

Thủy tinh - Phương pháp phân tích hóa học xác định hàm lượng Silic dioxyt

Glass - Methods for chemical analysis, determination of silic dioxide content

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng silic dioxide trong thủy tinh thông dụng không màu.

1. Quy định chung

Theo TCXD 128: 1985

2. Nguyên tắc

Phân giải mẫu bằng cacbonat kiềm, hòa tan khối nung chảy bằng axit clohydric loãng, cô cạn dung dịch (hai lần) để khử nước của axit silicic. Nung kết tủa silicdioxyt ở 1000°C và xử lí bằng axit flohydric để tách silic ở dạng silictêranorua.

3. Hóa chất và dụng cụ

Natri cacbonat khan, kali cacbonat khan hoặc hỗn hợp có tỉ lệ 1 : 1;

Axit clohydric đặc ($d = 1,19$) và pha loãng 1 : 1;

Axit flohydric dung dịch 40%;

Axit sunfuric dung dịch pha loãng 1 : 1;

Rượu mêtilylic;

Chén bạch kim dung tích 30 - 40ml;

Bát sứ đáy bằng dung tích 300 - 500ml;

Giấy lọc không tro (bằng vàng) cháy vữa;

Giấy đo pH từ 1 - 11.

4. Cách tiến hành

Cân 0,5g mẫu đã chuẩn bị theo TCXD 128 : 1985 vào chén bạch kim đã có sẵn 5 - 7g hỗn hợp chất nung chảy natri-kali cacbonat, trộn đều hỗn hợp, phủ lên trên mẫu một lớp mỏng hỗn hợp chất nung chảy.

Cho chén vào lò nung, tăng nhiệt độ lò đến 950°C, nung mẫu ở nhiệt độ này 30 - 40 phút. Lấy chén ra khỏi lò, để nguội.

Chuyển khối nung chảy trong chén bạch kim vào bát sứ bằng nước nóng và axit clohydric (1:1) rửa sạch chén bạch kim. Đậy bát sứ bằng mặt kính đồng hồ, thêm từ từ vào bát 30ml axit clohydric đặc. Để yên bát 20 phút cho tan mẫu. Rửa thành bát và mặt kính đồng hồ bằng nước nóng, khuấy đều dung dịch.

Đặt bát sứ lên bếp cách thủy hoặc cách cát (nhiệt độ khoảng 110°C) cô đến còn khoảng 20ml thêm vào bát 10ml rượu mêtilylic khuấy đều, sau khi rượu bay hơi hết thêm tiếp 10ml rượu metyhc, tiếp tục cho bay hơi đến khô. Dùng đũa thủy tinh đâm nhỏ các cục muối

trong bát. Sau khi mẫu khô kiệt (hết giọt nước đọng ở mặt dưới kính đồng hồ tiếp tục để bát sứ trên bếp 1 giờ nữa.

Lấy bát khỏi bếp, để nguội, thêm vào bát 15ml axit clohydric đặc, để yên 10 phút cho tan muối. Thêm vào bát 10ml nước sôi, khuấy đều và đun ấm cho tan hết muối.

Lọc dung dịch còn nóng này qua giấy lọc (băng vàng) dùng nước đun sôi rửa kết tủa và giấy lọc đến hết ion clo trong nước rửa (hoặc chạm nhẹ một mẫu giấy đo pH vào giấy lọc thấy không còn axit). Thu nước lọc và nước rửa vào bát sứ đã dùng để kết tủa silic lần đầu) đặt bát lên bếp cách thủy cô dung dịch đến khô kiệt cô tiếp tục 1 giờ nữa. Lấy bát ra để nguội thêm vào bát 10ml axit Clohydric đặc, để yên 10 phút, thêm vào bát 80ml nước đun sôi, khuấy đều dung dịch cho tan muối. Lọc dung dịch qua giấy lọc (băng vàng), dùng một mảnh nhỏ, giấy lọc không tro lau sạch mặt kính đồng hồ, bát sứ và đĩa thủy tinh rồi cho vào phễu lọc. Dùng nước đun sôi rửa kết tủa và giấy lọc đến khi hết ion clo trong nước rửa (hoặc thử bằng giấy đo pH như trên). Nước lọc và rửa giữ lại để xác định lưu huỳnh trioxyt (dung dịch I) .

Gộp cả hai lượng kết tủa silic (sau hai lần cô cạn dung dịch) vào chén bạch kim, sấy khô giấy lọc và đốt thành tro trên bếp điện. Đưa chén vào lò nung, tăng nhiệt độ đến 1.000°C và giữ ở nhiệt độ này trong 1 giờ, lấy chén khỏi lò nung, để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng rồi cân ... Cho lại chén vào lò, nung ở nhiệt độ 1.000°C trong 15 - 20 phút, để nguội trong bình hút ẩm và cân, lập lại quá trình nung - cân đến khi thu được khối lượng không đổi.

Tắm ướt kết tủa trong chén bạch kim bằng vài giọt nước, thêm tiếp vào chén 1ml axit sunfuric 1 : 1 và 8 - 10ml axit flohydric 40% lắc nhẹ chén để trộn đều các chất trong chén, đặt chén trên bếp điện cho bay hơi đến khô, thêm tiếp vào chén 5ml axit flohydric 40% cho bay hơi trên bếp điện đến bốc khói trắng, thêm vào chén 5ml axit flohydric 40% cho bay hơi trên bếp điện đến ngừng bốc khói trắng.

Nung chén và cặn còn lại trong lò ở nhiệt độ 1.000°C khoảng 15 phút, lấy chén ra để nguội trong bình hút ẩm và cân, lập lại quá trình nung - cân đến khi thu được khối lượng không đổi.

5. Tính kết quả

5.1. Hàm lượng silic dioxyt (XI) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_1 = \frac{g_1 - g_2}{G} \times 100$$

Trong đó :

g_1 : Khối lượng của chén bạch kim và kết tủa trong khi xử lí bằng axit flohydric, tính bằng gam.

g_2 : Khối lượng của chén bạch kim và cặn còn lại sau khi xử lí bằng axit flohydric, tính bằng gam.

G : Khối lượng mẫu lấy đem phân tích, tính bằng gam

5.2. Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn : 0,60% (tuyệt đối).