

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 1446 : 2009**

**Xuất bản lần 2**

TCVN 1446 : 2009  
Tel: (84-4) 33364278 - Fax: (84-4) 33364279  
Website: www.tcvninfo.org.vn

This copy has been made by Information  
Center for Standards, Metrology and Quality

**NATRI SILICOFLORUA KỸ THUẬT**

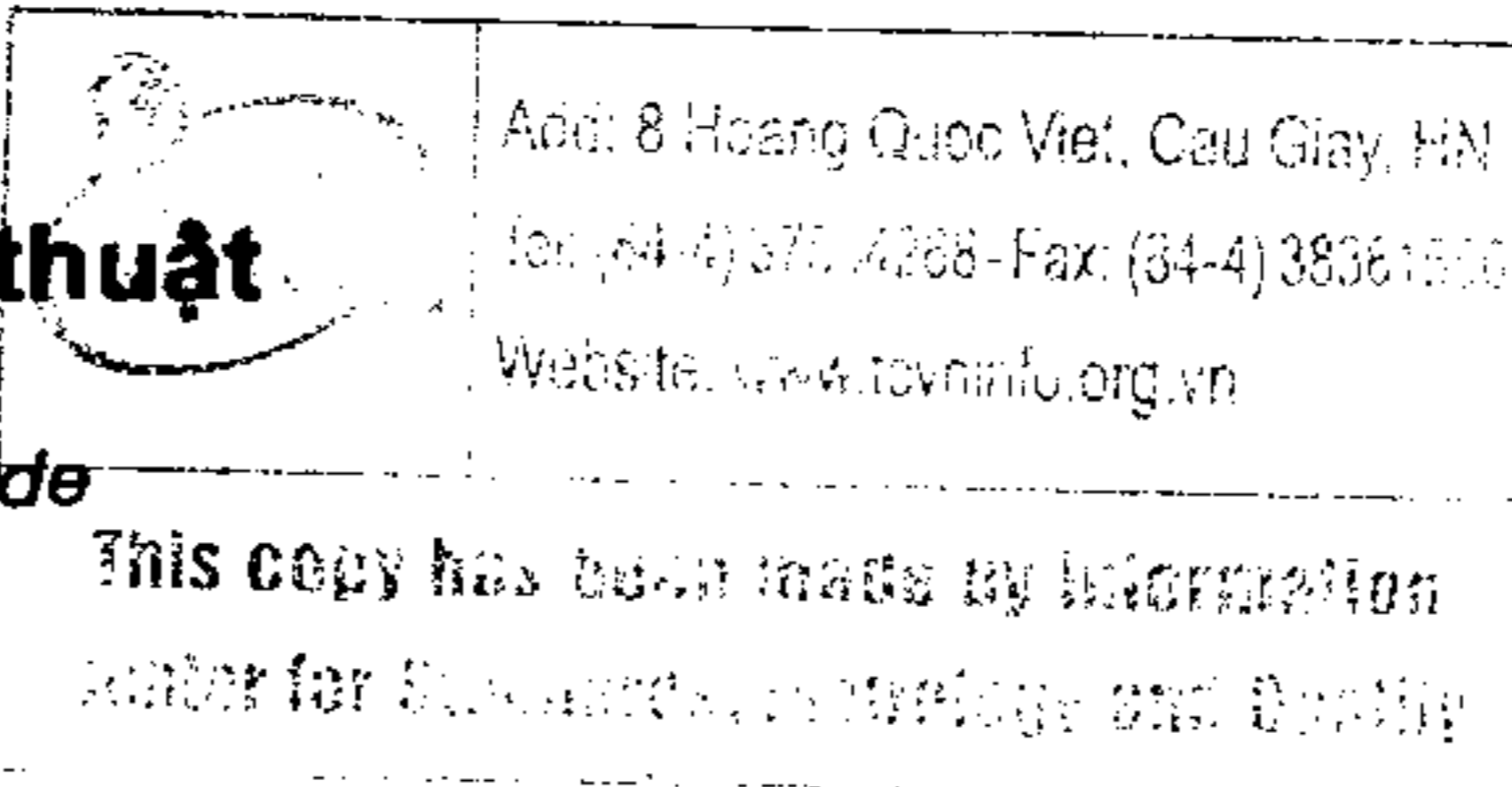
*Technical sodium silicofluoride*

**HÀ NỘI – 2009**

**Lời nói đầu**

**TCVN 1446 : 2009** thay thế cho TCVN 1446 - 73.

**TCVN 1446 : 2009** do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC47 Hóa học biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

**Natri silicoflorua kỹ thuật***Technical sodium silicofluoride***1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này áp dụng cho natri silicoflorua sử dụng trong công nghiệp.

