

## Thủy tinh - Phương pháp phân tích hóa học xác định hàm lượng natriôxyt và kali ôxyt

*Glass - Method for chemical analysis for determination of sodium oxide and potassium oxide contents*

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

### 1. Quy định chung

Theo TCXD 128: 1985

### 2. Nguyên tắc

Phân giải mẫu bằng hỗn hợp axit flohydric và sunfuríc. Loại sắt, nhôm, titan, canxi, magiê bằng amon hyd rôxyt và Amon ôxalát. Xác định hàm lượng Kali và Natri bằng quang kế ngọn lửa dùng các kính lọc ứng với độ dài sóng 598nm (cho Natri) và 768nm (cho kali).

### 3. Thiết bị hóa chất

- Quang kế ngọn lửa và các phụ kiện;
- Kali Clorua tinh thể;
- Axit flohydric dung dịch 40%;
- Axit Sunfuríc dung dịch 1: 1;
- Axit Clohydric dung dịch 1: 1;
- Amon hyd rôxyt dung dịch 25%;
- Amon Oxalat dung dịch bão hòa;
- Dung dịch Natri tiêu chuẩn.

+ Dung dịch A: Hòa tan 1,8858g muối Natri Clorua đã sấy ở 110<sup>0</sup>C vào nước, chuyển dung dịch vào bình định mức 1000ml định mức lắc đều

1ml dung dịch A chứa 1mg Na<sub>2</sub>O

+ Dung dịch tiêu chuẩn để phân tích. Lấy vào một loạt bình định mức 1000ml lần lượt các thể tích dung dịch tiêu chuẩn A 2ml - 4ml - 6ml - 8ml - 10ml - 12ml - 14ml - 16ml, định mức lắc đều.

Các dung dịch tiêu chuẩn để phân tích tương ứng thu được có nồng độ Na<sub>2</sub>O: 0,002; 0,004; 0,006; 0,008; 0,010; 0,012; 0,014; 0,016 mg/ml.

- Dung dịch Kali tiêu chuẩn:

+ Dung dịch B: Hòa tan 1,5835g muối Kali Clorua đã sấy ở 110<sup>0</sup>C vào nước, chuyển dung dịch vào bình định mức 1000ml định mức, lắc đều.

1ml dung dịch B chứa 1mg K<sub>2</sub>O.

+ Dung dịch tiêu chuẩn để phân tích. Lấy vào một loạt bình định mức 1000ml lần lượt các thể tích dung dịch tiêu chuẩn B: 2ml - 4ml - 6ml - 8ml - 10ml - 12ml định mức lác đều.

Các dung dịch tiêu chuẩn để phân tích tương ứng thu được có nồng độ K<sub>2</sub>O là: 0,002; 0,004; 0,006; 0,008; 0,010; 0,012 mg/ml.

Bảo quản các dung dịch tiêu chuẩn A, B và dung dịch tiêu chuẩn để phân tích trong bình bằng Pôlyetylen.

#### 4. Cách tiến hành

Cân 0,25 gam mẫu đã chuẩn bị theo TCXD 128: 1985 vào chén bạch kim, tắm ướt bằng nước, thêm vào chén 1ml axit sunfunc 1: 1 và 5 - 6ml axit flohydric 40%, đặt chén lên bếp điện cho bay hơi đến khô. Thêm tiếp vào chén 5ml axit flohydric 40% nữa và cho bay hơi đến ngừng bốc khói trắng.

Chuyển các chất còn lại trong chén bạch kim vào cốc, thêm vào cốc 70 -80ml nước nóng và 8 - 10ml axit clohydric 1: 1, đun sôi dung dịch cho tan trong. Khuấy dung dịch và nhỏ từ từ Amon hyd rôxyt 25% đến có mùi amôniác, đun dung dịch đến 70- 80<sup>0</sup>C để đông tụ keo hyd rôxyt. Lọc kết tủa qua giấy lọc băng trắng, rửa kết tủa 8 -10 lần bằng nước đun sôi, thu lấy nước lọc rửa. Thêm vào dung dịch 10 - 15ml Amon ôxalát bão hòa và vài giọt Amon hyd rôxyt 25%, khuấy đều và để nơi ẩm 1 - 2 giờ. Chuyển dung dịch vào bình định mức 250ml định mức, lác đều. Lọc dung dịch qua giấy lọc khô phễu khô vào bình nón khô. Lấy 25ml dung dịch trong bình nón vào bình định mức 250ml, định mức, lác đều dung dịch Lấy để xác định Natri ôxyt và Kali ôxyt trong mẫu.

Dùng máy quang phổ ngọn lửa để xác định ôxyt kim loại kiềm theo phương pháp dung dịch giới hạn. Đầu tiên xác định chỉ số điện kế của dung dịch mẫu, sau đó xác định chỉ số điện kế của hai dung dịch tiêu chuẩn để phân tích, trong đó một dung dịch có chỉ số điện kế lớn hơn, một dung dịch có chỉ số điện kế nhỏ hơn chỉ số điện kế của dung dịch mẫu.

Cho phép xác định theo phương pháp đường chuẩn, cân phải tiến hành phân tích mẫu trong cùng điều kiện với khi dựng đường chuẩn; khi phân tích hàng loạt mẫu phải kiểm tra lại một vài điểm trên đường chuẩn bằng dung dịch tiêu chuẩn để phân tích.

Tiến hành đo ba lần cho mỗi dung dịch.

#### 5. Tính kết quả

5.1. Hàm lượng Natri ôxyt Kali ôxyt (X<sub>7</sub>) trong mẫu tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_7 = \frac{C \times V}{g} \times 100$$

Trong đó:

V: Thể tích của bình định mức dùng để định mức dung dịch mẫu đem đo trên máy, tính bằng ml.

g: Lượng cân mẫu có trong thể tích V của dung dịch mẫu đem đo trên máy, tính bằng mg.

c: Nồng độ Natri ôxyt (hoặc Kali ôxyt) trong dung dịch mẫu đem đo trên máy, tính bằng mg/ml.

Giá trị C được xác định như sau: Lập một đồ thị mà trục hoành: nồng độ dung dịch (mg/ml) trục tung: Chỉ số điện kế (của các dung dịch đo). Từ hai điểm ứng với nồng độ - chỉ số điện kế của dung dịch tiêu chuẩn để phân tích nhỏ hơn và nồng độ - chỉ số điện kế của dung dịch tiêu chuẩn để phân tích lớn hơn, dựng một đường thẳng.

Từ trị số điện kế của dung dịch mẫu và đường thẳng mới thiết lập xác định giá trị C trên trục hoành.

- 5.2. Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,30% (tuyệt đối).