TCVN TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9183:2012

Xuất bản lần 1

CÁT ĐỂ SẢN XUẤT THỦY TINH - PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SILIC DIOXIT

Sand for glass manufacture - Test method for determination of silicon dioxide

HÀ NỘI - 2012

Mục lục

Lời nói đầu 4

1 Phạm vi áp dụng 5

2 Tài liệu viện dẫn 5

3 Quy định chung 5

4 Hóa chất, thuốc thử 5

5 Thiết bị, dụng cụ 5

6 Chuẩn bị mẫu thử 6

7 Phương pháp thử 6

7.1 Nguyên tắc 6

7.2 Cách tiến hành 6

7.3 Tính kết quả 7

8 Báo cáo thử nghiệm 7

Cát để sản xuất thủy tinh - Phương pháp xác định hàm lượng silic dioxit

Sand for glass manufacture -Test method for determination of silicon dioxide

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hóa học để xác định hàm lượng silic dioxit trong cát để sản xuất thủy tinh.

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.*

3 Quy định chung

Theo TCXD 136:1985.

4 Hóa chất, thuốc thử

4.1 Axit flohydric (HF), dung dịch 40 %, d= 1,12.

4.2 Axit sunfuric (H_2SO_4), đậm đặc, d = 1,84.

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

5 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm và:

---

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

5.1 Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,000 1 g.

5.2 Tủ sấy, đạt nhiệt độ tối đa đến 300 °C ± 5 °C, có bộ phận điều khiển và khống chế nhiệt độ

5.3 Lò nung, có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ đến 950 °C ± 50 °C.

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 Cốc thủy tinh chịu nhiệt, dung tích 250 mL; 500 mL; 1000 mL.

5.8 Chày, cối, bằng đồng hoặc bằng thép.

5.9 Chày, cối mã não.

5.10 Sàng các loại, có kích thước lỗ: 150 μm; 250 μm.

5.11 Bình hút ẩm, chứa hạt silicagel.

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

5.13 Giấy lọc, chảy trung bình (đường kính lỗ trung bình khoảng 7 μm).

5.14 Giấy pH.

6 Chuẩn bị mẫu thử

Theo TCXD 136:1985.

7 Phương pháp thử

7.1 Nguyên tắc

Làm bay hơi hợp chất chứa silic ở dạng tetraflorua và nung cặn còn lại ở nhiệt độ 950 °C ± 50 °C từ đó tính ra lượng silic dioxit có trong mẫu.

7.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 1 g mẫu (Điều 6) chính xác đến 0,000 1 g vào chén bạch kim đã được nung cân biết khối lượng và nung ở nhiệt độ 950 °C ± 50 °C trong khoảng 1 h, làm nguội chén trong bình hút ẩm và cân, lặp lại quá trình nung chén 30 min nữa, để nguội và cân đến khi thu được khối lượng không đổi (m_1). Tẩm ướt mẫu trong chén bằng vài giọt nước, thêm vào chén 1 mL đến 2 mL dung dịch axit sunfuric (1 + 1) (4.3) và từ 8 mL đến 10 mL axit flohydric (4.1). Lắc nhẹ chén để trộn đều hỗn hợp. Đặt chén lên bếp điện làm bay hơi dung dịch đến khi xuất hiện khói trắng. Để nguội chén, thêm tiếp vào chén từ 8 mL đến 10 mL axit flohydric nữa và tiếp tục làm bay hơi trên bếp điện đến khô kiệt (không còn khói trắng bốc ra. Đối với những mẫu cát khó hòa tan, cần xử lý thêm bằng axit flohydric (4.1) một lần nữa. Chuyển chén vào lò nung ở nhiệt độ 950 °C ± 50 °C trong 40 min, làm nguội chén trong bình hút ẩm

đến nhiệt độ phòng và cân. Lặp lại quá trình nung (khoảng 20 min) làm nguội và cân đến khi thu được khối lượng không đổi (m_2).

7.3 Tính kết quả

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

$$\%SiO_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times K \times 100$$

trong đó:

m_1: Khối lượng chén và mẫu thử sau khi nung, tính bằng gam (g);

m_2: Khối lượng chén và cặn còn lại sau khi sử lý bằng axit flohydric và nung, tính bằng gam (g);

m: Lượng cân mẫu thử, tính bằng gam (g).

K: Hệ số (thực nghiệm) để hiệu chỉnh kết quả theo lượng cặn còn lại được ghi trong Bảng 1.

Bảng 1 - Hệ số thực nghiệm

Tỷ số $\frac{(m_2 - m_3)}{m} \times 100$ (m_3: Khối lượng chén bạch kim, tính bằng gam (g))	K
Nhỏ hơn hoặc bằng 2,0 %	1,00
Từ 2,0 % đến 2,5 %	0,90
Từ 2,5 % đến 3,0 %	0,80
Từ 3,0 % đến 4,0 %	0,75
Từ 4,0 % đến 5,0 %	0,70

Chênh lệch giữa hai thí nghiệm tiến hành song song, không lớn hơn 0,30 %.

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.