

QUẶNG BAUXIT		TCVN
Phương pháp xác định hàm lượng nhôm oxit		2827 — 79
Боксит	Bauxite.	
Метод определения содержания окиси алюминия	Method for the determi- nation of aluminon oxide content	Khuyến khích áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hóa học xác định hàm lượng nhôm oxit trong quặng bauxit bằng phương pháp chuẩn độ phức chất. Khi tiến hành phân tích nhất thiết phải tuân theo những quy định chung cho các phương pháp phân tích hóa học quặng bauxit trong TCVN 2823 — 79.

1. NGUYÊN TẮC

Hàm lượng nhôm oxit được xác định bằng phương pháp chuẩn độ tạo phức. Dung dịch để xác định là dung dịch II đã tách loại các nguyên tố cản trở sắt, và titan bằng natri hydroxit.

2. HÓA CHẤT VÀ DỤNG CỤ

Axit clohydric theo TCVN 1556 — 74, dung dịch (1 + 1);

Axit axetic (1,05);

Axit nitric (1,30);

Amoni hydroxit (0,90);

Amoni clorua;

Natri hydroxit; Kali hydroxit

Natri cacbonat; Kali cacbonat

Urotropin (hexametylentetramin) dung dịch 25% và 0,5%;

Xilen da cam, trộn nghiền với kali nitrat theo tỷ lệ 1:100;

Dung dịch đệm axetat: cho 250 g natri axetat vào bình định mức dung tích 1000 ml, hòa tan bằng một ít nước cất rồi thêm vào 20 ml axit axetic và thêm nước đến vạch.

EDTA dung dịch 0,025 M:

Dung dịch kẽm nitrat 0,025 M chuẩn: hòa tan 1,6395 g kẽm kim loại trong hỗn hợp 100 ml nước cất và 15 ml axit nitric. Đun nóng cho bay hơi dung dịch đến khi còn lại 5 - 10 ml và thêm nước đến vạch mức 1000 ml.

3. CÁCH TIẾN HÀNH

3.1. Lấy 50 ml dung dịch II cho vào cốc dung tích 250 ml, thêm 5 - 6 giọt axit nitric, đun sôi. Trung hòa dung dịch bằng dung dịch amoni hydroxit đến khi kết tủa hydroxit bắt đầu xuất hiện. Thêm từng giọt axit clohydric loãng đến tan hết kết tủa; thêm vào 0,5 ml amoni clorua và 20 ml dung dịch urotropin 25%. Đun nhẹ trên bếp trong 20 phút để kết tủa đông tụ và lọc qua giấy lọc bằng đồ.

Rửa kết tủa 5 - 8 lần bằng dung dịch urotropin 0,5%, sau đó chuyển hết kết tủa vào cốc đã dùng để kết tủa bằng nước nóng. Rửa giấy lọc bằng 20 ml axit clohydric loãng và 3 - 4 lần bằng nước nóng. Đổ tất cả nước lọc vào cốc có chứa kết tủa. Đun nóng đến hòa tan hết kết tủa và chuyển vào bình định mức 250 ml có chứa 50 ml natri hydroxit 20% đã đun nóng đến 80°C. Rửa sạch cốc 3 - 4 lần bằng nước nóng. Làm lạnh dung dịch và thêm nước đến vạch, lắc cẩn thận. Lọc dung dịch qua giấy lọc khô vào bình khô và bỏ đi phần dung dịch trong đầu tiên.

Cho 100 ml dung dịch trên vào bình nón dung tích 500 ml, thêm 1,2 giọt fenolftalein 0,5%. Trung hòa dung dịch bằng axit clohydric loãng cho đến khi mất màu hồng. Thêm 25 ml dung dịch EDTA 0,025 M và 10 ml dung dịch đệm, đun sôi 2 - 3 phút. Làm lạnh dung dịch. Thêm vào đó 10 ml dung dịch đệm và một vài giọt chỉ thị. Chuẩn lượng dư EDTA bằng dung dịch kẽm nitrat đến khi màu vàng của dung dịch chuyển sang màu hồng nhạt.

3.2. Hệ số chuyển của dung dịch EDTA 0,025 M theo dung dịch kẽm nitrat được xác định như sau:

Lấy 20 ml dung dịch EDTA 0,025 M cho vào bình nón dung tích 500 ml và pha loãng đến 200 ml bằng nước cất. Thêm vài hạt chỉ thị và từng giọt amoni hydroxit đến khi dung dịch có màu xanh, sau đó làm mất màu dung dịch bằng cách thêm từng giọt axit

clohydric loãng. Thêm 20 ml dung dịch đệm và chuẩn bằng kẽm nitrat cho đến khi màu vàng của dung dịch chuyển sang hồng nhạt.

Hệ số chuyển được tính theo công thức:

$$K = \frac{v_1}{v}$$

trong đó:

V_1 — thể tích kẽm nitrat đã dùng để chuẩn độ, tính bằng ml;

V_2 — thể tích EDTA lấy để chuẩn độ, tính bằng ml.

4. TÍNH KẾT QUẢ

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

$$X = \frac{(v_k - v_1) \cdot 0,00225 \cdot v \cdot 100}{G \cdot v_1}$$

trong đó:

v — thể tích dung dịch EDTA 0,025 M, tính bằng ml;

k — hệ số chuyển của dung dịch EDTA 0,025 M.

v_1 — thể tích dung dịch kẽm nitrat 0,025 M dùng để chuẩn lượng dư EDTA, tính bằng ml;

0,00225 — độ chuẩn của dung dịch EDTA tính thành số lượng gam nhôm oxit;

V — thể tích chung của dung dịch, tính bằng ml;

V_1 — thể tích dung dịch lấy để chuẩn độ, tính bằng ml;

G — khối lượng mẫu cân, tính bằng g.

4.2. Độ chính xác của phương pháp

Độ lệch cho phép của các kết quả phân tích không vượt quá 0,6%.