

QUẢNG THIẾC Phương pháp xác định hàm lượng nhôm oxit		TCVN 3639 — 81
Оловянная руда Метод определения содержания окиси алюминия	Tin ores. Method for the deter- mination of aluminium oxide content	Có hiệu lực từ 1-7-1982

1. NGUYÊN TẮC

Phương pháp dựa trên việc chuẩn độ gián tiếp nhôm bằng EDTA với chỉ thị xilen da cam. Dung dịch được sử dụng để xác định hàm lượng nhôm oxit là phần nước lọc sau khi đã tách silic theo TCVN 3641 — 81

2. HÓA CHẤT

Axit clohidric (1,19) và các dung dịch (1+1), (5 + 95);

Axit axetic (1,05);

Amoni nitrat;

Amoni hidroxit dung dịch (1 + 1)

Amoni axetat;

Natri clorua;

Natri florua, dung dịch 4 % đựng trong bình polyetylen;

Phenolftalein dung dịch 1 % pha trong rượu etylic;

Dung dịch đệm axetat: Hòa tan 500 g amoni axetat trong 600 — 700 ml nước, thêm 20 ml axit axetic (1,05) và định mức bằng nước đến 1000 ml;

Dung dịch kẽm clorua 0,05 M: Hòa tan 3,269 g kẽm hạt bằng 20 — 25 ml axit clohidric (1,19). Cô đến thể tích 5 ml rồi pha loãng bằng nước cất tới 50 ml. Sau đó chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml, định mức bằng nước đến vạch;

1 ml dung dịch chứa 0,003269 g kẽm;

Axit flohidric;

Gelatin, dung dịch 10 g/lít;

Dung dịch EDTA 0,05 M: Hòa tan 18,61 g EDTA trong 300 — 400 ml nước và định mức bằng nước đến 1000 ml;

Xilen da cam trộn với natri clorua tỷ lệ 1 + 100, giữ trong bình thủy tinh màu;

Dung dịch đậm amoni-amonit clorua: Hòa tan 70 g amoni clorua vào bình định mức dung tích 1000 ml có chứa sẵn 570 ml amoni, định mức bằng nước đến vạch.

Natri peoxit:

Natri hidroxit.

3. CÁCH TIẾN HÀNH

Dùng pipet hút 100 ml dung dịch (II) (TCVN 3641 - 81) vào bình nón dung tích 500 ml. Trung hòa từ từ dung dịch II tới pH 6,6 - 6,7 bằng dung dịch amoni hidroxit, thêm vài giọt chỉ thị metyl đỏ, rồi đun đến sôi. Cho dung dịch amoni hidroxit (1 + 1) vào cho tới khi dung dịch chuyển sang màu vàng.

Hòa tan kết tủa bằng dung dịch axit clohidric. Thêm 5 ml axit clohidric (1 + 1) cho hidro peoxit vào cho đến khi dung dịch xuất hiện màu vàng của ion Fe^{3+} và TiO^{2+} . Đun sôi để loại trừ lượng chất oxi hóa dư. Làm lạnh dung dịch. Thêm 20 ml nước và dùng buret cho vào 40 ml dung dịch EDTA. Đun đến 50°C. Làm lạnh nhanh bằng dòng nước chảy. Thêm 3 - 4 giọt phenolftalein. Trung hòa bằng amoni-amonit tới màu hồng nhạt, cho vào 8 giọt axit clohidric loãng, 20 ml dung dịch đậm axetat và đun sôi 2 - 3 phút. Làm lạnh bằng nước. Cho vào 0,01 - 0,02 g hỗn hợp xilen da cam và natri clorua. Chuẩn độ lượng EDTA dư bằng dung dịch kẽm tiêu chuẩn cho đến khi dung dịch chuyển từ màu vàng sang màu hồng nhạt.

Cho vào dung dịch vừa được chuẩn 40 ml dung dịch natri florua. Đun đến sôi và làm lạnh bằng nước sau 2 - 3 giờ, thêm 0,1 g hỗn hợp xilen da cam và natri clorua. Rồi chuẩn độ lượng EDTA vừa bị đẩy ra bằng dung dịch kẽm như trên.

4. TÍNH KẾT QUẢ

4.1. Hàm lượng nhôm oxit (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{V.T.500.100}{G.100}$$

trong đó:

V - lượng dung dịch kẽm tiêu tốn khi chuẩn độ lượng EDTA bị đẩy ra từ phức nhôm bởi natri florua, tính bằng ml;

T — độ chuẩn của dung dịch kẽm đem dùng, tính bằng số gam nhôm trong 1 ml;

500 — thể tích của dung dịch mẫu, tính bằng ml;

100 — thể tích của dung dịch lấy để chuẩn độ nhôm, tính bằng ml;

G — lượng mẫu cân, tính bằng g.

4.2. Độ chính xác của phương pháp

Hàm lượng nhôm oxit %				Độ lệch cho phép (%)	
Đến 1,0				0,20	
Lớn hơn	1,0	»	4,0	0,30	
»	4,0	»	6,0	0,35	
»	6,0	»	8,0	0,50	
»	8,0			0,60	