**2 Tài liệu viện dẫn**

Các tài liệu sau đây là cần thiết để 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 bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

TCVN 1694 : 2009 (ISO 8213 : 1986), *Sản phẩm hóa học sử dụng trong công nghiệp – Kỹ thuật lấy mẫu – Sản phẩm hóa học rắn ở dạng hạt từ bột đến tảng thô.*

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

TCVN 7764 : 2007 (ISO 6353) (các phần), *Thuốc thử dùng trong phân tích hóa học.*

**3 Yêu cầu kỹ thuật****3.1 Ngoại quan**

Dạng bột kết tinh có màu trắng, có thể có màu vàng hoặc xám nhạt.

**3.2 Yêu cầu chỉ tiêu hóa lý**

Natri silicoflorua được chia làm 2 loại và có các chỉ tiêu hóa lý phù hợp với quy định trong Bảng 1.

**4 Lấy mẫu**

Lấy mẫu theo TCVN 1694 : 2009 (ISO 8213 : 1986).

**Bảng 1 – Các yêu cầu chỉ tiêu hóa lý của natri silicoflorua kỹ thuật**

Tên chỉ tiêu		Mức	
		Loại 1	Loại 2
1.	Hàm lượng natri silicoflorua ( $\text{Na}_2\text{SiF}_6$ ), tính bằng % min.	98	95
2.	Hàm lượng axit tự do tính theo axit clohydric, tính bằng % max.	0,10	0,15
3.	Độ ẩm, tính bằng % max.	1,0	1,0
4.	Độ mịn [qua rây lỗ vuông, kích thước lỗ (0,063 mm)], tính bằng % max.	85	85

## 5 Phương pháp thử

### 5.1 Hóa chất, thuốc thử

Các hóa chất, thuốc thử được sử dụng trong quá trình phân tích phải phù hợp với các yêu cầu quy định trong TCVN 7764 (ISO 6353), hoặc có cấp tinh khiết tương đương. Nước dùng trong quá trình phân tích theo TCVN 4851 : 1989 (ISO 3696 : 1987) hoặc có cấp tinh khiết tương đương (sau đây gọi là nước).

5.1.1 Natri hydroxit (NaOH), dung dịch 0,5 N; 0,1 N.

5.1.2 Kali clorua (KCl), tinh thể.

5.1.3 Metyl vàng, dung dịch 0,1 % pha trong etanol;

5.1.4 Metyl xanh, dung dịch 0,1 % pha trong etanol;

5.1.5 Chỉ thị hỗn hợp: trộn metyl xanh 0,1 % (5.1.3) và metyl vàng 0,1 % (5.1.4) theo tỉ lệ thể tích 1:1 và bảo quản trong các lọ màu.

5.1.6 Phenolphthalein, dung dịch 1 % pha trong etanol.

### 5.2 Thiết bị, dụng cụ

Các dụng cụ thông thường trong phòng thử nghiệm và các thiết bị, dụng cụ sau:

5.2.1 Cân phân tích, có độ chính xác 0,0001 g.

5.2.2 Tủ sấy, điều chỉnh được nhiệt độ từ 105 °C đến 110 °C.

5.2.3 Rây, có lỗ vuông với kích thước 0,063 mm.

5.2.4 Micro buret.

5.2.5 Bình hút ẩm.

5.2.6 Bình nón, dung tích 100 mL, 150 mL và 250 mL.

5.2.7 Bình định mức, dung tích 250 mL.

### 5.3 Xác định hàm lượng natri silicoflorua

Cân khoảng 1 g mẫu chính xác đến 0,000 2 g cho vào bình nón (5.2.6) dung tích 250 mL, thêm 100 mL nước nóng, 2 giọt đến 3 giọt phenolphthalein (5.1.6). Dùng dung dịch natri hydroxit 0,5 N (5.1.1) để chuẩn độ cho đến khi xuất hiện màu hồng. Sau đó đun nóng dung dịch đến sôi và chuẩn độ tiếp cho đến khi dung dịch có màu hồng nhạt bền. Ghi thể tích dung dịch natri hydroxit tiêu tốn trong phép chuẩn độ natri silicoflorua và axit tự do.

Thể tích dung dịch natri hydroxit 0,5 N tính bằng mL ( $V_1$ ), tương ứng với 100 g natri silicoflorua, theo công thức:

$$V_1 = \frac{V \times 100}{m}$$

trong đó

$V$  là thể tích dung dịch natri hydroxit tiêu tốn trong phép chuẩn độ, tính bằng mL;

$m$  là khối lượng mẫu thử, tính bằng g;

Hàm lượng natri silicoflorua ( $X$ ), tính bằng %, theo công thức:

$$X = (V_1 - V_2) \times 0,0235$$

trong đó

$V_2$  là thể tích dung dịch natri hydroxit 0,5 N xác định theo 5.4, tính bằng mL;

0,0235 là lượng natri silicoflorua tương ứng với 1 mL dung dịch natri hydroxit 0,5 N, tính bằng g.

