

Bột màu xây dựng – Xanh crom oxit***Building pigment – Chromic oxide green***

Tiêu chuẩn này áp dụng cho bột màu xanh crom oxit có thành phần chủ yếu là crom (III) oxit Cr_2O_3 ở dạng bột khô, mịn, màu xanh lá cây đậm, không trộn lẫn với các chất màu vô cơ, hữu cơ hoặc chất độn khác, dùng để sản xuất gạch lát nền, granitô, sơn vôi... trong ngành xây dựng.

1. Yêu cầu kĩ thuật

1.1. Theo thành phần hoá học và tính chất lí học, bột màu xanh crom oxit phân thành ba hạng theo bảng sau:

Tên chỉ tiêu	Mức chỉ tiêu		
	Hạng I	Hạng II	Hạng III
Hàm lượng crom (III) oxit, tính bằng %, không nhỏ hơn	98	97	96
Chất bay hơi ở 105°C, tính bằng %, không lớn hơn	0,5	0,5	0,5
Chất tan trong nước, tính bằng %, không lớn hơn	0,2	0,5	1,0
Lượng mất khi nung ở 100°C, tính bằng %, không lớn hơn	1,0	1,0	1,0
Lượng còn lại trên sàng (63 μm), tính bằng %, không lớn hơn	0,2	0,5	1,0
Độ che phủ, tính bằng g/m^2 , không lớn hơn	14	20	20

2. Phương pháp thử**2.1. Quy định chung**

2.1.1. Lượng cân mẫu thử, lượng cân hoá chất để pha dung dịch tiêu chuẩn và các giai đoạn cân trong quá trình phân tích, phải thực hiện trên cân phân tích có độ chính xác 0,0002 gam. Trừ trường hợp có quy định riêng về độ chính xác của cân.

2.1.2. Hoá chất dùng trong phân tích có độ tinh khiết không thấp hơn T.K.P.T. Nước cất dùng theo TCVN 2117: 1977.

2.1.3. Đối với hoá chất lỏng:

Khối lượng riêng của hoá chất đậm đặc được ghi trong ngoặc đơn sau kí hiệu tên hoá chất.

Ví dụ: H_2SO_4 (d = 1,84), ...

Nồng độ phần trăm (%) của dung dịch được hiểu là số gam chất tan trong 100g dung dịch.

Ví dụ: Diphenylamin sunfonat natri 0,4%.

Nồng độ dung dịch pha loãng theo tỉ lệ thể tích được ghi trong ngoặc đơn, trong đó số thứ nhất chỉ thể tích hoá chất hoá chất đậm đặc, số thứ hai chỉ thể tích nước cất thêm vào.

Ví dụ: H_3PO_4 (1 + 2) ...

Nồng độ dung dịch tiêu chuẩn là giá trị trung bình cộng của ba kết quả xác định song song.

2.1.4. Mỗi chỉ tiêu phân tích được tiến hành song song trên hai lượng cân mẫu thử. Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của hai kết quả xác định song song. Khi xác định hàm lượng crom oxit làm song song một thí nghiệm trắng để hiệu chỉnh kết quả.

2.1.5. Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không vượt quá chênh lệch cho phép; nếu vượt phải làm lại thí nghiệm.

2.2. Lấy mẫu:

Mẫu trung bình thí nghiệm được lấy và chuẩn bị theo TCVN 1694: 1975 cho sản phẩm bao gói dạng bột có cỡ hạt dưới 1mm. Hoặc lấy 2 mẫu chung một cách ngẫu nhiên từ các bao gói của một lô sản phẩm; từ theo sự thoả thuận của bên tiêu thụ và bên cung cấp sản phẩm mà coi đó là hai mẫu riêng biệt hay trộn đều hai mẫu nói trên với tỉ lệ khối lượng như nhau thành một mẫu thí nghiệm.

Lượng mẫu đưa tới phòng thí nghiệm không dưới 0,5kg.

Mẫu thử được bảo quản trong lọ thuỷ tinh có nút kín hoặc túi Polyetylen dán kín ghi nhãn đầy đủ, theo tiêu chuẩn TCVN 1694: 1975.

2.3. Xác định hàm lượng crom oxit.

2.3.1. Nguyên tắc: Oxy hoá crom (III) trong bột màu thành crom (VI) bằng natri peroxit. Dùng lượng dư muối sắt (II) để khử crom (VI) thành crom (III). Chuẩn lượng dư sắt (II) bằng dung dịch tiêu chuẩn kali dicromat theo chỉ thị màu Diphenylamin sunfonat natri.

