

<p>NATRI HIDROXIT KỸ THUẬT Phương pháp so màu xác định hàm lượng axit silixic Sodium hydroxide technical Photometric method of test for silixic acid contents</p>	<p>TCVN 3802 - 83 Có hiệu lực từ 1-7-1984</p>
--	--

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp so màu để xác định hàm lượng axit silixic trong khoảng từ 0,001 đến 0,5 %.

1. QUY ĐỊNH CHUNG

1.1. Khi tiến hành thử, nếu không có quy định nào khác, phải dùng thuốc thử loại " tinh khiết phân tích – TKPT" , và nước cất theo TCVN 2117-71

1.2 Lấy mẫu theo TCVN 3794-83

1.3 Chuẩn bị mẫu thử theo điều 1.3. TCVN 1795-83.

2. NGUYÊN TẮC

Tạo hợp chất phức của silic với molipđen và khử phức này sang dạng xanh. Đo mật độ quang của dung dịch thử và dung dịch so sánh ở độ dài sóng 810-820 mm.

3. DỤNG CỤ, THUỐC THỬ VÀ DUNG DỊCH

Máy so màu đơn sắc có cuvet với chiều dày lớp hấp thụ ánh sáng 2 cm;

Amoni molipdat;

Kali pirosunfat;

Metola(p-metylaminfenola sunfat);

Thuốc thử 1: Hoà tan 5,0 g amoni molipdat vào 100 ml dung dịch, axit sunfuric 1 N, lắc đều. Dung dịch sử dụng tốt trong 4 ngày đêm;

Thuốc thử 2 : Hoà tan 0,2 g metola vào 80 ml nước, thêm 20 g kali pirosunfat, thêm nước đến 100 ml, lắc đều. Dung dịch sử dụng tốt trong 4 ngày đêm;

Axit dung dịch (1) chứa 1 mg SiO₂ trong 1 ml dung dịch;

Axit silixic dung dịch (2) so sánh có 0,01 mg SiO₂, trong 1 ml dung dịch; lấy 10 ml dung dịch 1 cho vào bình định mức dung dịch 1 lít, thêm nước đến vạch mức;

Axit sunfuric có d = 1,84;

Axit oxalic, dung dịch 6 %;

Axit boric, dung dịch bão hoà.

4. XÂY DỰNG ĐƯỜNG CHUẨN

Để xây dựng đường cong chuẩn, lấy vào 5 bình định mức loại dung tích 25 ml mỗi bình 15 ml dung dịch có 0,01; 0,01; 0,05; 0,075 và 0,1 mg SiO₂. Thêm vào mỗi bình 1 ml dung dịch thuốc thử 1, để yên 10 phút ở nhiệt độ phòng, thêm 1 ml axit oxalic, 1 ml thuốc thử 2, thêm nước đến vạch mức, cho vào bình cách thủy có nhiệt độ 60 ± 2^oC trong 20 phút sau đó làm nguội đến nhiệt độ phòng.

Đo mật độ quang của các dung dịch ở độ dài sóng 810-820 mm. Xây dựng đồ thị dựa trên giá trị mật độ quang đo được, đặt trên trục tung mật độ quang và trục hoành hàm lượng SiO₂ tính bằng mg.

3. TIẾN HÀNH THỬ

Lấy thể tích dung dịch mẫu đã chuẩn bị theo điều 2.3 sao cho mẫu thử có từ 0,02 đến 0,1 mg SiO₂. Để liên kết florua có thể có trong mẫu thử, phải thêm vào dung dịch thử sau khi trung hoà 20 ml dung dịch axit boric bão hoà và lượng cho phải tính đến cả lúc chuẩn bị dung dịch kiểm tra cũng như đường cong chuẩn. Trong trường hợp này các dung dịch đem so màu phải chuẩn bị trong bình định mức dung tích 50 ml.

Tiếp tục tiến hành thử như nêu trong điều 4. Dựa vào giá trị mật độ quang của dung dịch thử và đường cong chuẩn để xác định hàm lượng axit silixic trong mẫu thử, tính bằng mg.

4. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ

4.1 Hàm lượng axit silixic (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_1 = \frac{M_1 \cdot 1000 \cdot 100}{M \cdot V \cdot 1000} = \frac{M_1 \cdot 100}{M \cdot V}$$

Trong đó:

M – Khối lượng mẫu thử, tính bằng g;

M₁- Hàm lượng axit silixic xác định được theo đường cong chuẩn, tính bằng mg;

V- Lượng dung dịch thử, tính bằng ml.

4.2 Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của ít nhất hai giá trị xác định song song, khi chênh lệch giữa các giá trị đó không vượt quá 10 % so với giá trị nhỏ nhất.