**CHÚ THÍCH:** Không nên sử dụng dung dịch kali hydroxit để chuẩn độ vì sự phân hủy kết tủa phản ứng xảy ra chậm nên ảnh hưởng đến việc nhận điểm tương đương.

Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả xác định song song không được quá 0,10 %.

### 5.4 Xác định hàm lượng axit tự do quy đổi ra axit clohydric

Cân khoảng 12 g đến 13 g mẫu và cho vào bình định mức (5.2.7) dung tích 250 mL, thêm khoảng 100 mL đến 150 mL nước và khoảng 4 g đến 5 g kali clorua (5.1.2), lắc đều, thêm nước đến vạch mức và lọc qua giấy lọc dày 2 lớp.

Lấy 50 mL phần dung dịch lọc trên, cho vào bình nón (5.2.6) dung tích 250 mL, thêm 3 giọt đến 4 giọt chỉ thị hỗn hợp (5.1.5). Dùng natri hydroxit 0,1 N (5.1.1) từ micro buret (5.2.4) chuẩn độ đến khi dung dịch có màu xanh nhạt. Ghi thể tích dung dịch natri hydroxit tiêu tốn trong phép chuẩn độ ( $V_3$ ).

Lượng natri hydroxit 0,1 N tính bằng mL ( $V_2$ ) tương ứng với lượng axit tự do có trong 100 g natri silicoflorua, xác định theo công thức:

$$V_2 = \frac{V_3 \times 250 \times 100}{m \times 50 \times 5}$$

trong đó:

$m$  là khối lượng mẫu thử, tính bằng g;

$V_3$  là thể tích dung dịch natri hydroxit, đã tiêu tốn trong phép chuẩn độ, tính bằng mL;

Hàm lượng axit tự do quy đổi ra axit clohydric ( $X_1$ ), tính bằng %, theo công thức:

$$X_1 = \frac{V_3 \times 0,00365 \times 250 \times 100}{50 \times m}$$

trong đó:

$m$  là lượng mẫu cân, tính bằng g;

0,003 65 là lượng axit clohydric tương ứng với 1 ml dung dịch natri hydroxit 0,1 N, tính bằng g.

Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả xác định song song không quá 0,01 %.

### 5.5 Xác định độ ẩm

Cân khoảng 2 g mẫu, chính xác đến 0,001 g, cho vào cốc cân (đã được sấy ở  $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$  đến khối lượng không đổi).

Cho cốc vào tủ sấy, sấy ở nhiệt độ  $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$  trong 3 h. Lấy cốc ra, để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân. Lặp lại quá trình sấy ở nhiệt độ trên trong 15 min, làm nguội và cân đến khối lượng không đổi.

Độ ẩm ( $X_2$ ), tính bằng %, theo công thức:

$$X_2 = \frac{(m - m_1) \times 100}{m}$$

trong đó:

$m$  là khối lượng mẫu thử trước khi sấy, tính bằng g;

$m_1$  là khối lượng mẫu thử sau khi sấy, tính bằng g.

Chênh lệch cho phép giữa hai phép xác định song song không quá 0,2 %.

### 5.6 Xác định độ mịn

Cân khoảng 50 g mẫu đã sấy ở  $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$  đến khối lượng không đổi, với độ chính xác đến 0,01 g. Để mẫu lên rây (5.2.3) và rây cho đến khi lượng còn lại không đổi.

Lượng natri silicoflorua hao hụt trong quá trình không được quá 0,5 g.

Độ mịn của natri silicoflorua ( $X_3$ ) qua rây 0,063 mm, tính bằng %, theo công thức:

$$X_3 = \frac{(m - m_1)}{m} \times 100$$

trong đó:

$m_1$  là lượng natri silicoflorua còn lại trên rây sau khi rây, tính bằng g;

$m$  là khối lượng mẫu, tính bằng g.

Chênh lệch cho phép giữa hai phép xác định song song không quá 0,1 %

## 6 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm ít nhất các thông tin sau.

- viện dẫn tiêu chuẩn này;
  - kết quả thử nghiệm;
  - các chi tiết cần thiết để nhận biết mẫu thử;
  - các đặc điểm bất thường ghi nhận trong quá trình thử;
  - các thao tác bất kỳ được thực hiện không quy định trong tiêu chuẩn này;
  - ngày, tháng, năm thử nghiệm.
-