

Thủy tinh – Phương pháp phân tích hóa học xác định hàm lượng sắt ôxyt

Glass - Method for chemical analysis for determination of ferric oxide content

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp giải mẫu để xác định sắt, nhôm, canxi, magiê ... và phương pháp xác định hàm lượng sắt ôxyt trong thủy tinh thông dụng không màu.

1. Quy định chung

Theo TCXD 128 : 1985

2. Nguyên tắc

Phân giải mẫu bằng axit flohydric và kali pyrôsunphát.

Tạo mẫu giữa ion sắt (III) với axit sunfosalisilic trong môi trường kiềm amôniac thành phức trisunfôsalisilat sắt có màu vàng. Xác định sắt bằng phương pháp so màu ở bước sóng ánh sáng 420 - 530 nm.

3. Thiết bị - hóa chất

- Máy 80 màu quang điện hay phổ quang kế.
- Amômhyđrôxyt dung dịch 25%.
- Axit flohydric dung dịch 40%.
- Axit sunfuric dung dịch 1 : 1.
- Axit Clohydric dung dịch 1 : 1 và đậm đặc ($d = 1,19$).
- Axit sunfôsalisilic dung dịch 10%.
- Kali pyrosunfat tinh thể.
- Sắt (III) ôxyt hoặc muối sắt.
- Dung dịch sắt tiêu chuẩn.

+ Dung dịch A : cân 0,1005 gam sắt (III) ôxyt (hoặc lượng cân tương ứng của một muối sắt) đã sấy ở $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ vào cốc 250ml thêm vào cốc 10ml axit clohydric đặc, đun sôi đến tan trong. Để nguội chuyển dung dịch vào bình định mức 1.000 ml, định mức lắc đều.

Xác định hàm lượng sắt ôxyt trong dung dịch bằng phương pháp phức chất (complexion III) hoặc phương pháp bicrômat.

1 ml dung dịch 1 chứa 0,10 mg Fe_2O_3

+ Dung dịch B : Lấy 50 ml dung dịch 1 vào bình định mức 250ml định mức, lắc đều.

1 ml dung dịch B chứa 0,02 mg Fe_2O_3

4. Cách tiến hành.

4.1. Phân giải mẫu

Cân 0,5g mẫu đã chuẩn bị theo TCXD 128 : 1985 vào chén bạch kim tẩm ướt mẫu bằng nước, thêm tiếp 1ml axit sunfuric 1 : 1 và 7 - 8ml axit flohydric 40%, đặt chén

lên bếp cho bay hơi đến khô, thêm tiếp 5ml axit flohydric 40% và cho bay hơi trên bếp điện đến ngừng bốc khói trắng.

Để nguội chén, thêm vào đó 8 - 4g kalipyrosunfat rồi nung trong lò đến tan trong. Hòa tan khối nung chảy trong nước có 5ml axit clohydric đặc đun đến tan trong chuyển dung dịch vào bình định mức 250ml định mức, lắc đều. Dung dịch này để xác định sắt, nhôm, canxi, magiê (dung dịch II).

4.2. Xác định sắt ôxyt

Lấy từ 25 - 50ml dung dịch II (mục 4.1) vào bình định mức 100ml, thêm vào bình 10ml axit sunfosalisilic 10% lắc đều, nhỏ từ từ amôn hydrôxyt 25% vào bình đến khi xuất hiện màu vàng, thêm d 4 - 5ml amôn hydrôxyt nữa, định mức, lắc đều.

Đo mật độ quang của dung dịch trên máy so màu với kính lọc có vùng truyền sáng 420 - 430nm bằng cuvét thích hợp. Dung dịch so sánh là thí nghiệm trắng.

Hàm lượng sắt ôxyt xác định theo đường chuẩn.

4.3. Dụng đường chuẩn:

Lấy vào một loạt bình định mức 100ml lần lượt các thể tích dung dịch tiêu chuẩn B : 0- 1, 0- 2, 5- 5, 0- 10, 0- 15, 0- 20,0ml. Thêm vào mỗi bình 10ml axit sunfosalisilic 10% lắc đều nhỏ giọt amon hydrôxyt 25% đến khi xuất hiện màu vàng, thêm dư 4- 5ml amon hydrôxyt nữa, định mức, lắc đều.

Đo mật độ quang của các dung dịch trên máy so màu với kính lọc có vùng truyền sáng 420 - 430nm, trong các cuvét có chiều dày từ 10 - 30mm.

Dựa vào mật độ quang đo được và nồng độ sắt ôxyt tương ứng dụng đường chuẩn.

5. Tính kết quả

5.1. Hàm lượng sắt ôxyt (X_3) trong mẫu tính bằng phần trăm theo công thức.

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

Trong đó :

g_1 : Lượng sắt ôxyt tìm được trên đường chuẩn, tính bằng gam

g : Lượng mẫu lấy để xác định so mẫu sắt ôxyt, tính bằng gam

5.2. Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,10% (tuyệt đối).