

Thủy tinh - Cát để sản xuất thủy tinh - Phương pháp phân tích hoá học - Xác định hàm lượng titan đioxyt

Glass - Sand for glass manufacture - Method for chemical analysis - Determination of titanium dioxide content

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng titan đioxyt trong thủy tinh và cát để sản xuất thủy tinh.

1. Quy định chung

Theo TCN (mục 2)

2. Nguyên tắc

Trong môi trường axit mạnh, ion Titan (IV) tạo với thuốc thử Diantipynmêtan một phức chất màu vàng. Xác định hàm lượng Titan Đioxyt bằng phương pháp so màu tại bước sóng ánh sáng khoảng 40nm.

3. Thiết bị hoá chất

Máy so màu quang điện.

- Axit clohydric (d = 1,19) dung dịch 1: 1

- Natri axetat dung dịch 50%.

- Đồng sunfat dung dịch 5%.

- Axit Ascorbic dung dịch 5%, bảo quản trong chai thủy tinh màu

- Diantipynmêtan dung dịch 2%: Hoà tan 20g Diantipyrinmêtan vào 300ml nước thêm từ từ, 15ml axit sunfuric đặc (d - 1,84) khuấy đều, thêm nước thành 1000ml. Bảo quản trong bình thủy tinh màu. Khi bảo quản dung dịch thời gian dài (nhất là khi trời lạnh) dung dịch xuất hiện các kết tủa hình kim vẫn được phép sử dụng nhưng lưu ý trước khi sử dụng cần lắc đều dung dịch để lấy được kết tủa vào dung dịch so màu.

Cách tổng hợp Diantipyrinmêtan: Hoà tan 72g antipirin (dược liệu) vào 100ml formalin 40% trong bình cầu cổ nhám, thêm tiếp 100ml axit clohydric đặc (d = 1,19). Lắp ống sinh hàn hồi lưu, đun sôi nhẹ dung dịch khoảng 1 giờ đến 1 giờ 30 phút. Dung dịch có màu vàng nhạt (nếu đun sôi mạnh dung dịch trở thành màu da cam hiệu suất thấp). Trung hoà dung dịch bằng amônhđrôxyt 25% đến pH8 (theo độ pH) để nguội lọc kết tủa và rửa bằng nước 4- 5 lần. Sấy khô sản phẩm ở nhiệt độ 80- 90°C (sản phẩm có thể dùng được ngay).

Làm tinh khiết thuốc thử: Hoà tan sản phẩm thu được ở trên trong rượu êtylic (etanol) nóng 60°C, lọc dung dịch khi nóng qua giấy lọc nước làm loãng dung dịch lọc bằng cách thêm nước lạnh lại xuất hiện kết tủa. Diantipyrinmêtan. Lọc, rửa và sấy khô kết tủa như trên.

- Dung tích Titan tiêu chuẩn:

+ Dung dịch A: Hoà tan 0,1508g Kali hecxa Fluoro Titan (K_2TiF_6) vào 20ml axit sunfuric 1: 1, đun dung dịch đến bốc khói SO_3 đậm, để nguội, thêm nước đun nóng

cho tan trong... chuyển dung dịch vào bình định mức 500ml, thêm tiếp 10ml axit sunfuric 1: 1, định mức lắc đều.

Xác định nồng độ Titan điôxyt lấy một phần dung dịch A (200ml) kết tủa Titan bằng Amôn Hydrôxyt, lọc rửa và nung kết tủa ở nhiệt độ 1.000⁰C, đang cân là TiO₂.

1ml dung dịch A chứa 0,1mg TiO₂ cho phép dùng Titan dioxyt nung chảy với kali pyrosunfat để pha dung dịch titan tiêu chuẩn.

+ Dung dịch B lấy 50ml dung dịch A vào bình định mức 500ml thêm tiếp 10ml axit sunfuric 1: 1 định mức lắc đều.

1ml dung dịch B chứa 0,01mg TiO₂

4. Cách tiến hành

- 4.1. Lấy một phần dung dịch mẫu (mục 2.3 TCXD 136: 1985) vào bình định mức 100ml trung hòa axit bằng Natri Axetat 50% theo giấy pH đến trung tính. Dùng axit clohydric 1: 1 axit hoá dung dịch đến pH 5- 6, thêm vào bình 2 giọt đồng sunfat 5% và 3ml axit Ascorbic 5% lắc đều, để yên 15 phút.

Thêm tiếp vào bình 10ml axit clohydric 1: 1 và nước đến khoảng 70ml, thêm 15ml dung dịch Diantipyrinmêtan 2%, định mức, lắc đều.

Sau 60 phút đo mật độ quang của dung dịch trên máy so màu với kính lọc sáng có vùng truyền sóng khoảng 400nm bằng cuvet dày 50mm. Dựa vào đường chuẩn tìm ra lượng Titan điôxyt trong dung dịch đem so màu.

- 4.2. Xây dựng đường chuẩn:

Cho vào một loạt bình định mức 100ml các lượng dung dịch tiêu chuẩn B lần lượt 0,0 - 1,0 - 2,0 - 4,0 - 6,0 - 8,0 - 9,0 - 10ml thêm nước đến khoảng 20ml, trung hoà axit bằng Natri Axetat 50% theo giấy pH đến trung tính. Dùng axit clohydric 1: 1 axit hoá dung dịch đến pH 5- 6... tiếp tục làm như mục 4. 1.

Từ kết quả mật độ quang đo được và hàm lượng titan dioxit tương ứng dựng đường chuẩn.

5. Tính kết quả

Hàm lượng Titan dioxit (X₂) trong mẫu tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_2 = \frac{g_1}{g} \times 100$$

Trong đó:

g: Lượng mẫu lấy để phân tích so màu Titan, tính bằng gam.

g₁: Lượng Titan dioxit tìm được (dựa vào đường chuẩn) tính bằng gam.