

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 2827 : 1999

ISO 6994 : 1986

Soát xét lần 1

**QUẶNG NHÔM – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NHÔM –
PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ EDTA**

*Aluminium ores – Determination of aluminium content –
EDTA titrimetric method*

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 2827 : 1999 thay thế TCVN 2827 : 1979;

TCVN 2827 : 1999 hoàn toàn tương đương với ISO 6994 : 1986

TCVN 2827 : 1999 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC 129 “Quặng nhôm” biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường (nay là Bộ Khoa học và Công nghệ) ban hành.

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

Quặng nhôm – Xác định hàm lượng nhôm – Phương pháp chuẩn độ EDTA

Aluminium ores – Determination of aluminium content – EDTA titrimetric method

1 Phạm vi và lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn độ EDTA để xác định hàm lượng nhôm trong quặng nhôm.

Phương pháp này có thể áp dụng cho các sản phẩm chứa nhôm, biểu thị bằng nhôm oxit (Al_2O_3) trong khoảng từ 30 % đến 65 % (m/m).

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

ISO 8557:1985 Quặng nhôm – Xác định độ hút ẩm của mẫu phân tích – Phương pháp khối lượng.

3 Nguyên tắc

Phân huỷ mẫu thử bằng các cách sau:

a) Xử lý bằng hỗn hợp axit clohidric, axit nitric và axit sunfuric.

CHÚ THÍCH: Phương pháp này chỉ dùng cho quặng chứa gibxit và bômit hoặc chỉ có bômit và khi hoà tan mẫu sau khi đun sôi silic oxit, cặn thu được ít hơn 1% khối lượng của mẫu thử.

hoặc

b) Nung phân huỷ mẫu bằng natri peroxyt sau đó nung chảy nhanh. Hoà tan khối đã nóng chảy bằng axit sunfuric.

CHÚ THÍCH: Phương pháp này chỉ dùng cho quặng chứa diaspor và khi hoà tan mẫu, sau khi đun sôi silic oxit thì cặn còn lớn hơn 1% khối lượng của mẫu thử.

hoặc

c) Nung chảy với hỗn hợp nung chảy natri cacbonat và natri tetraborat rồi hòa tan khối đã nóng chảy bằng axit sunfuric.

TCVN 2827 : 1999

CHÚ THÍCH :Phương pháp này dùng cho tất cả các loại quặng.

Loại bỏ silic oxit bằng cách lọc để có được dung dịch chứa nhôm và các nguyên tố khác. Định mức dung dịch, kết tủa nhôm và các nguyên tố khác trừ crôm, mangan và vanadi bằng amoni benzoat trong axit. Lọc và hoà tan kết tủa benzoat trong axit, sau đó kết tủa các nguyên tố trừ nhôm bằng natri hidroxit. Lọc kết tủa, tiếp theo hoà tan bằng axit rồi lại kết tủa bằng natri hidroxit và lọc để thu hết nhôm cộng kết. Cho dư EDTA vào phần nước lọc đã thu được và xác định hàm lượng nhôm theo phương pháp chuẩn độ ngược lượng dư EDTA bằng dung dịch kẽm sunfat sử dụng xylenol da cam làm chất chỉ thị.

4 Hoá chất

Trong quá trình phân tích chỉ sử dụng các hoá chất có độ tinh khiết phân tích và chỉ dùng nước cất hoặc nước có độ sạch tương đương.

4.1 Natri peroxit (Na_2O_2), dạng bột.

CHÚ THÍCH: Natri peroxit phải được bảo vệ khỏi bị hút ẩm và không được dùng khi nó bắt đầu vón cục.

4.2 Hỗn hợp nung chảy natri cacbonat và natri tetraborat

Trộn đều 3 phần khối lượng natri cacbonat khan (Na_2CO_3) với 1 phần khối lượng natri tetraborat khan ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$).

4.3 Amoni axetat, dung dịch 250 g/l.

Hoà tan 250 g amoni axetat trong 900 ml nước và điều chỉnh pH đến 6 bằng axit axetic đã (ρ 1,050 g/ml). Pha loãng đến 1 lit.

4.4 Amoni benzoat, dung dịch 100 g/l.

CHÚ THÍCH: Để nhận được dung dịch trong, sau khi đun nóng có thể phải cho thêm đến 5 ml dung dịch amoniac (4.6). Nếu cần, đem lọc để loại bỏ cặn.

