

Cát sử dụng trong công nghiệp thủy tinh - Phương pháp xác định hàm lượng nhôm ôxyt Al_2O_3

Sand used in glass industry – Method for determination of aluminons oxidic content

2.1.4. Xác định hàm lượng nhôm ôxyt (Al_2O_3)

2.1.4.1. Nguyên tắc

Tách nhôm khỏi sắt, ti tan bằng kiềm mạnh, tạo phức complexonat nhôm ở pH 5,5. Giải phóng EDTA khỏi complexonat nhôm bằng Natri florua chuẩn độ lượng EDTA được giải phóng khỏi phức complexonat nhôm bằng dung dịch kẽm tiêu chuẩn theo chỉ thị xylenol da cam.

2.1.4.2. Hoá chất

- Axit clohydric dung dịch pha loãng 1 + 1
- Natri hydroxyt dung dịch 30% và 10%.
- Amon hydroxyt dung dịch 25%
- Axit Axêtic đậm đặc
- Natri florua dung dịch 3%
- Xylenol da cam 1% trong kali clorua rắn hoặc dung dịch 0,1%
- EDTA (trilon B) dung dịch 1%
- EDTA dung dịch tiêu chuẩn 0,025M
- Kẽm axêtat dung dịch 0,025M, hoà tan 5,65 g kẽm axêtat $\text{Zn}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ vào 100ml nước cất đã có sẵn 5ml Axit axêtic đậm đặc đun nóng cho tan rồi chuyển vào bình định mức 1000ml định mức, lắc đều.

Xác định hệ số độ chuẩn (K) của dung dịch kẽm Axetát 0,025M theo dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,025M, lấy 20ml dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,025M vào cốc, thêm nước đến khoảng 100ml rồi cho tiếp vào đó 10ml dung dịch đệm pH-5,5 và một ít chỉ thị xylenol da cam 1%, dung dịch có màu vàng vùng dung dịch kẽm Axêtat pha được chuẩn độ dung dịch trong cốc đến khi màu đổi từ vàng sang hồng.

Hệ số độ chuẩn (K) của dung dịch kẽm axêtat 0,025M được xác định nhôm ôxyt tính theo công thức sau :

$$K = \frac{V}{V_1}$$

Trong đó :

V : Thể tích dung dịch EDTA 0,025M lấy để xác định, tính bằng ml

V_1 : Thể tích dung dịch kẽm axêtat 0,025M thử khi chuẩn độ tính bằng ml dung dịch đệm pH = 5,5 hoà 100ml amon hydroxyt 25% vào 500ml nước rồi thêm tiếp vào đó 100ml axit axêtic đậm đặc, thêm nước tới 1000ml và khuấy đều.

2.1.4.3. Cách tiến hành

Lấy một phần thể tích dung dịch I theo bảng sau :

Hàm lượng ôxyt trong mẫu (%)	Lượng mẫu lấy để xác định nhôm ôxyt	
	Thể tích dung dịch lấy để xác định (ml)	Lượng mẫu cát tương ứng (gam)
Đến 1,0	100	2,0
Từ 1,0 đến 3,0	50	1,0

Cho vào cốc thuỷ tinh dung tích khoảng 250ml, thêm vào cốc 15- 20ml dung dịch Natri hydrôxyt 30% và đun sôi 2-3 phút, để nguội dung dịch, chuyển vào bình định mức 250ml, thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều lọc dung dịch, chuyển vào giấy lọc khô, phễu khô vào bình nón khô.

Lấy 100ml dung dịch lọc vào cốc thuỷ tinh, thêm tiếp vào cốc 100ml dung dịch EDTA 1%, một ít chỉ thị xylenol da cam 1% rồi dùng dung dịch axit clohydric 1 + 1 và natri hydrôxyt 10% nhỏ giọt để điều chỉnh dung dịch đến xuất hiện màu vàng. Thêm tiếp vào cốc 20ml dung dịch đệm có pH - 5,5 rồi đun sôi dung dịch 1 - 2 phút. Để nguội dung dịch, dùng dung dịch kẽm axetat 0,025M chuẩn độ đến khi dung dịch mất màu vàng, chuyển sang màu hồng.

Thêm vào cốc 10ml dung dịch Natri florua 3% và đun sôi dung dịch 1-2 phút (dung dịch xuất hiện màu vàng). Để nguội dung dịch, dùng dung dịch kẽm axetat 0,025M chuẩn độ đến khi dung dịch mất màu vàng chuyển sang màu hồng.

2.1.4.4. Tính kết quả

2.1.4.4.1. Hàm lượng nhôm ôxyt (X_3) tính bằng phần trăm theo công thức :

$$X_3 = V \cdot K \cdot \frac{V_1 \cdot 100}{mV_2 \cdot 250} \cdot 0,001275 \cdot 100$$

Trong đó :

V : Thể tích dung dịch kẽm axetat 0,025M tiêu thụ khi chuẩn độ lượng

EDTA được giải phóng complexonát nhôm, tính bằng ml

K : Hệ số độ chuẩn của dung dịch kẽm axetat 0,025M;

V_1 : Thể tích bình chứa dung dịch I, tính bằng ml;

V_2 : Phần thể tích dung dịch I lấy để xác định nhôm ôxyt (theo bảng trên)

m : Lượng cân mẫu thử đem phân giải, tính bằng gam 0,001275, lượng nhôm ôxyt tương ứng với 1ml dung dịch kẽm axetat 0,025M tính bằng gam.

2.1.4.4.2. Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn.

Hàm lượng ôxyt trong mẫu %	Chênh lệch cho phép %
Đến 1,0	0,05
Từ 1,0 đến 3,0	0,10