2.3.2. Thuốc thử – Dụng cụ:

- Axit sunphuric: đậm đặc ($d = 1,84$) và pha loãng (1+1);

- Natri Peroxit: khan;

- Axit photphoric: đậm đặc ($d = 1,7$);

- Dung dịch tiêu chuẩn Kali bicromat 0,1N: pha từ ống chuẩn (fixanal) $K_2Cr_2O_7$;

- Dung dịch amon sắt (II) sunphat 0,1N: hoà tan 39,5 $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ vào cốc thuỷ tinh đã có sẵn 200ml nước, thêm tiếp vào cốc 50ml dung dịch H_2SO_4 (1+1) khuấy cho tan rồi chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức 1000ml.

Thêm nước tới vạch mức, lắc đều;

- Dung dịch chỉ thị màu Diphenylamin sunfonat natri 0,4% pha trong nước;

- Lò nung điện;

- Chén Niken dung tích 30ml;

- Cốc thuỷ tinh chịu nhiệt dung tích 500 – 600ml;

- Pipet: 50ml.

2.3.3. Tiến hành thử:

Cân 0,1 gam mẫu vào chén niken đã có sẵn khoảng 3-4 gam natri peroxit, trộn đều và phủ lên trên hỗn hợp 1gam natri peroxit nữa. Cho chén có mẫu vào lò nung, tăng nhiệt độ đến khoảng $700^{\circ}C$, để chén ở nhiệt độ này khoảng 10 phút. Lấy chén ra khỏi lò nung, để nguội, dùng giấy lọc lau sạch phía ngoài chén. Ngâm chén vào cốc thuỷ tinh dung tích 600ml đã chứa sẵn khoảng 200ml nước, đặt cốc bằng mặt kính đồng hồ. Sau khi mẫu tan hết, lấy chén niken khỏi cốc và dùng bình tia nước cất rửa sạch chén (nước rửa gộp chung vào cốc).

Đun các chất chứa trong cốc đến sôi, đun sôi nhẹ nhàng 10-15 phút để phân huỷ lượng peroxit dư.

Để nguội dung dịch, thêm từ từ axit H_2SO_4 (1 + 1) và khuấy đều đến hoà tan hết các kết tủa, dung dịch chuyển màu từ vàng sang da cam, thêm dư 15ml axit nữa. Thêm tiếp vào cốc 10ml axit photphoric đậm đặc, khuấy đều.

Dùng pipet thêm vào cốc chính xác 50ml dung dịch amon sắt (II) sunphat 0,1N và 2 - 3 giọt chỉ thị màu, khuấy đều. Chuẩn độ lượng dư muối sắt (II) bằng dung dịch tiêu chuẩn kali dicromat 0,1N. Kết thúc chuẩn độ khi màu dung dịch chuyển từ xanh sang tím.

Trong cùng một điều kiện, chuẩn độ 50ml dung dịch amon sắt (II) sunphat 0,1N đã thêm 15ml axit H_2SO_4 (1 + 1), 10ml axit H_3PO_4 ($d = 1,7$) và chỉ thị màu. Chuẩn độ dung dịch tiêu chuẩn kali bicromat 0,1N.

Ghi lại thể tích dung dịch tiêu chuẩn kali bicromat trong hai lần chuẩn đó.

2.3.4. Tính kết quả:

Hàm lượng crom oxit – Cr_2O_3 – (X_1) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_1 = \frac{(V_o - V_1)0,002533}{m} \times 100$$

Trong đó:

- V_o : Thể tích dung dịch kali bicromat 0,1N tiêu thụ khi chuẩn độ 50ml dung dịch amon sắt (II) sunphat, tính bằng ml;
- V_1 : Thể tích dung dịch kali bicromat 0,1N tiêu thụ khi chuẩn độ mẫu thử, tính bằng ml;
- m : Lượng cân mẫu thử, tính bằng gam;
- 0,002533: Lượng crom oxit tương ứng với 1ml dung dịch kali bicromat 0,1N tính bằng gam

Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả xác định song song không vượt 0,4% (tuyệt đối).

2.4. Xác định lượng chất bay hơi ở 105°C

2.4.1. Dụng cụ, thiết bị:

- Bình cân bằng thuỷ tinh nút nhám;
- Tủ sấy, khống chế nhiệt độ $105 \pm 5^\circ C$;
- Bình chống ẩm;
- Cân phân tích có độ chính xác 1mg hoặc cao hơn.