4.5 Hexametylen tetramin (hexamin), dung dịch 250 g/l.

Hoà tan 25 g hexametylen tetramin trong 70 ml nước rồi pha loãng đến 100 ml.

4.6 Dung dịch amoniac, (ρ 0,9 g/ml), pha loãng 1+1.

4.7 Axit axetic, (ρ 1,050 g/ml).

4.8 Axit clohidric, (ρ 1,17 g/ml), pha loãng 2+3.

4.9 Natri hidroxit, dung dịch 160 g/l.

Dung dịch này được cất giữ trong chai nhựa.

4.10 Axit sunfuric, (ρ 1,84 g/ml), pha loãng 1 + 1.

4.11 Axit sunfuric, (ρ 1,84 g/ml), pha loãng 1 + 3.

4.12 Axit sunfuric, (ρ 1,84 g/ml), pha loãng 1 + 9.

4.13 Axit flohidric, 40 % (m/m), (ρ 1,13 g/ml).

4.14 Natri sunfat, ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), dung dịch 100 g/l.

4.15 Kali permanganat, dung dịch 1 g/l.

4.16 Hỗn hợp axit

Đong 225 ml nước vào cốc 1 lít, cẩn thận vừa khuấy vừa thêm 175 ml axit sunfuric (ρ 1,84 g/ml) vào. Để nguội đến nhiệt độ phòng rồi thêm 150 ml axit clohidric (ρ 1,17 g/ml) và 50 ml axit nitric (ρ 1,42 g/ml).

Chuẩn bị dung dịch mới cho từng loạt phân tích và loại bỏ dung dịch không được sử dụng đến.

4.17 Dung dịch chuẩn nhôm

Hoà tan khoảng 1,00 g nhôm kim loại (hàm lượng không nhỏ hơn 99,9 %) cân chính xác đến 0,0001 g, trong 60 ml axit clohidric (4.8). Đun nóng, nếu cần. Làm nguội rồi pha loãng đến vạch trong bình định mức 1000 ml.

Nồng độ nhôm oxit tương ứng a trong dung dịch chuẩn tính bằng gam trên lít theo công thức sau :

$$a = m_1 \times 1,8895 \times \frac{P}{100}$$

trong đó

m_1 là khối lượng nhôm kim loại, tính bằng gam;

P là độ sạch của nhôm được sử dụng, tính bằng phần trăm.

4.18 Axit etylendiamin tetraaxetic dihidrat muối dinatri (EDTA), dung dịch chuẩn, nồng độ khoảng 0,05 mol/l (18,6 g/l).

4.19 Kẽm sunfat, dung dịch chuẩn, $c(\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 0,05$ mol/l.

Hoà tan 14,5 g kẽm sunfat ngậm bảy nước ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) trong nước, chuyển vào bình định mức 1000 ml, pha loãng đến vạch và lắc đều.

4.19.1 Quy trình chuẩn hoá dung dịch

4.19.1.1 Chuẩn độ dung dịch EDTA bằng dung dịch chuẩn kẽm sunfat

TCVN 2827 : 1999

Dùng pipét lấy 50 ml dung dịch EDTA (4.18) cho vào cốc 500 ml rồi thêm 250 ml nước. Cho thêm 0,3 ml chất chỉ thị metyl da cam (4.20), nếu cần cho thêm từng giọt dung dịch amoniac (4.6) cho đến khi màu vừa chuyển sang vàng.

Cho thêm 20 ml dung dịch amoni axetat (4.3) và điều chỉnh pH $5,7 \pm 0,1$ bằng dung dịch amoniac (4.6) hoặc axit axetic (4.7). Cho thêm 0,5 ml chất chỉ thị xylenol màu da cam (4.21) và chuẩn độ bằng dung dịch kẽm sunfat (4.19) cho đến điểm kết thúc (màu chuyển từ vàng sang tím). Ghi thể tích dung dịch đã dùng chuẩn độ (V_1).

4.19.1.2 Xác định đương lượng dung dịch kẽm sunfat

Dùng pipét lấy 50 ml (V_3) dung dịch chuẩn nhôm (4.17) cho vào cốc 500 ml rồi thêm 200 ml nước.

Dùng pipét thêm 50 ml dung dịch EDTA (4.18) thêm 0,3 ml chất chỉ thị metyl da cam (4.20), cho thêm từng giọt dung dịch amoniac (4.6) cho đến khi vừa chuyển màu.

