

Thủy tinh - Cát để sản xuất thủy tinh – Phương pháp phân tích hoá học - Xác định hàm lượng sắt ôxyt

Glass - Sands for glass manufacture - Methods for chemical analysis Determination offerrous ferric oxide content

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân giải mẫu để xác định các oxyt kim loại mẫu và phương pháp xác định hàm lượng sắt ôxyt, trong thủy tinh và cát để sản xuất thủy tinh

1. Quy định chung

Theo TCXD 136: 1985 (mục 2)

2. Cách phân giải mẫu

2.1. Nguyên tắc:

Dùng hỗn hợp axit flohydric và axit Nitric (hoặc Sunfuric) để phân giải mẫu, nung chảy bằng kali pyrosunfat (hoặc bisunfát) để chuyển toàn bộ muối về dạng sunfat

2.2. Dụng cụ hoá chất:

- Chén hoặc bát bạch kim dung tích 30:50ml
- Axit flohydric dung dịch 40%
- Axit clohydric dung dịch 1: 1
- Axit Sunfuric dung dịch 1: 1
- Axit Nitric dung dịch 1: 1
- Kali Pyrosunfat rắn

2.3. Cách tiến hành:

Tùy theo hàm lượng các oxyt có trong mẫu và số lượng các chỉ tiêu cần phân tích, cân từ 1- 3 gam mẫu đã chuẩn bị theo TCXD 136: 1985 vào chén bạch kim, tắm ướt bằng thêm vào chén 2- 3ml axit nitric 1: 1 và 8- 10ml axit flohydric 40% làm bay hơi các chất trong chén trên bếp đến khô, thêm tiếp 5ml axit flohydric 40%, cho bay hơi tiếp đến khô, lặp lại quá trình trên một lần nữa. Thêm 2- 3ml axit sunfuric 1: 1 cho bay hơi trên bếp điện đến ngừng bốc khói trắng. Để nguội, thêm vào chén 4 –5g kali pyrosunfat, nung chảy đến tan hoàn toàn. Hoà tan khối nung chảy bằng nước nóng có 8- 10ml axit clohydric 1: 1, đun sôi đến tan trong, chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức 250ml (hoặc 100ml - tùy thuộc số chỉ tiêu cần phân tích để nguội, định mức, lắc đều.

Dung dịch thu được dùng để xác định các oxyt, sắt, titan, đồng, coban, Ni ke có trong mẫu.

Lượng cân mẫu thử cần lấy để phân tích so mẫu cho từng chỉ tiêu phân tích theo bảng sau:

Bảng 2

| Hàm lượng oxyt trong mẫu | Lượng cân mẫu cần để lấy phân tích (gam) |
|--------------------------|--|
| Từ 0,005 đến 0,01 | Từ 0,5 đến 0,25 |
| Từ 0,01 đến 0,05 | Từ 0,2 đến 0,1 |
| Từ 0,05 đến 0,10 | Từ 0,1 đến 0,05 |
| Trên 0,10 | dưới 0,05 |

3. Xác định hàm lượng sắt oxyt

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng sắt ôxyt.

+ Khi tạp chất nhỏ xác định từ mẫu ban đầu.

+ Khi lượng đồng oxyt, coban oxyt, lớn hơn 0,5% xác định sau khi tách sắt khỏi các chất cản trở bằng chất gộp.

3.1. Xác định từ mẫu ban đầu

3.1.1. Nguyên tắc

Khử ion sắt về hoá trị hai bằng Hydroxylamin, hiện màu ion sắt (II) với 1,10 phenantrôlin ở môi trường axit. Xác định hàm lượng sắt bằng phương pháp so mẫu ở bước sóng ánh sáng 500- 520nm.

3.1.2. Thiết bị hoá chất

- Máy so mẫu quang điện
- Axit clohydric dung dịch 1: 1 và đậm đặc (d = 1,19)
- Axit tactic (hoặc xitric) 20%
- Amôn hydroxyt dung dịch 1: 1
- Hydrôxylamin clohydrat dung dịch 10%
- Para Nitrophenol dung dịch 0,5% (trong hỗn hợp êtanol: Nước, tỉ lệ 1: 1)
- 1,10 phenantrolin dung dịch 0,25%
- Dung dịch sắt tiêu chuẩn.
- Dung dịch A: Hoà tan 0,1005 gam sắt (III) oxyt đã sấy ở 105 - 110⁰C vào 10ml axit clohydric đặc (d - 1, 19) đun tới tan trong. Chuyển dung dịch vào bình định mức 1000ml, định mức, lắc đều, lấy một phần dung dịch xác định hàm lượng sắt oxyt bằng dung dịch tiêu chuẩn EDTA theo chỉ thị axit sunfosalisilic ở pH khoảng 1- 2: 1ml dung dịch A chứa 0,1mg Fe₂O₃ cho phép dùng một muối sắt tinh khiết thay thế cho việc dùng sắt (III) ôxyt

Dung dịch B: Lấy 50ml dung dịch A vào bình định mức 500ml, thêm 10ml axit clohydric 1: 1. định mức, lắc đều: 1ml dung dịch B chứa 0,1mg Fe₂O₃.