2.4.2. Tiến hành thử:

Cân khoảng 10g mẫu (chính xác đến 0,01g) vào bình cân đã được sấy ở $105^\circ C$ trong 1 giờ và đã cân biết khối lượng; gạt mẫu thành một lớp trải đều trên đáy bình.

Sấy bình cân và mẫu ở: $105 \pm 5^\circ C$ trong 1 giờ, lấy mẫu ra để nguội trong bình chống ẩm đến nhiệt độ phòng rồi cân. Lặp lại quá trình sấy 30 phút, để nguội và cân tới khi kết quả giữa hai lần cân liên tiếp chênh lệch nhau dưới 5mg

2.4.3. Tính kết quả :

Hàm lượng chất bay hơi ở: $105^\circ C$ (X_2) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_2 = \frac{m_o - m_1}{m_o} \times 100$$

Trong đó:

- m_0 : Khối lượng mẫu thử, tính bằng gam;
- m_1 : Khối lượng mẫu thử sau khi sấy ở 105°C, tính bằng gam.

Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả xác định song song không vượt quá 10% so với kết quả có trị số lớn (trừ trường hợp chênh lệch này nhỏ hơn 5mg).

2.5. Xác định lượng chất tan trong nước

2.5.1. Nguyên tắc: Dùng nước nóng để hoà tan các chất tan trong bột màu, xác định hàm lượng chất tan trong phần nước chiết.

2.5.2. Dụng cụ, thiết bị:

- Cốc thuỷ tinh chịu nhiệt dung tích 300ml;
- Bình định mức 250ml;
- Pipet 100ml;
- Bếp cách thuỷ;
- Tủ sấy khống chế nhiệt độ $105 \pm 5^\circ\text{C}$;
- Bát cô đáy bằng (sứ, thuỷ tinh) dung tích 150ml;
- Giấy lọc định lượng “băng xanh”;
- Cân phân tích có độ chính xác 1mg hoặc cao hơn.

2.5.3. Tiến hành thử:

Cân khoảng 20g (chính xác đến 0,01g) mẫu vào cốc thuỷ tinh tẩm ướt mẫu bằng nước, thêm vào cốc khoảng 200ml nước cất mới đun sôi, khuấy đều. Đặt cốc lên bếp điện, vừa đun vừa khuấy, đun sôi nhẹ hỗn hợp 5 phút. Để nguội hỗn hợp rồi chuyển toàn bộ các chất chứa trong cốc vào bình định mức 250ml, thêm nước tới vạch mức, lắc đều. Lọc dung dịch qua giấy lọc khô, phễu khô vào bình nón khô; nếu dung dịch thu được không trong suốt, lặp lại quá trình lọc đến khi dung dịch trong suốt.

Dùng pipet lấy 100ml dung dịch lọc vào bát cô đã được sấy khô ở nhiệt độ $105 \pm 5^\circ\text{C}$ và đã cân biết khối lượng. Làm bay hơi dung dịch trong bát cô trên bếp cách thuỷ đến khô. Sấy bát cô và cân trong tủ sấy ở nhiệt độ $105 \pm 5^\circ\text{C}$ trong 2 giờ, để nguội bát cô trong bình chống ẩm đến nhiệt độ phòng rồi cân. Lặp lại quá trình sấy 30 phút, để nguội và cân tới khi kết quả giữa hai lần cân liên tiếp chênh lệch nhau dưới 5mg.

2.5.4. Tính kết quả:

Hàm lượng chất tan trong nước (X_3), tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_3 = \frac{m_1 \times 250}{m_0}$$

Trong đó:

- m_0 : lượng cân mẫu thử, tính bằng gam;
- m_1 : Khối lượng chất tan trong nước, tính bằng gam.

Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả xác định song song không vượt quá 10% so với kết quả có trị số lớn (trừ trường hợp chênh lệch này nhỏ hơn 5mg).

2.6. Xác định lượng mất khi nung ở 1000°C

Sự xác định lượng mất khi nung thường dùng để xác định lượng nước liên kết hoá học và lí học trong mẫu thử, tuy nhiên sự thay đổi màu sắc của sản phẩm sau khi nung thường chứng tỏ trong crom oxit có lẫn một lượng chất màu có bản chất khác.

2.6.1. Dụng cụ – Thiết bị

- Chén bạch kim (hoặc chén sứ) dung tích 30ml;
- Bình chống ẩm;
- Lò nung điện khống chế nhiệt độ $1000 \pm 50^\circ\text{C}$.

