

TCVN 1048 : 2007

ISO 1176 : 1985

Xuất bản lần 2

**THỦY TINH – ĐỘ BỀN ẮN MÒN BỞI AXIT CLOHYDRIC Ở
100 °C – PHƯƠNG PHÁP PHỔ PHÁT XẠ NGỌN LỬA HOẶC
PHƯƠNG PHÁP PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA**

*Glass – Resistance to attack by hydrochlohydric acid at 100 °C – Flame emission or
flame atomic absorption spectrometric method*

HÀ NỘI – 2007

Lời nói đầu

TCVN 1048 : 2007 thay thế TCVN 1048 : 1988.

TCVN 1048 : 2007 hoàn toàn tương đương với ISO 1776 : 1985.

TCVN 1048 : 2007 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 công bố.

Thủy tinh – Độ bền ăn mòn bởi axit clohydric ở 100 °C – Phương pháp phổ phát xạ ngọn lửa hoặc phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

Glass – Resistance to attack by hydrochloric acid at 100 °C – Flame emission or flame atomic absorption spectrometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp phổ phát xạ ngọn lửa (FES) hoặc phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (FAAS) để xác định hàm lượng oxit kim loại kiềm thôi ra từ bề mặt của dụng cụ thủy tinh khi chịu sự tác động của dung dịch axit clohydric ở 100 °C. Hàm lượng oxit kim loại kiềm xác định được là tiêu chuẩn để đánh giá độ bền axit của thủy tinh.

2 Lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho các mảnh thủy tinh, thường là ở dạng phẳng, nhưng nếu cần có thể có dạng cong được cắt từ các dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh, từ các phần của tấm thủy tinh, ống hoặc phụ tùng hoặc từ một số các dụng cụ khác được sử dụng trong các thí nghiệm hoá học.

Độ bền axit của thủy tinh “dạng sản phẩm”, như là độ bền axit của bề mặt ban đầu được đánh bóng bằng lửa được xác định khi diện tích của bề mặt cắt và các cạnh nhẵn không vượt quá 10 % tổng diện tích bề mặt của mẫu thử.

Độ bền axit của thủy tinh “dạng vật liệu” được xác định khi bề mặt ban đầu bị biến đổi do xử lý bằng axit clohydric được mô tả như ở 7.3. Việc xử lý axit sơ bộ này được áp dụng cho tất cả các mẫu thử của thủy tinh boro silicat 3.3 được lấy từ các phần của tấm thủy tinh, ống và phụ kiện.

Sự khác nhau giữa độ bền axit của thủy tinh “dạng sản phẩm” và “dạng vật liệu” trong trường hợp khi dụng cụ được xử lý bề mặt trong hoặc sau khi sản xuất là quan trọng.

TCVN 1048 : 2007

3 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu 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 cả các sửa đổi.

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 4851 : 1989 (ISO 3696 : 1987) Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

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 7150 : 2007(ISO 835 : 2007), Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet chia độ.

TCVN 7153 : 2002 (ISO 1042 : 1985) Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Bình định mức.

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

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

ISO 3585, *Glass plant, pipeline and fittings – Properties of borosilicate glass 3.3.*(Thiết bị kỹ thuật, đường ống và các phụ kiện bằng thủy tinh – Đặc tính của thủy tinh boro silicat 3.3).

ISO 6955, *Analytical spectroscopic methods – Flame emission, atomic absorption, and atomic fluorescence – Vocabulary* (Phương pháp phân tích quang phổ – Phổ phát xạ ngọn lửa, phổ hấp thụ nguyên tử và phổ huỳnh quang nguyên tử – Từ vựng).

4 Nguyên tắc

Phương pháp là phép thử cho thủy tinh “dạng sản phẩm” và “dạng vật liệu”.

Cho ăn mòn các mẫu thử có diện tích từ 30 cm² đến 40 cm² bằng dung dịch axit clohydric (HCl) = 6 mol/l trong 3 h ở nhiệt độ 100 °C.

Xác định hàm lượng oxit kim loại kiềm dựa trên đơn vị diện tích được chiết bằng phương pháp phổ phát xạ ngọn lửa hoặc phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.

5 Thuốc thử

Trong suốt quá trình thử, trừ khi có qui định khác, chỉ sử dụng các thuốc thử có cấp độ tinh khiết phân tích.

