

Thủy tinh - Phương pháp phân tích hóa học xác định hàm lượng nhôm ôxyt

Glass - Method for chemical analysis for determination of aluminium oxide content

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng nhôm ôxyt trong thủy tinh thông dụng không màu.

1. Quy định chung

Theo TCXD 128 : 1985.

2. Nguyên tắc

Tách nhôm trong dung dịch mẫu bằng kiềm mạnh, tạo phức nhôm với EDTA ở pH = 5,5 giải phóng EDTA khỏi phức Complexsonat nhôm bằng Natri norua, chuẩn độ lượng EDTA được giải phóng bằng dung dịch tiêu chuẩn kẽm theo chỉ thị xylemol da cam.

3. Hóa chất

Axit Clohydric dung dịch 1 : 1

Natri hydroxyt, dung dịch 3%

Xylemol da cam 1% trong KCl rắn hoặc dung dịch 0,1%

EDTA (Etylen Diamin Tetraaxetic axit disodium) dung dịch 1%.

Dung dịch đệm pH 5,5 hòa 100ml Amôn hydroxyt vào 500ml nước, thêm tiếp vào đó 100ml axit Axêtic đặc, thêm nước tới 1.000ml khuấy đều.

- Kẽm Axêtat dung dịch 0,25M. Hòa tan 5,65g kẽm axêtat $Zn(C_2H_3O_2)_2 \cdot 2H_2O$ vào 100ml nước đã có 5ml axit Axêtic đặc, khuấy cho tan, chuyển vào bình định mức 1.000ml, định mức, lắc đều dùng dung dịch EDTA tiêu chuẩn xác định nồng độ dung dịch kẽm axêtat.

Lấy 25ml dung dịch tiêu chuẩn EDTA vào cốc thủy tinh, thêm nước đến khoảng 80ml, thêm tiếp 10ml dung dịch đệm pH 5,5 và một ít chỉ thị Xylemol da cam dung dịch có màu vàng. Chuẩn độ dung dịch trong cốc bằng dung dịch kẽm axêtat vừa pha, ở điểm tương đương màu chuyển từ vàng sang hồng.

4. Cách tiến hành

Lấy 50 - 100ml dung dịch II (mục 4.1 TCXD 131 : 1985) vào cốc thêm vào cốc 25ml Natri hydroxyt 30%, khuấy đều, đun sôi 2 - 3 phút, để nguội chuyển vào bình định mức 250ml, định mức, lắc đều. Lọc dung dịch qua giấy lọc khô, phễu khô vào bình nón khô.

Lấy 100ml dung dịch lọc (trong bình nón) vào cốc 250ml, thêm tiếp vào đó 10ml, dung dịch EDTA 1%, một ít Xylemol da cam, dùng Natri hydroxyt 10% và axit Clohydric 1 : 1 điều chỉnh dung dịch đến màu vàng thêm tiếp vào cốc 15ml dung dịch đệm pH 5,5 đun sôi dung dịch 1 - 2 phút. Để nguội dung dịch, dùng kẽm axêtat dung dịch 0,2 chuẩn độ đến khi màu chuyển từ vàng sang hồng.

Thêm vào cốc 10ml dung dịch Natri florua 3%, đun sôi dung dịch 2 - 3 phút, lúc này dung dịch có màu vàng. Để nguội dung dịch, dùng kẽm axêtat 0,025M chuẩn độ đến khi màu dung dịch chuyển từ vàng sang hồng (ghi thể tích kẽm Axêtat 0,025M tiêu thụ lần này).

5. Tính kết quả

5.1. Hàm lượng nhôm Ôxyt (X_4) trong mẫu tính bằng phần trăm theo công thức :

$$X_4 = \frac{0,001274 \times V}{g} \times 100$$

Trong đó :

V : Thể tích kẽm Axêtat 0,025M tiêu thụ khi chuẩn độ lượng EDTA được giải phóng khỏi Complexsônat nhôm, tính bằng ml.

g : Lượng mẫu lấy để xác định hàm lượng nhôm ôxyt, tính bằng 0,001274 gam lượng nhôm ôxyt tương ứng với 1ml dung dịch kẽm axêtat 0,025M, tính bằng gam

5.2. Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,35% (tuyệt đối).