

# TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

Nhóm B

<b>THiếc</b>	TCVN
Phương pháp xác định hàm lượng nhôm	2174-87
Олово. Tin	Có hiệu lực từ
Метод определения содержания алюминия. Method for the determination of aluminium content	101/7/87

Tiêu chuẩn này ban hành thay thế TCVN 2174-77.

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp so màu để xác định hàm lượng nhôm từ 0,0005 đến 0,05 % trong thiếc.

Khi tiến hành phải tuân theo những yêu cầu chung trong TCVN 2172-87.

## 1. Bản chất phương pháp

Phương pháp này dựa trên cơ sở mẫu được hoà tan trong hỗn hợp axit clohydric, axit bromhydric với brom. Thiếc được tách ra dưới dạng bromua, sau đó nhôm được tạo thành phức màu với eriochrom xyanin R và đo mật độ quang trên máy so màu ở bước sóng 530 nm.

## 2. Thiết bị hoá chất và dung dịch

Máy phổ kế hay máy so màu quang điện cùng các phụ kiện kèm theo.

Máy đo pH

Axit clohydric d 1,19 dung dịch ( 1 + 1 ) và dung dịch 7 N.

Axit bromhydric d 1,49.

Brom.

Hỗn hợp axit hoà tan : 45 ml axit clohydric, 45 ml axit bromhydric và 10 ml brom (pha dùng ngay)

Hydrôgen peoxýt dung dịch 30%.

Axit axêtic d 1,05, dung dịch 2N: 116 ml axit axêtic cho vào bình định mức dung tích 1000 ml thêm nước cất đến vạch, lắc đều.

Amôniac d 0,91, dung dịch 2N : 133 ml amôniac cho vào bình định mức dung tích 1000 ml thêm nước cất đến vạch, lắc đều .

Dung dịch amôni axêtat : trộn đều 460 ml dung dịch axit axêtic với 540 ml dung dịch amôniac. pH của dung dịch cần phải đạt 7,7. Kiểm tra độ pH này bằng máy đo pH. Dùng axit axêtic hay dung dịch amôniac để điều chỉnh pH .

Axit nitric d 1,40

Thiurê .

Axit atcobit (pha dùng ngay) dung dịch 5%.

Eriôcrôm xyanyn R dung dịch 0,07% : 0,7 g Eriôcrôm xyanyn hoà tan trong 2 ml axit nitric, lắc đều trong 2 phút, thêm vào 70 ml nước cất 0,3 g thiurê, lắc đều và giữ nguyên 24 h trong chỗ tối. Sau đó lọc dung dịch vào bình định mức dung tích 1000 ml thêm nước cất đến vạch, lắc đều. Dung dịch giữ trong bình thuỷ tinh có màu tối .

Nhôm bột nguyên chất.

Dung dịch nhôm chuẩn:

- Dung dịch A : 0,100 g nhôm hoà tan trong 20 ml dung dịch axit clohydric 1 + 1, sau chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1000 ml thêm nước cất đến vạch, lắc đều.

1 ml dung dịch A này có chứa 0,1 mg nhôm .

- Dung dịch B : lấy 10 ml dung dịch A cho vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm nước cất đến vạch, lắc đều. Dung dịch pha trước khi sử dụng .

1 ml dung dịch B này có chứa 0,01 mg nhôm .

### 3. Tiến hành phân tích

3.1. Cân 1 g mẫu cho vào cốc dung tích 250 ml, thêm 10 ml hỗn hợp axit hoà tan. Đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ, không đun nóng để mẫu tự tan. Sau khi mẫu tan, tráng mặt kính đồng hồ bằng 3 ml axit clohydric, đun nóng nhẹ dung dịch đến khi còn sền sệt, để nguội cho tiếp vào 5 ml dung dịch hỗn hợp axit, lại cho bốc hơi ở nhiệt độ 80-90°C. Tiến hành phân huỷ như vậy từ 4 - 6 lần đảm bảo loại hoàn toàn thiếc. Để nguội cốc, cho vào 3 ml axit clohydric, một vài giọt hydrogen peoxyt và lại cho bốc hơi đến khô. Nếu như sau đó phần muối khô có màu nâu xám thì lại xử lí bằng axit clohydric và hydrogen peoxyt như trên 1 - 2 lần nữa.