5.1 Nước loại 2, phù hợp với các yêu cầu qui định trong TCVN 4851 : 1989 (ISO 3696 : 1987)

5.2 Dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 6 \pm 0,2 \text{ mol/l}$, được chuẩn bị bằng cách thêm 1 thể tích dung dịch axit clohydric đậm đặc ($\rho = 1,18 \text{ g/ml}$) vào 1 thể tích của nước loại 2 (5.1). Hàm lượng kiềm (Na_2O và K_2O) của dung dịch này phải nhỏ hơn $0,2 \mu\text{g/ml}$ tính theo oxít.

Axit clohydric có cấp độ phân tích thông thường phải đáp ứng được yêu cầu này. Điều này phải được đảm bảo đối với tất cả các chai axit clohydric được cung cấp.

Nếu hàm lượng kim loại kiềm cao hơn thì dung dịch axit clohydric phải được tinh chế, ví dụ theo qui trình mô tả ở phụ lục.

5.3 Dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) \approx 2 \text{ mol/l}$, được chuẩn bị bằng cách thêm 1 thể tích dung dịch axit clohydric đậm đặc ($\rho = 1,18 \text{ g/ml}$) vào 5 thể tích của nước loại 2 (5.1).

5.4 Dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) \approx 1 \text{ mol/l}$.

5.5 Dung dịch axit flohydric, $\text{HF} = 40 \% (m/m)$.

5.6 Dung dịch đệm ion hoá, dùng để xác định chính xác kim loại kiềm, đặc biệt khi chiết thuỷ tinh có hàm lượng canxi cao hơn. Hàm lượng kiềm (Na_2O và K_2O) của dung dịch đệm ion hoá khi đo trong dung dịch 10 % (V/V) dung dịch đệm ion hoá trong nước loại 2 (5.1) phải nhỏ hơn $0,5 \mu\text{g/ml}$ tính theo oxít.

CHÚ THÍCH: Dung dịch đệm ion hoá có thể được chuẩn bị bằng cách hoà 250 g nhôm nitrat ngậm $9\text{H}_2\text{O}$ [$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$] và 50 g xesi clorua (CsCl) trong nước loại 2 (5.1) và pha loãng đến 1 lít. Có thể sử dụng dung dịch bán sẵn trên thị trường như loại “dung dịch đệm “Schuhnecht-Schinkel”.

5.7 Etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) hoặc **acetone** (CH_3COCH_3)

6 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị thí nghiệm thông thường và

6.1 Tủ sấy, có khả năng duy trì nhiệt độ ở $100 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$.

6.2 Tủ sấy, thích hợp để sấy được đến $130 \text{ }^\circ\text{C}$.

6.3 Máy quang phổ phát xạ ngọn lửa hoặc máy quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.

6.4 Dụng cụ đo độ dài, phù hợp để đo chiều dài và đường kính, chính xác đến $0,2 \text{ mm}$.

6.5 Đĩa, được làm bằng polytetrafluoretylen (PTFE) nén có khối lượng riêng cao và độ rỗng thấp, có dung tích khoảng 70 ml (dung tích tràn), độ dày thành khoảng 5 mm, đường kính trong khoảng 60 mm và chiều cao bên trong khoảng 25 mm. Đĩa phải đậy kín được bằng nắp xoáy có ren.

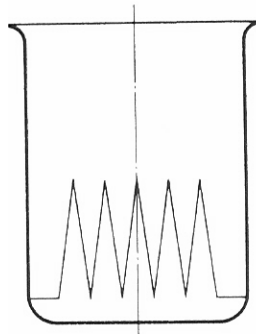
TCVN 1048 : 2007

Đĩa phải được trang bị một giá đỡ phù hợp làm bằng polytetrafloetylen (PTFE) hoặc bốn đế hình chóp nhọn bằng PTFE, cao khoảng 3 mm và được gắn cố định ở đáy để giữ các mẫu tại khoảng cách này, tính từ đáy.

CHÚ THÍCH: Nắp có thể có một khe hở đến 5 mm ở đường kính, sao cho có thể đưa được cặp nhiệt kế vào trong đĩa để đo và kiểm soát được nhiệt độ tại $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$, ví dụ với cặp nhiệt kế sắt-đồng/niken (Fe-CuNi).

6.6 Kẹp, đầu kẹp được bịt bằng vật liệu có độ bền hoá học phù hợp, ví dụ như platin hoặc chất dẻo chịu hoá chất. Trước khi sử dụng, đầu kẹp được xử lý trước với dung dịch axit clohydric (5.3) và phải rửa sạch ngay lập tức trong nước loại 2 (5.1).

