

<p>Việt nam Dân chủ Cộng hòa</p> <p>Ủy ban Khoa học và kỹ thuật Nhà nước Viện Tiêu chuẩn</p>	<p>THỦY TINH</p> <p>Phương pháp xác định độ bền nước</p>	<p>TCVN 1046 -- 71</p> <hr/> <p>Nhóm 1</p>
<p>1. Độ bền nước là chỉ tiêu đặc trưng cho khả năng chịu được tác dụng ăn mòn của nước, thể hiện bằng lượng các chất kiềm tan ra từ bề mặt thủy tinh trong nước.</p> <p>2. Nội dung của phương pháp Xác định lượng các chất kiềm đã tan trong nước từ những hạt thủy tinh cỡ 0,30 – 0,50 mm bằng cách chuẩn độ.</p> <p>3. Thiết bị, dụng cụ, thuốc thử</p> <p>3.1. Thiết bị, dụng cụ</p> <p>Chày, cối bằng thép tôi, đường kính trong của cối khoảng 50 mm;</p> <p>Bộ sàng, gồm:</p> <p>1 mặt sàng có kích thước lỗ sàng 0,50 mm, bằng thép không rỉ (hay bằng một loại vật liệu không rỉ);</p> <p>1 mặt sàng có kích thước lỗ sàng 0,30 mm, bằng thép không rỉ (hay bằng một loại vật liệu không rỉ);</p> <p>Nắp đáy, khung sàng, khay hứng bằng thép không rỉ, gỗ hoặc nhựa;</p> <p>Nồi cách thủy, nhiệt độ 100°C, dung tích cần phù hợp với điều kiện thí nghiệm;</p> <p>Tủ sấy;</p> <p>Nhiệt kế 120°C đảm bảo đo chính xác đến $\pm 0,2$ độ;</p> <p>Cân phân tích, đảm bảo cân chính xác đến $\pm 0,0005$ g;</p> <p>Bình định mức cổ hẹp và nút mài, dung tích 50 ml, làm bằng thủy tinh có độ bền nước cấp 1 TCVN 1049 – 71;</p> <p>Microburet, dung tích 2,5 ml;</p> <p>Pipet định mức, dung tích 25 ml;</p> <p>Bình nón cổ rộng, dung tích 100 ml;</p>		
<p>Viện Tiêu chuẩn biên soạn</p>	<p>Ủy ban Khoa học và kỹ thuật Nhà nước duyệt y ngày 9-7-1971</p>	<p>Có hiệu lực từ 1-7-1972</p>

Các bình định mức trước khi sử dụng lần đầu phải hấp hay nấu với nước cất 30 phút nhưng không được sấy nóng.

Trường hợp chưa có bình định mức làm bằng thủy tinh có độ bền nước cấp 1, có thể tạm thay thế bằng bình định mức làm bằng thủy tinh có độ bền nước cấp 2 TCVN 1049—71, nhưng trước khi sử dụng phải hấp hay nấu với nước cất trong 3 giờ nhưng không được sấy nóng.

3.2. Thuốc thử

Nước cất phải là nước mới cất và đã đuổi hết cacbon dioxit bằng cách đun sôi trong bình thủy tinh thạch anh.

Sau khi thêm metyla đỏ vào, nước cất phải có màu từ da cam đến đỏ, và không được có màu tím đỏ. Ngoài ra, trong nước cất không được có các ion kim loại nặng (thử bằng thuốc thử hữu cơ đặc biệt, chẳng hạn dùng dithizon để tìm các ion Cu, Zn, Al và Sn).

Axit clohidric, tinh khiết hóa học, nồng độ 0,01N;

Metyla đỏ, dung dịch 100 mg trong 100 ml etanola 95^o;

Dung dịch đệm pH = 5,2. Cách chuẩn bị dung dịch đệm:

Hòa tan 21,015 g axit xitric tinh thể trong 1 lit nước cất hòa tan 28,4 g dinatri hidrophotphat khan (hoặc 36,5 g $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) trong 1 lit nước cất. Sau đó trộn 92,8 ml dung dịch đầu với 107,2 ml dung dịch thứ hai.

4. Cách xác định

4.1. Lấy ít nhất 50 g mẫu. Các mẫu phải được khử ứng lực trước khi đem thử. Rửa sạch các tạp chất trên bề mặt mẫu, lau khô bằng giấy lọc rồi rửa lại bằng etanola. Nghiền nhỏ mẫu (giã ít chày với từng mẻ nhỏ trong cối để ngăn ngừa khả năng kết dính giữa những mảnh vụn cực nhỏ), sau đó tải các hạt thủy tinh vừa giã được lên mặt sàng 0,50 mm thành một lớp không dày quá 5 mm. Sàng để loại riêng những hạt cỡ dưới 0,50 mm. Còn những hạt trên sàng lại bỏ vào cối giã thêm, cứ thế tiếp tục cho tới khi khối lượng các hạt trên sàng chỉ còn độ 10 g.

