

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

Glass - Sand for glass manufacture - Method for chemical analysis - determination of cobalt oxidic content

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

1. Quy định chung

Theo TCXD 136: 1985 (mục 2)

2. Nguyên tắc

Trong môi trường axit Nitric, ion coban tạo với muối Nitroso- R một chất nội phức màu đỏ. Xác định hàm lượng coban oxyt bằng phương pháp so màu tại bước sóng ánh sáng 500- 520nm.

3. Thiết bị hoá chất

- Máy so mẫu quang điện.
- Axit Nitric dung dịch 1: 1.
- Natri Axetat dung dịch 50%.
- Nitroso- R dung dịch 0,1%.
- Amon hydroxyt dung dịch 1: 1.
- Dung dịch coban tiêu chuẩn.

Dung dịch A: Hoà tan 0,4746g coban đã sấy ở $140^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ vào 15ml axit clohydric đặc ($d = 1,19$) đun cho tan trong. Chuyển dung dịch vào bình định mức 1.000ml, định mức, lắc đều.

Xác định nồng độ coban: lấy một phần dung dịch tiêu chuẩn thêm 2 gam Amon clorua và Amon hydroxyt đến pH 8- 9, thêm vào dung dịch một ít Murexit. Dùng EDTA tiêu chuẩn chuẩn độ dung dịch, ở điểm tương đương màu chuyển từ vàng sang đỏ (có ánh tím).

1ml dung dịch A chứa 0,2mg CoO. Cho phép dùng một muối coban khác thay thế cho việc dùng muối coban axetat.

Dung dịch B: Lấy 50ml dung dịch A vào bình định mức 1.000ml, thêm 10ml axit clohydric 1: 1 định mức, lắc đều.

1ml dung dịch B chứa 0,01mg CoO

4. Cách tiến hành

- 4.1. Lấy một phần dung dịch mẫu theo bảng 2 (mục 2.3.) vào bình định mức 100ml, dùng Amon hydroxyt dung dịch 1: 1 và axit clohydric 1: 1 điều chỉnh đến pH khoảng 4- 5 (theo giấy pH) thêm nước vào bình đến khoảng 50ml và 5ml Natri axetat 50% đun sôi nhẹ dung dịch trong bình 2- 3 phút. Thêm tiếp vào bình 15ml Nitroso - R

01%, đun sôi 1-2 phút. Sau đó thêm vào bình 5ml axit Nitric 1:1 và đun sôi nhẹ 1 phút. Để nguội dung dịch, định mức, lắc đều.

Đo mật độ quang của dung dịch trên máy so màu với kính lọc có vùng truyền sóng 500- 520nm bằng cuvét dày 50mm. Dựa vào đường chuẩn tìm ra lượng cô ban oxyt 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- 1,5- 2,0- 4,0- 5,0- 6,0- 7,0ml thêm nước đến khoảng 50ml và 5ml Natri axetat 50%, đun sôi nhẹ dung dịch trong bình 2- 3 phút. Thêm tiếp vào bình 15ml nitrosô- R- 0,1%, đun sôi 1- 2 phút... Tiếp tục làm như mục 4.1.

Từ kết quả mật độ quang đo được và hàm lượng cô ban oxyt tương ứng dựng đường chuẩn.

5. Tính kết quả

Hàm lượng côban oxyt (X_4) trong mẫu tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_4 = \frac{g_1}{g} \times 100$$

Trong đó:

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

g_1 : Lượng cô ban oxyt tìm được (dựa vào đường chuẩn) tính bằng gam.