6.7 Cốc thí nghiệm có mỏ, làm bằng chất dẻo, dung tích 250 ml, được gắn với giá đỡ (xem hình 1) làm bằng sợi platin để giữ các mẫu trong khi xử lý sơ bộ bằng axit.



Hình 1 – Cốc thí nghiệm có mỏ với giá đỡ để giữ mẫu trong khi xử lý sơ bộ bằng axit.

6.8 Cốc thí nghiệm có mỏ, dung tích 50 ml phù hợp các yêu cầu qui định trong TCVN 7154 : 2002 (ISO 3819 : 1985) và được làm bằng thuỷ tinh boro silicat 3.3 theo qui định của ISO 3585.

Cốc mới hoặc cốc đã bị nhiễm bẩn phải được xử lý trước theo cách sau: nhúng cốc vào axit clohydric (5.3) và đun sôi trong 2 h. Sau đó cốc được tráng rửa với nước, nhúng vào nước và đun nóng, làm như trên hai lần , mỗi lần 1 h với nước mới.

6.9 Bình đun sôi, (ví dụ bình nón hoặc bình định mức), dung tích 50 ml phù hợp các yêu cầu qui định trong ISO 1773 và được làm bằng polypropylen hoặc thuỷ tinh thạch anh. Cổ của bình polypropylen phải có độ dài vừa đủ để giữ được bình khi đun nóng trong bể (6.10). Xung quanh cổ bình làm bằng thuỷ tinh thạch anh được bọc một lớp nhôm mỏng để cách ly.

CHÚ THÍCH: Polypropylen phải chịu được nhiệt độ $\approx 130\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.10 Bể gia nhiệt, có thể dùng dầu, có khả năng giữ được nhiệt độ ở $125\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.

CHÚ THÍCH: Đối với bình thuỷ tinh thạch anh, có thể dùng cát .

6.11 Máy khuấy từ, có phần quay được bọc bằng chất dẻo.

6.12 Bình định mức, dung tích 5 ml, phù hợp các yêu cầu qui định đối với bình định mức cấp A trong TCVN 7153 : 2002 (ISO 1042 : 1985), làm bằng thuỷ tinh, có độ bền nước của thuỷ tinh hạt cấp HGA 1 như qui định trong TCVN 7431 : 2004 (ISO 720 : 1985) ¹⁾.

6.13 Pipet chia độ kiểu xả từng phần, dung tích 2 ml và phù hợp với các qui định đối với pipet kiểu 1, cấp A ở TCVN 7150 : 2007(ISO 835 : 2007).

7 Chuẩn bị mẫu thử

7.1 Điều hoà các mẫu thử để chuẩn bị thử

Các mẫu thử phải có tổng diện tích bề mặt từ 30 cm² đến 40 cm² và được lấy từ dụng cụ thuỷ tinh xuất xưởng đã được ủ kỹ. Tách bỏ các góc cạnh sắc, xù xì hoặc các mảnh nhỏ ra khỏi các cạnh bằng cách mài nhẹ. Không được đánh bóng các cạnh bằng lửa.

7.2 Đo các kích thước dạng thẳng

Đo tất cả các kích thước chính xác đến 0,2 mm và tính tổng diện tích bề mặt thực tế.

7.3 Đối với phép thử thuỷ tinh “dạng vật liệu” và thuỷ tinh tấm, ống và phụ tùng (xử lý sơ bộ với axit)

Để các mẫu thử có độ dày bất kỳ vào giá đỡ (6.7) được gắn trong cốc thí nghiệm có mỏ (6.7), như ở hình 1. Lắp con quay của máy khuấy (6.11) vào và sau đó rất cẩn thận, cho thêm một hỗn hợp gồm 1 phần dung dịch axit clohydric (5.5) và 9 phần dung dịch axit clohydric (5.3) dọc theo thành của cốc cho đến khi các mẫu được ngập hoàn toàn. Nhiệt độ của hỗn hợp phải bằng nhiệt độ môi trường. Khuấy hỗn hợp bằng khuấy từ trong 10 min. Giữ các mẫu ở nguyên vị trí bằng một que khuấy chất dẻo, đổ hỗn hợp ra. Rót nước loại 2 (5.1) vào cốc và gạt chất lỏng đi. Dùng kẹp (6.6) lấy từng mẫu ra và rửa kỹ trong nước loại 2. Cuối cùng tráng các mẫu bằng etanol (5.7) hoặc bằng axeton (5.7) và sau đó đem sấy chúng 30 min trong tủ sấy (6.2) ở nhiệt độ 115 °C.