3.1.3. Cách tiến hành

- ##### 3.1.3.1. Lấy một phần dung dịch mẫu theo bảng 2 (mục 2.3) vào bình định mức 100ml, thêm vào bình 5ml axit tactic 20% , 3ml hydroxylamin clohydrat 10% , 2 giọt chỉ

thì para Nitrophenol 0,5%. Nhỏ giọt Amon hydroxit 1: 1 vào dung dịch đến xuất hiện màu vàng, dùng axit clohydric 1: 1 và amon hydroxit 1: 1 điều chỉnh dung dịch đến mất màu vàng (hoặc còn thoáng vàng). Sau 15 phút thêm 10ml 1,10 phenantrolin 0,25%, 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 cuvet dày 50mm. Dựa vào đường chuẩn tìm ra lượng sắt oxyt trong dung dịch đem so màu.

3.1.3.2. Xây dựng đường chuẩn

Cho vào một loạt bình định mức 100ml các lượng dung dịch tiêu chuẩn B lần lượt 0,0-1, 0- 2, 0- 3, 0- 5, 0- 8, 0- 9, 0- 10, 0ml. Thêm tiếp vào mỗi bình 30- 40ml nước, 5ml dung dịch axit tactic 20%, 3ml dung dịch Hydrôxylamin clohydrat 10%, 2 giọt chỉ thị para Nitrophenol 0,5%, tiếp tục làm như mục 3.1.3.1.

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

3.1.4. Tính kết quả

Hàm lượng sắt (III) oxyt (X_1) trong mẫu tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_1 = \frac{g_1}{g} \times 100$$

Trong đó:

g- Lượng mẫu lấy để phân tích so màu sắt, tính bằng gam

g₁- Lượng sắt oxyt tìm được (dựa vào đường chuẩn) tính bằng gam.

3.2. Xác định sau khi tách bằng chất gộp

3.2.1. Nguyên tắc

Tách lượng nhỏ sắt khỏi một lượng lớn ion đồng, coban bằng cách kết tủa với ion nhôm trong amonhydroxyt. Hoà tan kết tủa, khử sắt về hoá trị hai rồi hiện màu với 1,10 phenantrolin.

Xác định sắt bằng phương pháp so màu ở bước sóng ánh sáng 500- 520nm

3.2.2. Thiết bị hoá chất

Các thiết bị và hoá chất như mục 3.1.2.

Amôn Clorua rắn.

Phèn nhôm amôni dung dịch 5% .

Giấy đo pH: 1- 11

3.2.3. Cách tiến hành

Lấy một phần dung dịch mẫu lớn gấp hai lần quy định ở bảng 2 (mục 2.3) thêm vào dung dịch 2- 3 g Amôn Clorua. 2ml dung dịch phèn nhôm 5% thêm nước để 40- 50ml đun dung dịch đến 70°C, nhỏ từ từ Amôn hydroxyt 1: 1 khuấy đều để xuất hiện kết tủa hydroxyt, đun dung dịch đến 70 ÷ 80°C để đông tụ kết tủa. Lọc dung dịch qua giấy lọc chảy nhanh và rửa 2 ÷ 3 lần bằng nước đun sôi, bỏ phần nước lọc rửa.

Hoà tan kết tủa trên giấy lọc 4- 5ml axit clohydric 1: 1 vào bình định mức 100ml, dùng nước đun sôi rửa giấy lọc đến hết axit (thử bằng cách chạm một mẫu giấy đo pH vào giấy lọc không thấy còn axit).

Định mức và lắc đều dung dịch dùng pipet lấy 5ml dung dịch vào bình định mức 100ml, thêm vào bình 50ml dung dịch tacric 20%, 3ml dung dịch

hydroxylamin clohydrat 10%, 2 giọt chỉ thị para Nitrophenol 0,2% tiếp tục làm như mục 3. 1.3. 1.

3.2.4. Tính kết quả

Theo mục 3.1.4.