Phần muối khô được hoà tan bằng 1 ml dung dịch axit clohydric 7 N .

- Nếu hàm lượng nhôm đến 0,005 % thì sau này dùng toàn bộ dung dịch. Dung dịch được chuyển vào bình định mức dung tích 100 ml, dùng 10 ml nước cất để tráng rửa.

- Nếu hàm lượng nhôm lớn hơn 0,05 % dung dịch được chuyển vào bình định mức 100 ml, thêm 10 ml dung dịch axit clohydric 7 N, thêm nước cất đến vạch lắc đều. Phần dung dịch lấy ở trong bình định mức này ra để phân tích tiếp phụ thuộc vào hàm lượng nhôm trong mẫu theo chỉ dẫn trong bảng 1 .

Nếu phần thể tích dung dịch lấy ra để thí nghiệm tiếp là 5 ml thì cho vào 5 ml nước cất, 0,3 ml dung dịch đệm

Bảng 1

Hàm lượng nhôm, %	Thể tích dung dịch, ml
Từ 0,0005 đến 0,005	Toàn bộ dung dịch
Lớn hơn 0,005 " 0,03	10
" 0,03 " 0,05	5

amoni axetat, 2 ml dung dịch axit atcôbit và 10 ml dung dịch eriocrom xyanin R, lắc đều dung dịch mỗi khi cho từng loại thuốc thử. Thêm tiếp dung dịch đậm amoni axetat đến vạch, lắc đều. Kiểm tra độ pH bằng máy đo pH bảo đảm pH = 6,2 + 6,5, nếu cần dùng dung dịch amôniac hoặc là dung dịch axit axêtic để điều chỉnh. Sau 10 phút đo mật độ quang của dung dịch ở bước sóng 530 nm. Dung dịch so sánh là dung dịch có tất cả các hoá chất song không có dung dịch tiêu chuẩn nhôm. Lượng nhôm trong dung dịch được suy ra từ đồ thị chuẩn.

3.2. Dụng đồ thị chuẩn. Cho vào 7 bình định mức dung tích 100 ml mỗi bình 10 ml nước cất, 1 ml dung dịch axit clohydric 7 N, 30 ml dung dịch đậm amoni axetat, 2 ml dung dịch axit atcôbit. Sai đó cho vào 6 trong số 7 bình 0,50 ; 1,00 ; 2,00 ; 3,00 ; 4,00 ; 5,00 ml dung dịch chuẩn B tương ứng : 0,005 ; 0,010 ; 0,020 ; 0,030 ; 0,040 ; 0,050 mg nhôm, lắc đều và cho vào tất cả các bình mỗi bình 10 ml dung dịch eriocrom xyanin R, thêm tiếp dung dịch đậm amoni axetat đến vạch lắc đều, sai đó tiến hành theo điều 3.1. Trị số các mật độ quang đo được tương ứng

với hàm lượng nhôm đã lấy để phân tích. Trên cơ sở các thông số đó vẽ đồ thị chuẩn.

#### 4. Tính kết quả

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

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100$$

Trong đó :

- $m_1$  - khối lượng nhôm trong dung dịch mẫu thử tìm được qua đồ thị chuẩn, g.
- $m$  - Khối lượng mẫu tương ứng với phần dung dịch lấy để thí nghiệm, g.

4.2. Sai lệch cho phép giữa các kết quả phân tích song song không được vượt quá các trị số quy định trong bảng 2.

Bảng 2

Hàm lượng nhôm	Sai lệch cho phép (tuyệt đối)
Từ 0,0005 đến 0,001	0,0003
Lớn hơn 0,001 " 0,002	0,0004
" 0,002 " 0,005	0,0008
" 0,005 " 0,010	0,0015
" 0,010 " 0,040	0,0040
" 0,040 " 0,050	0,0050