7.4 Đối với phép thử thuỷ tinh “dạng sản phẩm”

Độ dày của các mẫu không vượt quá ≈ 2 mm cho tổng diện tích bề mặt từ 30 cm² đến 40 cm². Có nghĩa là diện tích bề mặt cắt mới không được vượt quá 10 % tổng diện tích bề mặt.

Rửa kỹ các mẫu với nước loại 2 (5.1), sau đó tráng bằng etanon (5.7) hoặc bằng axeton (5.7). Sấy các mẫu trong tủ sấy (6.2) 30 min ở nhiệt độ khoảng 115 °C.

¹⁾ Thuỷ tinh có hạt bền nước cấp HGB 1- ISO 719 phải thoả mãn các yêu cầu của cấp HGA 1 qui định trong ISO 720.

8 Cách tiến hành

8.1 Số lượng mẫu dùng để xác định

Thử ba mẫu và ba dung dịch trắng như qui định ở 8.2.

8.2 Ăn mòn bằng axit và thử mẫu trắng

Làm nóng tủ sấy (6.2) đến 115 °C và tủ sấy (6.1) đến 100 °C ± 1 °C. Dùng kẹp (6.6) cho từng mẫu (đã được chuẩn bị theo điều 7) vào từng đĩa riêng biệt, đậy kín cả ba đĩa bằng nắp, cho vào tủ sấy nóng (6.2) và để qua đêm. Bằng cách trên, làm nóng ba đĩa không có mẫu dùng cho phép thử mẫu trắng và một mẫu để kiểm tra nhiệt độ đó.

Ngày tiếp theo đun nóng bẫy phần, mỗi phần chính xác là 25 ml axit clohydric (5.2) trong cốc (6.8) cho đến khi sôi. Sau đó chuyển đĩa đang nóng dùng để kiểm tra nhiệt độ (không có mẫu) vào tủ hút và đổ dung dịch axit clohydric đang sôi vào. Đậy và đóng đĩa lại, đưa cặp nhiệt kế vào và đặt lại đĩa vào tủ sấy khác (6.1) ở 100 °C. Lặp lại qui trình đầy đủ này với ba đĩa khác không có mẫu (để thử mẫu trắng) và cuối cùng với ba đĩa có chứa mẫu (dung dịch chiết). Thời gian được tính từ đĩa đầu tiên có mẫu được đặt lại vào tủ sấy là 3 h.

CHÚ THÍCH: Thời gian trước khi đĩa được đặt trở lại vào trong tủ sấy không được quá 2 min. Phải bảo vệ đến mức có thể các đĩa trong tủ sấy khỏi luồng không khí lạnh lọt vào qua cửa tủ sấy.

Đo nhiệt độ của một đĩa và điều chỉnh nhiệt độ tủ sấy (6.1), nếu cần, để giữ nhiệt độ ở 100 °C ± 1 °C.

Sau 3 h, lấy các đĩa ra khỏi tủ sấy, gạn dung dịch ngâm chiết và dung dịch thử mẫu trắng vào trong các bình đun sôi riêng biệt, trừ đĩa đã dùng để kiểm soát nhiệt độ. Nhúng các bình vào trong bể gia nhiệt (6.10), ở 120 °C đến 130 °C, càng sâu càng tốt. Dùng kẹp lấy mẫu ra khỏi đĩa. Rửa kỹ bằng tia nước loại 2 (5.1). Tùy thuộc vào mức độ bay hơi của dung dịch trong các bình mà cho thêm nước rửa vào và kết thúc việc rửa các đĩa bằng tia nước.

Trong khi lưu giữ nước rửa, đĩa phải được đậy kín. Khi hầu hết chất lỏng đã bay hơi, cho vào đĩa thêm bốn giọt dung dịch axit flohydric (5.5) và tiếp tục cho bay hơi cho đến khi khô hoàn toàn (tổng thời gian khoảng 3 h).

CHÚ THÍCH

- 1 Nếu sử dụng bình bằng thủy tinh thạch anh, thì không cho thêm dung dịch axit flohydric.
- 2 Nếu sau 3 h không đạt được độ khô hoàn toàn (còn lại vài giọt dung dịch), thì đưa bình vào tủ sấy trong 30 min ở 125 °C.

