

Thủy tinh - Phương pháp phân tích hóa học xác định làm lượng canxi ôxyt và magiê ôxyt

Mass - Method for chemical analysis for determination of calcium oxide and magnesium oxide contents

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng canxi ôxyt, magiê ôxyt trong thủy tinh thông dụng không màu.

1. Quy định chung

Theo TCXD 128: 1985.

2. Xác định hàm lượng canxi ôxyt

2.1. Nguyên tắc

Trong môi trường kiềm pH > 12 ion canxi tạo phức bền với EDTA. Dùng dung dịch tiêu chuẩn EDTA để chuẩn độ canxi theo chỉ thị Fluorexôn.

2.2. Hóa chất

- Amôn hydroxyt dung dịch 25%;
- Amôn Nitrat dung dịch 2%;
- Kali hydroxyt dung dịch 25%;
- Kali cyanua dung dịch 5%;
- Amôn clorua rắn;
- EDTA (Etylen Diamin Tetra Axetic axit dinatri) dung dịch tiêu chuẩn 0,01M.
- Fluorexôn 1%, nghiền 0,1 gam Fluorexôn với 10g kali Clorua, bảo quản trong lọ thủy tinh màu (cho phép dùng hỗn hợp chỉ thị clo fluorexôn và 1% Bromotymol bleu trong kali clorua)

2.3. Cách tiến hành

2.3.1. Lấy 100ml dung dịch II (mục 4.1, TCXD 131: 1985) vào cốc thêm vào cốc 2-3 gam amôn Clorua, đun dung dịch tới 70 – 80°C nhỏ từ từ vào cốc từng giọt amon hydroxyt 25% khuấy đều đến khi xuất hiện kết tủa hydroxyt cho dư 1 - 2 giọt Amon hydroxyt nữa. Đặt cốc lên bếp điện đun nóng (60 - 70(°C) khoảng 20. - 30 phút để loại Amôniác dư và đông tụ keo.

Lọc kết tủa và dung dịch khi còn nóng qua giấy lọc băng trắng, rửa kết tủa trắng dung dịch Amôn Nitrat 2% đến hết ion Clo trong nước rửa. Cho nước lọc, và nước rửa vào bình định mức 250ml định mức lắc đều. Dung dịch này để xác định canxi và Magiê trong mẫu (dung dịch III).

2.3.2. Lấy 100ml dung dịch III (Mục 2.3.1) vào cốc, thêm tiếp vào đó 20ml Kalihydroxyt 25%, 2ml kali cyanua 5% và một ít chỉ thị Fluorexôn 1% đặt cốc trên nền đen, dung dịch có màu xanh huỳnh quang. Dùng EDTA 0,01M chuẩn độ dung dịch trên nền đen - ở điểm tương đương dung dịch mất màu, màu xanh huỳnh quang.

2.4. Tính kết quả:

2.4.1. Hàm lượng canxi ôxyt (X_5) trong mẫu tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_5 = \frac{0,00056 \times V_1}{g} \times 100$$

Trong đó:

V_1 : Thể tích EDTA 0,01M tiêu thụ để chuẩn độ lượng canxi, tính bằng ml.

g: Lượng mẫu lấy để xác định canxi ôxyt, tính bằng 0,00056 gam.

Lượng canxi ôxyt tương ứng với 1ml dung dịch EDTA 0,01M tính bằng gam.

2.4.2. Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,20% (tuyệt đối)

3. Xác định hàm lượng magiê ôxyt

3.1. Nguyên tắc

Trong môi trường pH khoảng 10,5 canxi và Magiê tạo phức bền với EDTA. Dùng dung dịch tiêu chuẩn EDTA để chuẩn độ tổng số canxi và Magiê theo chỉ thị Eriocrom đen T. Hàm lượng Magiê ôxyt xác định theo hiệu số kết quả xác định tổng số canxi ôxyt, Magiê ôxyt và riêng canxi ôxyt.

3.2. Hóa chất:

- Kali cyanua dung dịch 5%

- EDTA (Ethylen diamin tetraaxetic axit dinatri) dung dịch tiêu chuẩn 0,01M.

- ETOO (Eriôcrôm đen T) 1% nghiền 0,1g Eriôcrôm đen T với 10 gam kali cyanua bảo quản trong lọ thủy tinh màu (cho phép dùng hỗn hợp chỉ thị 1% Eriôcrôm T và 0,01% Fluorexôn trong kali clorua).

Dung dịch đệm pH 10,5 hòa tan 54 gam Amon clorua vào nước, thêm tiếp 350ml Amon hydrôxyt 25% rồi thêm nước thành 1.000 ml trộn đều.

3.3. Cách tiến hành.

Lấy 100ml dung dịch III (mục 2.3.1) vào cốc, thêm tiếp vào đó 15ml dung dịch đệm pH – 10,5, 2ml dung dịch kali cyanua 5% một ít chỉ thị ETOO 1%. Dùng EDTA 0,01M chuẩn độ dung dịch, ở điểm tương đương màu dung dịch chuyển từ đỏ (rượu nho) sang xanh nước biển.

3.4. Tính kết quả

3.4.1. Hàm lượng Magiê ôxyt (X_6) trong mẫu tính bằng phần trăm công thức:

$$X_6 = \frac{0,0004(V_2 - V_1)}{g} \times 100$$

Trong đó:

V_1 : Thể tích EDTA 0,01M tiêu thụ khi chuẩn độ riêng canxi, tính bằng ml (mục 2.4.1.)

V_2 : Thể tích EDTA 0,01M tiêu thụ khi chuẩn độ tổng số canxi và Magiê, tính bằng ml;

g: Lượng mẫu lấy để xác định tổng số canxi và magiê, tính bằng gam;

0,0004: Lượng Magiê ôxyt tương ứng với 1ml dung dịch EDTA 0,01M tính bằng gam

3.4.2. Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,20% (tuyệt đối).