

Thủy tinh - Phương pháp phân tích hóa học xác định hàm lượng Bo ôxyt

Glass – Method for chemical analysis for determination of bodium oxide content

Tiêu chuẩn này quy định (phương pháp xác định hàm lượng Bo ôxyt trong thủy tinh thông dụng không mẫu).

1. Quy định chung

Theo TCXD 128: 1985

2. Nguyên tắc

Axít Boric tạo với Mannitol một phức chất có hằng số phân ly lớn hơn hằng số phân ly của axít boric. Dùng dung dịch Natri hydroxyt tiêu chuẩn để chuẩn độ axít phức này theo chỉ thị Phenolphtalein.

3. Hóa chất - dụng cụ

- Natri cacbonat, Kali cacbomlat (hoặc hỗn hợp 1: 1) khan;
- Natri cacbonat dung dịch 10%;
- Axít clohydric dung dịch 1: 1 và dung dịch tiêu chuẩn 0,1N;
- Phenolphtalein 0,1% trong rượu etylic 60%;
- Para - Nitrophenol 0,5g hòa tan 0,5g thuốc thử trong 100ml dung dịch rượu etylic 50%
- Mannitol rắn.
- Natri hydroxyt 0,1N. Hòa tan 4,2g Natri hydroxyt vào nước, thêm dung dịch Bary clorua 10% đến ngừng tạo ra kết tủa, chuyển dung dịch vào bình định mức 1.000ml định mức, lắc đều. Để lắng dung dịch cách đệm, dùng ống xi phông chuyển dung dịch sang bình chứa bằng pôlyêthylen.

Xác định nồng độ. Lấy 10ml dung dịch tiêu chuẩn axít clohydric 0,1N vào cốc, thêm nước đến khoảng 80ml nhỏ tiếp vào cốc thêm nước đến khoảng 80ml nhỏ tiếp vào cốc 1-2 giọt Para Nitrophenol 0,5% và 2 giọt phenolphtalein 0,1%. Dùng Natri hydroxyt vừa pha chuẩn độ dung dịch trong cốc đến khi xuất hiện màu hồng, từ kết quả chuẩn độ tính ra nồng độ dung dịch Natri hydroxyt.

- Ống sinh hàn dài 30cm.

4. Cách tiến hành

Cân 0,5 gam mẫu đã chuẩn bị theo TCXD 128: 1985 vào chén bạch kim đã có sẵn 5 gam hỗn hợp Natri kali cacbonat, tộn đều mẫu, phủ lên trên một lớp mỏng (2mm) hỗn hợp Natri kali Cacbonat nữa. Cho chén vào lò nung, tăng nhiệt độ đến 950°C, giữ nhiệt độ này 30 - 40 phút.

Lấy chén ra khỏi lò để nguội, lấy khối nung chảy khỏi chén bạch kim. Vào cốc 300ml, dùng nước nóng và axít clohydric 1: 1 tráng sạch chén bạch kim. Thêm từng lượng nhỏ axít Clohydric 1: 1 và khuấy dung dịch đến ngừng sủi bọt. Đặt cốc bằng mặt kính đồng hồ, cho vào bếp cách thủy đun đến tan trong. Lấy cốc khỏi bếp cách thủy, thêm vào dung dịch 1 - 2 giọt para- Nitrophenol 0,5% , dùng Natri cacbonat 10% điều chỉnh

dung dịch đến xuất hiện màu vàng, đun dung dịch đến khoảng 80°C để đông tụ kết tủa. Lọc dung dịch qua giấy lọc bằng trắng vào bình định mức 250ml rửa kết tủa 8 – 10 lần bằng nước đun sôi, để nguội dung dịch, định mức, lắc đều.

Lấy 100ml dung dịch trong bình định mức 250ml cho vào bình nón dung tích 250 - 300ml, thêm vào dung dịch 1 giọt para Nitrophenol 0,5% rồi nhỏ giọt Axít Clohydric 1: 1 đều chuyển sang không màu, cho dư 2 - 3 giọt axít nữa. Lắp ống sinh hàn hồi lưu vào bình nón, đun sôi dung dịch 20 phút để loại hoàn toàn lượng khí Cacbonic tan trong nước (trong quá trình đun hồi lưu nếu dung dịch xuất hiện màu vàng cần cho thêm vào bình 1 - 2 giọt axít Clohydric 1: 1). Lấy bình nón và ống sinh hàn khỏi bếp, làm lạnh nhanh dung dịch bằng tia nước máy, dùng nước đun sôi tráng ống sinh hàn và thành bình nón, tháo bỏ ống sinh hàn.

Dùng buret nhỏ giọt Natri hydroxyt 0,1N vào dung dịch đến khi xuất hiện màu vàng, cần điều chỉnh thật chính xác sao cho khi thêm 1 giọt axít clohydric 0,1N dung dịch mất màu, khi thêm 1 giọt Natri hydroxyt 0,1N dung dịch xuất hiện màu vàng.

Thêm vào dung dịch 2 giọt phenolphtalein 0,1g và 1 gam Mannitol thì khuấy đều (dung dịch mất màu vàng). Dùng Natri hydroxyt 0,1N chuẩn độ dung dịch đến xuất hiện màu hồng. Thêm tiếp vào dung dịch 1 gam Mannitol nữa, nếu dung dịch mất màu hồng, dùng Natri hydroxyt 0,1N chuẩn độ đến xuất hiện màu hồng, lặp lại quá trình trên đến khi màu hồng của dung dịch không mất đi khi thêm một lượng Mannitol mới.

5. Tính kết quả:

Hàm lượng Bo ôxyt (X_8) trong mẫu tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_8 = \frac{0,003481 \times V}{g} \times 100$$

Trong đó:

V: Thể tích dung dịch Natri hydroxyt 0,1N tiêu thụ để chuẩn độ lượng Bo (đã tạo phức với Mannitol) tính bằng ml.

g - Lượng mẫu lấy để xác định hàm lượng Boxyt, tính bằng gam.

0,003481: Lượng Bo ôxyt tương ứng với 1ml dung dịch Natri hydroxyt 0,1N, tính bằng gam.

5.1. Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,80% (tuyệt đối).