Khi đã đạt được độ khô hoàn toàn, để nguội và dùng pipet chia độ (6.13) cho thêm vào mỗi bình 0,2 ml dung dịch axit clohydric (5.3) và 2 ml nước loại 2 (5.1). Hoà tan phần còn lại bằng cách lắc tròn dung dịch.

Chuyển từng dung dịch vào trong từng bình định mức riêng biệt (6.12), dùng pipet cho thêm 0,5 ml dung dịch đệm ion hoá (5.6), tráng từng bình đun sôi (6.9) với khoảng 1,5 ml nước, cho lượng đó vào bình định mức, pha loãng với nước đến vạch mức và trộn đều.

8.3 Xác định hàm lượng oxít kim loại kiềm

Chuẩn bị các dung dịch chuẩn bằng cách hoà tan natri clorit và kali clorit đã sấy khô và các dung dịch hiệu chuẩn có nồng độ thích hợp bằng cách cho 0,2 ml dung dịch axit clohydric (5.3) và 0,5 ml dung dịch đệm ion hoá (5.6) vào mỗi 5 ml dung dịch cuối cùng.

Bố trí và thận trọng điều chỉnh thiết bị chuẩn đến độ nhạy lớn nhất, để có thể đo được nồng độ natri oxít ở khoảng 0,1 mg/l.

Các phổ kế phải được thao tác theo hướng dẫn của nhà sản xuất, sao cho phép đo được thực hiện trong khoảng làm việc tối ưu qui định.

Xác định hàm lượng oxít kim loại kiềm của các dung dịch chiết và dung dịch mẫu trắng (8.2) bằng máy quang phổ phát xạ ngọn lửa hoặc máy quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (6.3). Tính giá trị trung bình của ba dung dịch chiết và của ba dung dịch mẫu thử trắng (tính bằng microgam trên mililit).

Nếu các giá trị riêng biệt của dung dịch mẫu trắng chênh lệch nhau quá 0,2 µg/ml so với giá trị trung bình, hoặc nếu hàm lượng tuyệt đối của Na₂O cao hơn 5 µg, thì có thể đã bị nhiễm bẩn; các giá trị bị nhiễm bẩn này chỉ dùng để tham khảo cho việc thực hiện các phép đo sau này và việc tính toán. Phép thử (8.2) phải làm lại. Để đạt được mục đích này cần phải:

- a) khi thử thuỷ tinh “dạng vật liệu”, phải xử lý sơ bộ trước với axit (7.3) ;
- b) khi thử thuỷ tinh “dạng sản phẩm”, phải thử các mẫu thử có bề mặt nguyên dạng ban đầu (7.4).

Nếu các giá trị mẫu trắng đã đủ thì tính kết quả cuối cùng.

9 Biểu thị kết quả

Tính giá trị trung bình của các kết quả thu được. Nếu chênh lệch giữa giá trị cao nhất và thấp nhất khác so với phạm vi cho phép cho trong Bảng 1 thì phải lập lại phép thử.

Bảng 1 - Phạm vi cho phép các giá trị thu được

Giá trị trung bình thu được µg của Na ₂ O trên 100 cm ²	Phạm vi cho phép các giá trị thu được
Đến 30	30 % giá trị trung bình
Từ 30 đến 70	20 % giá trị trung bình
Từ 70 trở lên	15 % giá trị trung bình

TCVN 1048 : 2007

Trừ giá trị trung bình hàm lượng oxít kim loại kiềm thu được từ dung dịch mẫu trắng khỏi giá trị trung bình thu được từ dung dịch chiết. Tính hàm lượng oxít kim loại kiềm chiết ra trên 100 cm² diện tích bề mặt mẫu được xử lý. Nếu hàm lượng kali oxít thô ra nhỏ hơn 5 µg/100 cm² thì có thể bỏ qua.