2.6.2. Tiến hành thử

Cân khoảng 5g (chính xác đến 0,001g) mẫu đã được sấy ở $105 \pm 5^\circ\text{C}$ đến khối lượng không đổi vào chén bạch kim đã được nung ở nhiệt độ 1000°C và cân biết khối lượng. Nung chén có mẫu ở nhiệt độ 1000°C trong 30 phút, để nguội trong bình chống ẩm đến nhiệt độ phòng và cân. Lặp lại quá trình nung ở 1000°C trong 15 phút, để nguội và cân tới khi kết quả giữa hai lần cân liên tiếp chênh lệch nhau dưới 1 mg.

2.6.3. Tính kết quả:

Hàm lượng khi nung (X_4) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_4 = \frac{m_o - m_1}{m_o} \times 100$$

Trong đó:

- m_o : Khối lượng mẫu thử, tính bằng gam;
- m_1 : Khối lượng mẫu thử sau khi nung, tính bằng gam.

Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả xác định song song không vượt 0,1% (tuyệt đối)

2.7. Xác định lượng còn lại trên sàng $63 \mu\text{m}$:

Quá trình xác định này được thực hiện theo phương pháp sàng ướt.

2.7.1. Dụng cụ – Thiết bị:

- Cốc thuỷ tinh dung tích 1000ml;
- Cốc thuỷ tinh dung tích 500ml;
- Chổi lông mềm;
- Sàng thí nghiệm – lưới kim loại, kích thước mắt sàng $63 \mu\text{m}$;
- Bình tia nước cắt;
- Cân phân tích có độ chính xác 1mg hoặc cao hơn;
- Tủ sấy.

2.7.2. Tiến hành thử:

Cân 25 đến 50g mẫu (chính xác đến 0,01g) vào cốc 1000ml, tẩm ướt mẫu và thêm tiếp vào cốc 500ml nước. Dùng chổi lông mềm khuấy đến hỗn hợp để phân tán các hạt chất màu trong 10 – 15. Rót từng phần nhỏ hỗn hợp qua sàng.

Chuyển phần còn lại trên sàng trở lại cốc thuỷ tinh, thêm vào cốc 500ml nước nữa. Lặp lại toàn bộ quá trình phân tán và lọc hỗn hợp qua sàng 2 – 3 lần nữa.

Chuyển toàn bộ chất màu còn lại trong cốc lên sàng và rửa sạch chổi lông bằng bình tia. Dùng bình tia rửa nhẹ nhàng phần chất màu còn lại trên sàng đến khi nước rửa qua sàng trong suốt.

Dùng bình tia chuyển toàn bộ phần còn lại trên sàng vào cốc thủy tinh dung tích 50ml đã được sấy khô ở 105°C và đã cân biết khối lượng. Làm bay hơi nước trong cốc đến khô và sấy ở nhiệt độ $105 \pm 5^\circ\text{C}$ trong 1 giờ, để nguội trong bình chống ẩm đến nhiệt độ phòng rồi cân.

Lặp lại quá trình sấy ở $105 \pm 5^\circ\text{C}$ trong 30 phút, để nguội và cân tới khi kết quả giữa hai lần cân liên tiếp sai khác nhau dưới 5mg.

2.7.3. Tính kết quả

Hàm lượng phần còn lại trên sàng (X_5) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_5 = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

Trong đó:

- m_0 : Khối lượng mẫu thử, tính bằng gam;
- m_1 : Khối lượng phần còn lại trên sàng, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không vượt quá 10% kết quả có trị số lớn (trừ trường hợp chênh lệch này dưới 5mg).

2.8. Xác định độ che phủ:

Độ che phủ cho bột màu xanh crom oxit được xác định theo “Phương pháp nhìn bằng mắt có sử dụng ô bàn cờ đen trắng” theo tiêu chuẩn TCVN 2095: 1997. Dùng từ 8 – 10 gam chất màu để chế tạo hỗn hợp che phủ có chứa từ 30- 40% chất màu.

3. Bao gói, ghi nhãn, vận chuyển và bảo quản

3.1. Bột màu được đóng gói trong bao polyetylen bên ngoài là bao giấy craft nhiều lớp khâu kín hoặc thùng sắt. Khối lượng $50 \pm 0,5\text{kg}$.

3.2. Trên mỗi đơn vị bao gói phải ghi nhãn như sau:

- Tên của đơn vị sản xuất;
- Tên gọi và công thức hoá học của sản phẩm;
- Thứ hạng của sản phẩm;
- Khối lượng không bì;
- Số hiệu tiêu chuẩn này.

3.3. Bột màu được bảo quản trong kho khô ráo có mái che. Có thể vận chuyển bột màu bằng mọi phương tiện có che chắn chống mưa và tránh làm rách vỡ bao.