4.2. Lấy không ít hơn 25 g hạt thủy tinh cỡ dưới 0,50 mm vừa thu được tải trên mặt sàng 0,03 mm, sàng kỹ để loại bỏ bụi và những phần tử nhỏ. Lắc đến khi nào trên bề mặt tờ

giấy đen đặt dưới sàng chỉ thấy những hạt thủy tinh mà không tạo thành một lớp bụi mỏng. Giữ lại phần hạt thủy tinh còn lại trên sàng 0,30 mm.

4.3. Dùng nam châm hút những hạt sắt vụn lẫn trong những hạt thủy tinh vừa thu được.

4.4. Để tách bụi một cách triệt để khỏi các mẫu hạt, đổ lượng hạt thủy tinh trên vào cốc thủy tinh dung tích 50 ml và rửa bằng etanola cho đến khi thu được một lớp etanola trong suốt trên bề mặt lớp hạt. Khi rửa bụi, dùng đũa thủy tinh đầu tròn khuấy, sau đó để yên 10 - 15 giây rồi rót rượu vào bình thu hồi.

4.5. Sấy khô những hạt đã rửa trong tủ sấy ở nhiệt độ 100°C đến khối lượng không đổi.

4.6. Cân 3 mẫu hạt thủy tinh đã sấy khô mỗi mẫu 2 g, chính xác đến 0,0005 g, sau đó cho 3 mẫu vào 3 bình định mức dung tích 50 ml. Trường hợp khối lượng thể tích của thủy tinh dưới $2,31 \text{ g/cm}^3$, hoặc quá $2,7 \text{ g/cm}^3$, để không có sự thay đổi lớn về diện tích tác động, phải điều chỉnh lượng mẫu cho tương ứng với $0,8 \text{ cm}^3$ vật liệu thủy tinh.

Lượng mẫu = $0,8 \times$ khối lượng thể tích của thủy tinh.

4.7. Rót nước cất vào 3 bình định mức (đã có hạt thủy tinh) tới ngang vạch mức. Lắc nhẹ dung dịch trong bình để các hạt thủy tinh tãi đều khắp đáy bình.

4.8. Xếp các bình không nút vào nồi cách thủy (100°C), mức nước trong nồi phải đến ngang cổ bình. Kẹp chắc cho các bình có thể đứng vững. Sau đó tiếp tục đun nước trong nồi cách thủy đến nhiệt độ sôi. Sau 5 phút đây nút bình lại và giữ trong nước sôi 60 phút, tính từ lúc nước bắt đầu sôi lại lần thứ hai.

4.9. Lấy bình ra và làm lạnh dung dịch trong bình dưới vòi nước lạnh. Thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều. Dùng pipet để lấy 25 ml dung dịch từ mỗi bình chuyển sang 3 bình nón để chuẩn độ.

4.10 Thêm vào mỗi bình 2 giọt metyla đỏ và chuẩn độ bằng dung dịch axit clohidric 0,01 N cho đến khi màu của dung dịch thử đồng nhất với màu của 25 ml dung dịch đệm

pH = 5,2 đã có hai giọt metyla đỏ. Ghi lượng dung dịch axit clohidric 0,01 N đã tiêu tốn để chuẩn độ 25 ml dung dịch thử.

Chuẩn độ tất cả 3 mẫu thử.

Làm thí nghiệm với một mẫu trắng.

5. Tính toán kết quả

Độ bền nước (x) của thủy tinh tinh theo natri oxit theo công thức sau :

a) tính bằng mg/g :

$$x = 0,31 (V - V_0)$$

b) tính bằng $\mu\text{g dl/g}$:

$$x = 10 (V - V_0)$$

trong đó :

V - lượng dung dịch axit clohidric 0,01 N tiêu tốn để chuẩn độ mẫu thử, tính bằng ml ;

V_0 - lượng dung dịch axit clohidric 0,01 N tiêu tốn để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng ml ;

0,31 - hệ số để tính chuyển axit clohidric 0,01 N ra mg Natri oxit ;

10 - hệ số để tính chuyển ml^3 axit clohidric 0,01 N theo natri oxit tính bằng $\mu\text{g dl/g}$.

Tính trung bình cộng của các kết quả thử.

Hiệu số giữa kết quả riêng biệt và giá trị trung bình cộng so với trung bình cộng không được quá $\pm 10\%$ với thủy tinh bền nước cấp 1 và 2 TCVN 1049 - 71 và quá $\pm 5\%$ với thủy tinh bền nước cấp từ 3-5 TCVN 1049 - 71 nếu vượt quá thì phải xác định lại với số mẫu giống như cũ.

Chú thích : Trường hợp khối lượng hạt trong mỗi mẫu thử không phải là 2g thì kết quả (x) phải chia cho m/2 (m là khối lượng hạt trong mỗi mẫu thử).