Biểu thị kết quả hoặc là theo khối lượng của natri oxít (Na₂O) hoặc, nếu có qui định, theo khối lượng riêng biệt của từng oxít kim loại kiềm chiết được, trên 100 cm² diện tích bề mặt được ăn mòn.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm các thông tin sau:

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) nhận dạng các mẫu thử;
- c) ghi rõ một trong hai phép thử đã được sử dụng cho loại thuỷ tinh “dạng vật liệu” hay “dạng sản phẩm” sau khi bề mặt được ăn mòn;
- d) độ dày của thuỷ tinh được thử, chính xác đến 0,1 mm, tính bằng milimét;
- e) bề mặt được thử, chính xác đến 0,1 cm², tính bằng centimét vuông;
- f) nồng độ ban đầu của natri oxít đo được trong dung dịch chiết, chính xác đến 0,01 µg/ml, tính bằng microgam Na₂O trên mililít;
- g) giá trị trung bình của hàm lượng thôi ra tính được, chính xác đến 0,1 µg/dm², tính bằng microgam Na₂O trên decimét vuông;
- h) bất kỳ các đặc điểm bất thường nào xảy ra trong khi xác định.

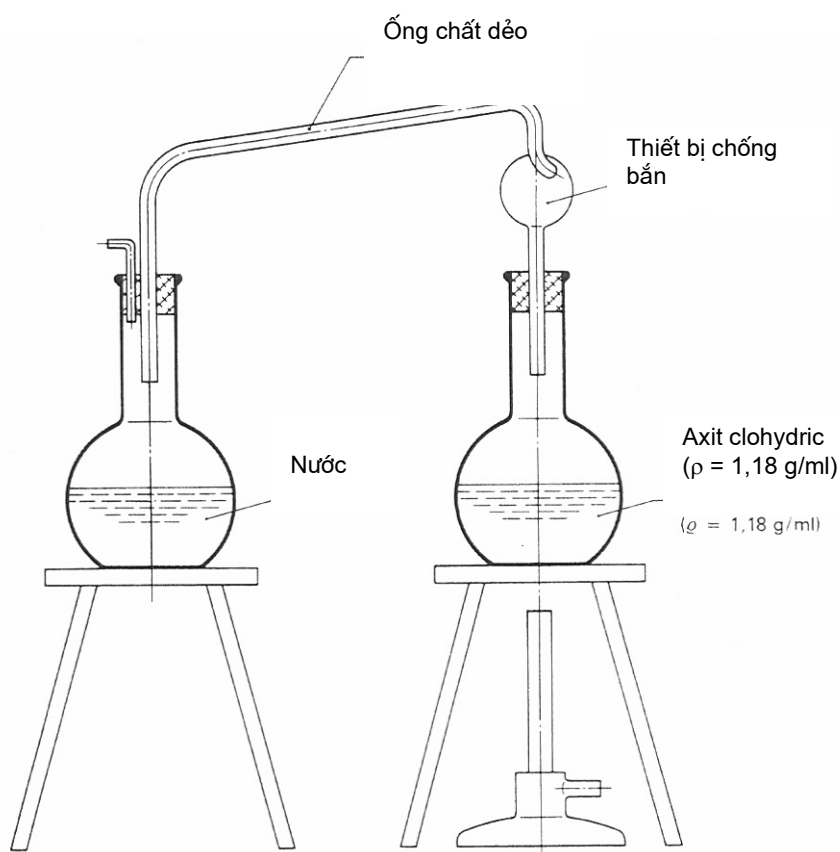
Phụ lục A

(tham khảo)

Ví dụ về qui trình làm sạch dung dịch axit clohydric

Dùng hệ thống thiết bị như mô tả ở Hình A.1, lắp một thiết bị chống bắn trên bình đun sôi và phải đảm bảo sao cho ống chất dẻo không ngập trong nước ở bình gom. Các bình phải được làm bằng thủy tinh boro silicat có độ bền cao và đã được “tôi”, chẳng hạn như đầu tiên là đun sôi 3 h với dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) \approx 1 \text{ mol/l}$ (5.4) với ống tuần hoàn, sau đó 2 h với nước cất.

Cho dung dịch axit clohydric đậm đặc ($\rho = 1,18 \text{ g/ml}$) vào bình đun sôi, cho nước vào bình gom, kết nối với các bộ phận và đun cho đến khi sôi. Chỉ cho phép hơi của axit clohydric chuyển sang bình đựng nước. Khi chất lỏng bắt đầu chảy nhỏ giọt, lặp lại với axit mới và tiếp tục chưng cất cho đến khi nồng độ axit trong bình gom vượt quá 6 mol/l . Điều chỉnh nồng độ đến $6 \pm 0,2 \text{ mol/l}$.



Hình A.1 – Chuẩn bị dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$ với nồng độ natri oxít rất thấp.