Cát sử dụng trong công nghiệp thủy tinh – Phương pháp xác định hàm lượng sắt ôxyt Fe_2O_3

Sand used in glass industry – Method for determination offerric oxidic content

2.1.3. Xác định hàm lượng sắt ôxýt (Fe_2O_3)

2.1.3.1. Nguyên tắc: phân giải mẫu thử bằng axít flohyaric tạo phức màu vàng giữa sắt và axít sunfosalisilic ở pH 8 - ll, xác định hàm lượng sắt bằng phương pháp so sánh màu ở bước sóng ánh sáng 420- 430nm.

2.1.3.2. Hoá chất và thiết bị

- Axit flohydric, dung dịch 40%
- Axit sunfunc đậm đặc (d = 1,19 và dung dịch l + l)
- Axit clohydric đậm đặc (d = l, 19 và dung dịch 1+ l)
- Axit sunfosalisilic dung dịch 20%.
- Amon clorua dung dịch 5%
- Amon hydroxyt dung dịch 25%
- Kali pyrosunphát tinh thể.
- Sắt (III) ôxýt hoặc muối sắt.
- Dung dịch sắt tiêu chuẩn.
- Dung dịch sắt tiêu chuẩn.

"Dung dịch Al, cân 0,1005 gam sắt (III) ôxýt đã sấy khô (hoặc lượng cân tương ứng của một muối sắt (%) vào cốc thuỷ tinh 250ml, thêm vào cốc 10- 15ml axit clohyđric đậm đặc và đun sôi dung dịch đến tan trong. Để nguội và chuyển dung dịch vào bình định mức 1000ml, lắc đều.

Lấy một phần dung dịch trung bình định mức, xác định hàm lượng sắt (III) ôxýt bằng phương pháp phức chất (EDTA) hoặc phương pháp bicromat

1 ml dung dịch A chứa 0,1mg Fe_2O_3

Dung dịch B: lấy 100ml dung dịch A vào bình định mức l000ml, định mức dung dịch bằng nước cất, lắc đều.

Lấy một phần dung dịch trong bình định mức, xác định hàm lượng oxýt sắt III bằng phương pháp phức chất (EDTA) hoặc phương pháp bicromát.

1ml dung dịch B Chứa 0,01mg Fe_2O_3

- Chén hoặc bát bạch kim dung dịch từ 50ml – 100ml
- Máy so mầu quang điện hoặc phổ quang kế.

2.1.3.3.1. Phân giải mẫu cát: Cân 5 g mẫu cát (đã chuẩn bị theo mục 2.11) vào chén (hoặc bát) bạch kim, nung chén có mẫu ở nhiệt độ 700- 800^{0}C trong 15-20 phút rồi để nguội. Phân giải mẫu bằng hỗn hợp axit sunfuric và axit flohydric như mục 2.2.3. Sau khi làm khô chén trên bếp điện (đến khi ngừng bốc khói

trắng) để nguội chén và thêm vào đó 2-3 gam kali pyro sunfat, nung hỗn hợp trong chén ở nhiệt độ 700 - 800^{0}C đều tan trong.

Để nguội, chuyển khối nung chảy sang cốc thuỷ tinh 250ml tráng rửa sạch chén bạch kim bằng tia nước cất đun nóng, thêm vào cốc 20ml axit sunfuric 1 + 1 đun sôi dung dịch đến tan trong. Để nguội, chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức 250ml định mức, lắc đều. Dung dịch này dùng dể xác định sắt, nhôm,titan trong mẫu thử (dung dịch l).

2.1.3.3.2. Lấy một phần dung dịch 1 theo bảng sau:

Hàm lượng sắt ôxyt trong mẫu %	**Lượng mẫu lấy để xác định sắt ôxyt**	
	Thể tích dung dịch l (ml)	**Lượng mẫu cát tương ứng (gam)**
Dưới 0,05	50	10
Từ 0,5 đến 0,10	25	0,5
Từ 0,10 đến 0,50	10	0,2

Cho vào bình định mức 100ml, thêm tiếp vào bình 10ml dung dịch Amon Clorua 10% , 10ml dung dịch Axit sunfosalisilic 20%, thêm nước cất đến khoảng nửa bình, nhỏ giọt dung dịch Amon hydroxyt 25% vừa lắc nhẹ bình đến khi xuất hiện mầu vàng bẩn, thêm dư l-2ml Amon hydroxyt nữa, thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều.

Đo mật độ quang của dung dịch trên máy so mầu với kính lọc có vùng truyền sóng từ 420- 430mn trong cuvét có chiều dầy lớp dung dịch 50mm, dung dịch so sánh là thí nghiệm trắng.

Hàm lượng sắt ôxyt xác định theo đường chuẩn.

2.1.3.3.3. Dựng đường chuẩn

Lấy vào một loạt bình định mức l0ml lần lượt các thể tích 0, 1, 2, 3, 5, 7, 9, 12, 14, 15ml "dung dịch B" tương ứng với 0; 0,01; 0,02; 0,03; 0,0,5 . 0,07; 0,09; 0,12; 0,14; 0,15mg, sắt ôxyt, thêm vào môi bình l0ml dung dịch Amon clorua 5% 10ml dung dịch axit sunfosalisilic 20% , thêm nước cất, khoảng nửa bình, vừa nhỏ giọt dung dịch amôn, hydrôxyt 25% vừa lắc nhẹ bình đến khi xuất hiện màu vàng bẩn, thêm dư 1 - 2ml amon hydrôxyt 25% nữa, định mức lắc đều.

Đo mật độ quang của dung dịch trên máy so mầu với kính lục có vùng truyền sóng 420-430nm trong cuvét dầy 50mm.

Từ mật độ quang đo được và lượng sắt ôxyt tương ứng dụng đường chuẩn.

2.1.3.3.4. Tính kết quả:

Hàm lượng sắt ôxyt (X_2) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_2 = \frac{m_1 . V}{m . V_1} . 100$$

Trong đó:

m_1- Lượng sắt ôxyt tìm được theo đường chuẩn, tính bằng gam;

m- Lượng cân mẫu thử đem phân giải, tính bằng gam;

V – Thể tích bình chứa dung dịch 1, tính bằng ml;

V_1- Phần thể tích dung dịch 1 lấy để xác định ôxyt sắt, tính bằng ml.

Chênh lệch giữa hai kết quả song song không lớn hơn

Hàm lượng sắt ôxyt trong mẫu %	**Chênh lệch cho phép %**
Đến 0,05	0,005
Từ 0,05 đến 0,1	0,010
Từ 0,1 đến 0,5	0,030