  $5,5 \pm 0,1$  khi thêm 4 giọt dung dịch chỉ thị metyl đỏ (6.5) vào 50 ml nước để thử.

**CHÚ THÍCH** Nước được tạo màu như vậy cũng có thể được sử dụng làm dung dịch so sánh (xem 9.3).

Nước để thử này thông thường có thể được bảo quản 24 giờ trong bình được đầy kín với pH không đổi.

## TCVN 7432 - 1: 2004

CHÚ Ý Nước loại 1, phù hợp với các yêu cầu qui định trong TCVN 4851 – 89 (ISO 3696: 1987) sẽ không phù hợp với các yêu cầu của pH nêu trên và sẽ không được sử dụng để xác định bằng phương pháp chuẩn độ.

**6.2 Axit clohydric**, dung dịch thể tích chuẩn,  $c(\text{HCl}) = 0,01 \text{ mol/l}$ .

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

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

**6.5 Metyl đỏ**, dung dịch chỉ thị.

Hoà tan 25 mg muối natri của metyl đỏ ( $\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{NaO}_2$ ) trong 100 ml nước để thử (6.1).

**6.6 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)).

## 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 được 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  $121 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ . 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 kế 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 là 50 ml, 25 ml, 10 ml hoặc 2 ml, 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 thủy tinh có độ bền nước cấp HGA 1 qui định trong TCVN 7431: 2004 (ISO 720:1985)<sup>1)</sup>.

Dung tích của buret sẽ được lựa chọn phù hợp với lượng axit clohydric dự kiến sẽ tiêu thụ (6.2).

**7.3 Bình nón**, dung tích 100 ml và 250 ml và phù hợp với qui định trong ISO 1773.

Trước khi dùng, mỗi bình mới phải được xử lý trước bằng cách cho vào hấp ở điều kiện qui định ở 9.2.

---

\*  $2,5 \times 10^5 \text{ N/m}^2 = 0,25 \text{ Mpa} = 2,5 \text{ bar}$

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

**7.4 Pipet**, dung tích thích hợp và phù hợp với các yêu cầu qui định đối với pipet cấp A trong TCVN 7151: 2002 (ISO 648: 1977).

**7.5 Nồi cách thủy**, có khả năng đun nóng tới khoảng 80 °C.

**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

Số bao bì đem thử phụ thuộc vào dung tích của bao bì, thể tích của dung dịch chiết cần thiết cho một phép chuẩn độ và số các kết quả chuẩn độ được yêu cầu. Số bao bì đem thử được tính toán theo các yêu cầu đưa ra trong Bảng 1.

**Bảng 1 - Số lượng bao bì cần để xác định độ bền nước bằng phương pháp chuẩn độ**

Dung tích của bao bì [thể tích tương đương với thể tích chứa (xem 8.2)] ml	Số bao bì tối thiểu cho một phép chuẩn độ	Thể tích dung dịch chiết cho một phép chuẩn độ ml	Số phép chuẩn độ
Đến và bằng 3	10	25,0	1
Trên 3 đến và bằng 30	5	50,0	2
Trên 30 đến và bằng 100	3	100,0	2
Trên 100 trở lên	1	100,0	3

**8.2 Xác định thể tích chứa**

**8.2.1 Bao bì đáy phẳng có 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 của nước được đổ vào ở 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 (6.6) 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 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 mililit 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 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 tới 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 mở

Quấn băng dính quanh miệng bao bì sao cho băng dính bao quanh ngang với miệng của bao bì. Cân bao bì cùng với 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 các 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

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

#### 9.1 Làm sạch mẫu

Quy 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 bẩn phát sinh trong quá trình bảo quản và vận chuyển. Rửa từng mẫu cẩn thận ít nhất hai lần với nước cất (6.6) ở nhiệt độ môi trường, sau đó để đứng yên rồi đổ đầy nước cất. Ngay trước khi thử, xả 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.

## TCVN 7432 - 1: 2004

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. 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 thêm 10 phút nữa. Đóng lỗ van lại và tăng nhiệt độ đến 121 °C với tốc độ 1 °C/phút. Giữ nguyên nhiệt độ 121 °C  $\pm$  1 °C trong 60 phút  $\pm$  1 phút kể từ lúc đạt được nhiệt độ trên, sau đó làm nguội đến 100 °C với tốc độ 0,5 °C/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  $\pm$  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 thủy (7.5), làm nóng đến nhiệt độ khoảng 80 °C, và cho dòng nước lạnh chảy vào trong và bên ngoài nồi cách thủy 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 thủy 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

Gộp dung dịch chiết ở các bao bì (xem cột 2 Bảng 1). Khi làm rỗng các ống nhỏ đang đầy, có nguy cơ là dung dịch được trung hoà bởi cacbon dioxit (CO<sub>2</sub>) được hấp thụ từ khí quyển. Để loại trừ việc này, úp ngược các ống nhỏ và đốt nhẹ đáy ống bằng ngọn lửa nhẹ. Trong trường hợp nếu dung dịch chiết gom được từ các bao bì có dung tích ít hơn hoặc bằng 3 ml, thì dùng pipet lấy 25,0 ml (xem cột 3 Bảng 1) cho vào bình nón có dung tích 100 ml (7.3). Trong trường hợp nếu dung dịch chiết gom được từ các bao bì có dung tích từ 3 ml đến 30 ml hoặc từ 30 ml đến 100 ml (xem cột 1 Bảng 1), thì dùng pipet lấy riêng rẽ từng phần 50,0 ml và 100,0 ml (xem cột 3 Bảng 1) cho vào riêng từng bình nón có dung tích 250 ml (7.3).

