

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

Glass - Sand for glass manufacture - Method for chemical analysis - Determination of copper oxidic content

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

- + Khi hàm lượng đồng oxyt trên 0,5% theo phương pháp so màu trong môi trường nước
- + Khi hàm lượng đồng oxyt dưới 0,5% theo Phương pháp chiết thể so màu.

1. Quy định chung

Theo TCXD 136: 1985 (mục 2)

2. Phương pháp so màu trong môi trường nước

2.1. Nguyên tắc

Trong môi trường kiềm Amoniac có mặt chất ổn định keo, ion đồng II tạo với thuốc thử Dietylditiocacbonat Natri một chất keo màu vàng nâu. Xác định hàm lượng đồng oxyt bằng phương pháp so màu tại bước sóng ánh sáng 435- 455nm.

2.2. Thiết bị hoá chất

- Máy so màu quang điện.
- Axit xitric dung dịch 30%.
- Amôn hydroxyt dung dịch 25%.
- Gelatin dung dịch 5% (Hoà tan thuốc thử vào nước 60 - 70°C)
- Dietylditiocacbonat Natri dung dịch 0,5%.
- EDTA dung dịch 5%.
- Dung dịch đồng tiêu chuẩn.

- + Dung dịch A: Hoà tan 0,4630 gum đồng sunfat đã sấy ở $110 \pm 50^{\circ}\text{C}$ vào 15ml axit clohydric ($d = 1,19$) và nước, đun đến tan trong chuyển dung dịch vào bình định mức 1000ml, định mức, lắc đều.

Xác định hàm lượng đồng oxyt: Lấy một phần dung dịch đồng tiêu chuẩn vào cốc thêm 1 gam Amon clorua, dùng amon hydroxyt điều chỉnh đến pH: 8 thêm vào cốc một ít chỉ thị Murêxit. Dùng EDTA 0,01M chuẩn độ dung dịch đến chuyển màu từ vàng sang tím đỏ.

1ml dung dịch A chứa 0,2mg CuO

- + Dung dịch B. Lấy 25ml dung dịch A vào bình định mức 500ml thêm 10ml clohydric 1: 1, định mức, lắc đều

1ml dung dịch B chứa 0,01mg CuO.

2.3. Cách tiến hành

- 2.3.1. Lấy một phần dung dịch mẫu theo bảng 2 (mục 2.3 TCXD 137: 1985) vào bình định mức 100ml, thêm vào bình 5ml axit xitric 30%, 10ml gelatin 5% , 5ml dung dịch EDTA 5% , 12ml amon hydroxit và 15ml dietylditio cacbonat Natri 0,5%, sau mỗi lần thêm thuốc thử cân lắc đều dung dịch, định mức, lắc đều.
Sau 45 phút đo mật độ quang của dung dịch trên máy so màu với kính lọc có vùng truyền sóng 435 - 455nm, bằng cuvét dày 50mm. Dựa vào đường chuẩn tìm ra lượng đồng oxyt trong dung dịch đem so màu.
- 2.3.2. Xây dựng đường chuẩn
Cho vào một loạt bình định mức 100ml các lượng dung dịch tiêu chuẩn B lần lượt: 0,0- 2,0- 3,0- 4,0- 6,0- 8,0- 9,0- 10,0ml thêm vào bình 5ml axit xitric 30%, 10ml gelatin 5%, 5ml dung dịch EDTA 5%, 12ml amon hydroxit 2,5% và... tiếp tục làm như mục 2.3. 1.
Từ kết quả mật độ quang đo được và hàm lượng đồng oxyt tương ứng dựng đường chuẩn.
- 2.4. Tính kết quả
Hàm lượng đồng oxyt (X_3) trong mẫu tinh bằng phần trăm theo công thức:

$$X_3 = \frac{g_1}{g} \times 100$$

Trong đó:

- g: Lượng mẫu lấy để phân tích so màu đồng, tính bằng gam
- g₁: Lượng đồng oxyt tìm được (dựa vào đường chuẩn) tính bằng gam.

3. Phương pháp chiết thể so màu

3.1. Nguyên tắc

Chiết đồng trong dung dịch nước có mặt Amon hydroxit bằng dung dịch Dietylditio cacbonat chì trong Cloroform. Xác định hàm lượng đồng oxyt bằng phương pháp so màu tại bước sóng ánh sáng 430- 440nm.

3.2. Thiết bị hoá chất:

- Máy so màu quang điện
- Amon hydroxyt 25%;
- Natri Xitrat 40%
- Dung dịch đồng tiêu chuẩn (như mục 2.2)
- Phễu chiết dung tích 100 - 150ml.
- Dietylditio cacbonat chì trong cloroform

Hoà tan 0,1g chì Nitrat vào nước, thêm vào đó 1 gam axit tactric nhỏ giọt Natri Hydroxyt 10% đều tan trong. Thêm tiếp vào dung dịch 5ml kali Cyanua 5% và 0,25g Dietylditio cacbonat Natri, khuấy đều dung dịch.

Chuyển toàn bộ dung dịch vào phễu chiết 300- 500ml, thêm vào phễu chiết 2,50ml, cloroform để chiết kết tủa trắng khỏi dung dịch nước. Chuyển lớp clorofonn sang

một phễu chiết khác, dùng nước rửa lớp clorofonn 3- 4 lần, lọc lớp cloroform sang một giấy lọc khô vào một bình thủy tinh khô, thêm clorofonn đến khoảng 500ml.

Bảo quản dung dịch trong bình thủy tinh màu.

3.3. Cách tiến hành:

- 3.3.1. Lấy một phần dung dịch mẫu bằng một nửa lượng theo bảng 2 (mục 2.3 TCXD 137: 1985) vào cốc, thêm tiếp 5ml dung dịch Natri xitrat 40% và 12ml Amon hydroxyt 25% khuấy đều. Chuyển toàn bộ dung dịch vào phễu chiết 100ml, thêm vào phễu 100ml, Dietylditiocacbonat chì trong cloroform, lắc kỹ dung dịch 1- 2 phút, để yên cho dung dịch phân lớp, tách lớp cloroform vào bình định mức 25ml. Chiết tiếp hai lần nữa, mỗi lần bằng 5ml dung dịch Dietylditiocacbonat chì trong clorofonn, chuyển lớp cloroform vào bình định mức 25ml, thêm cloroform để vạch mức, lắc đều.

Lọc dung dịch qua giấy lọc khô vào cuvét có chiều dày 20mm (đáy nắp cuvét). Đo mật độ quang của dung dịch trên máy so màu với kính lọc sáng có vùng tuyến sóng 450- 440nm. Dựa vào đường chuẩn tìm ra lượng đồng ở trong dung dịch đem so mẫu.

3.3.2. Xây dựng đường chuẩn:

Cho vào một loạt cốc dung dịch 50ml các lượng dung dịch tiêu chuẩn B lần lượt 0,0- 0,5- 1,0- 1,5- 2,0- 3,0- 4,0- 5,0ml thêm tiếp vào cốc 5ml dung dịch Natri xitrat 40% và 12ml Amon hydroxyt 25% khuấy đều. Chuyển dung dịch vào phễu chiết 100ml, thêm vào phễu 10ml Dietylditiocacbonat chì trong cloroform, lắc kỹ dung dịch 1- 2 phút, để yên cho dung dịch phân lớp, tách lớp cloroform vào bình định mức 25ml... tiếp tục làm như mục 3.3.1.

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

3.4. Tính kết quả

Theo mục 2.4