Trong trường hợp nếu các mẫu thử có dung tích lớn hơn 100 ml (xem cột 1 Bảng 1), thì dùng pipet lấy 100,0 ml dung dịch ở mỗi bao bì cho vào riêng từng bình nón có dung tích 250 ml (7.3).

Chuẩn bị dung dịch so sánh bằng cách dùng pipet lấy một lượng nước để thử (6.1) tương đương với lượng dung dịch chiết đã lấy cho vào bình nón (7.3) có dung tích tương ứng với kích thước của bao bì đem thử. Thêm hai giọt dung dịch chỉ thị metyl đỏ (6.5) vào mỗi 25 ml nước để thử (6.1).

Thêm hai giọt dung dịch chỉ thị metyl đỏ (6.5) vào mỗi 25 ml dung dịch chiết và chuẩn độ với axit clohydric (6.2) cho đến khi màu của dung dịch khớp hoàn toàn với màu của dung dịch so sánh.

Giá trị chuẩn độ ít hơn 1,0 ml sẽ được biểu thị chính xác đến hai số thập phân, các giá trị chuẩn độ lớn hơn hoặc bằng 1,0 ml được biểu thị 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 được làm bằng thủy tinh natri-canxi-silicat có thể tăng đáng kể bằng cách xử lý các bề mặt trong 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 từ các mẫu đã được thử trước.

Đổ hỗn hợp của 1 thể tích axit flohydric (6.4) với 9 thể tích axit clohydric (6.3) 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 (6.6), 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 được 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 phép chuẩn độ bằng mililit dung dịch axit clohydric (6.2) trên 100 ml dung dịch chiết. Các kết quả cũng có thể được tính toán và biểu thị bằng miligam natri oxit ( $\text{Na}_2\text{O}$ ) trên 100 ml dung dịch chiết:

1 ml dung dịch axit clohydric

$[c(\text{HCl}) = 0,01 \text{ mol/l}] \cong 310 \text{ } \mu\text{g}$  natri oxit

## TCVN 7432 - 1: 2004

### 10.2 Phân cấp

Bao bì được phân cấp như chỉ dẫn trong Bảng 2, phù hợp với lượng dung dịch axit clohydric (6.2) đã tiêu thụ khi thử theo qui định ở 9.3 và tính toán theo 10.1.

### 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.

**Bảng 2 - Các giá trị tối đa trong phép thử độ bền nước bề mặt của bao bì  
(phương pháp chuẩn độ)**

Dung tích của bao bì [thể tích tương đương với thể tích chứa(xem 8.2)]		Giá trị tiêu thụ tối đa lượng dung dịch axit clohydric [c(HCl) = 0,01 mol/l] (6.2) trên 100 ml dung dịch chiết, ml/100 ml			
		Cấp HC1 và HC2	Cấp HC 3	Cấp HC B	Cấp HC D
Đến và bằng	1	2,0	20,0	4,0	32,0
Trên 1 đến và bằng	2	1,8	17,6	3,6	28,0
Trên 2 đến và bằng	5	1,3	13,2	2,6	21,0
Trên 5 đến và bằng	10	1,0	10,2	2,0	17,0
Trên 10 đến và bằng	20	0,80	8,1	1,6	13,5
Trên 20 đến và bằng	50	0,60	6,1	1,2	9,8
Trên 50 đến và bằng	100	0,50	4,8	1,0	7,8
Trên 100 đến và bằng	200	0,40	3,8	0,80	6,2
Trên 200 đến và bằng	500	0,30	2,9	0,60	4,6
Trên 500 trở lên		0,20	2,2	0,40	3,6

### 10.4 Ký hiệu

Độ bền nước bề mặt trong của bao thuỷ 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 lượng tiêu thụ dung dịch axit clohydric là 1,6 ml [ $c(\text{HCl}) = 0,01 \text{ mol/l}$ ] trên 100 ml dung dịch chiết là:

**Bao bì thủy tinh có độ bền nước cấp HC B – TCVN 7432 - 1: 2004 (ISO 4802 – 1: 1988).**

## **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) số mẫu thử dùng cho một phép chuẩn độ;
  - f) giá trị trung bình của các phép chuẩn độ;
  - g) bao bì có độ bền nước cấp HC (ký hiệu của bao bì đã được thử);
  - h) đối với bao bì có độ bền nước cấp HC 2, công bố phép thử được lặp lại sau khi cho ăn mòn trên bề mặt (xem 9.4) hay không và các kết quả thu được;
  - i) công bố rằng ống nhỏ kín đã được thử;
  - j) bất kỳ những điều bất thường nào được ghi nhận trong quá trình xác định.
-