Thêm 20 ml dung dịch amoni axetat (4.3) và đun sôi. Sôi trong 10 phút rồi để nguội. Chính đến pH $5,7 \pm 0,1$ như trong 4.19.1.1 Thêm 0,5 ml chất chỉ thị xylenol da cam (4.21) và chuẩn độ bằng dung dịch kẽm sunfat (4.19) cho đến điểm kết thúc. Ghi thể tích dung dịch đã dùng chuẩn độ (V_2).

Tính hệ số đương lượng A của dung dịch kẽm sunfat theo công thức sau

$$1\text{ml dung dịch kẽm sunfat (A)} = \frac{V_3 a}{V_1 - V_2} \text{ mg Al}_2\text{O}_3.$$

trong đó a là khối lượng nhôm oxit tính bằng gam trong 1 lit dung dịch chuẩn nhôm (4.17).

4.20 Chất chỉ thị metyl da cam, dung dịch 0,1 g/l.

4.21 Chất chỉ thị xylenol da cam, dung dịch 1 g/l.

Chuẩn bị cho từng tháng và bảo quản trong chai màu tối.

5 Thiết bị, dụng cụ

Các dụng cụ phòng thí nghiệm thông thường và

5.1 Đĩa, bằng vật liệu trơ và kích thước đủ để chứa được lượng mẫu cần thiết với mật độ mẫu là 5 mg/mm^2 .

5.2 Tủ sấy điện, có bộ phận khống chế nhiệt độ và cơ cấu truyền nhiệt đối lưu, có thể duy trì nhiệt độ ở $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

CHÚ THÍCH: Tủ sấy phải được kiểm tra bằng cách đặt một số đĩa khô vào đúng chỗ trong tủ sấy rồi đo nhiệt độ ở gần mỗi đĩa để đảm bảo là nhiệt độ yêu cầu đã duy trì trong toàn tủ sấy mà không chỉ ở lân cận vị trí kiểm tra.

5.3 Chén hợp kim platin/vàng (95/5), dung tích khoảng 25 ml để phân huỷ mẫu bằng cách nung chảy như ở 7.6.1.3.

5.4 Chén zirconi, dung tích khoảng 40 ml để phân huỷ mẫu bằng nung với kiềm như ở 7.6.1.2.

5.5 Chén platin.

5.6 Giấy lọc.

5.6.1 Giấy lọc trung.

CHÚ THÍCH: Loại giấy Whatman 541 là thích hợp.

5.6.2 Giấy lọc nhanh loại cứng, không tro.

CHÚ THÍCH: Loại giấy Whatman 541 là thích hợp.

6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

6.1 Lấy mẫu

Mẫu phòng thí nghiệm được lấy và nghiền đến cỡ hạt lọt qua rây 150 µm phù hợp với các phương pháp được qui định trong các tiêu chuẩn liên quan *).

6.2 Chuẩn bị mẫu

Lấy khoảng 10 g mẫu đặt vào đĩa (5.1). Rải mẫu thành lớp có mật độ khoảng 5 mg/mm² và để mẫu cân bằng với độ ẩm môi trường phòng thí nghiệm ít nhất trong vòng 2 giờ.

7 Tiến hành thử

7.1 Số lần thử

Tiến hành phân tích mẫu đúng một cách độc lập đối với một mẫu quặng.

CHÚ THÍCH: ở đây thuật ngữ “độc lập” có nghĩa là thay đổi người phân tích. Nếu cùng một người phân tích thì phải tiến hành phân tích vào thời điểm khác nhau.

*) Các tiêu chuẩn liên quan là ISO 6137 Quặng nhôm – Phương pháp lấy mẫu và TCVN 2823 : 1999 (ISO 6140 : 1991) Quặng nhôm – Chuẩn bị mẫu.

TCVN 2827 : 1999

7.2 Mẫu thử

Cân khoảng 1 g mẫu đã cân bằng trong môi trường không khí với độ chính xác 0,000 1 g, ghi lại khối lượng (m).

CHÚ THÍCH: Đối với quặng chứa trên 56 % (m/m) nhôm oxit, khối lượng mẫu thử nên lấy 0,9 g.

7.3 Xác định độ hút ẩm

Khi cân mẫu thử đồng thời cân hai mẫu để xác định độ hút ẩm và tiến hành các xác định theo qui trình qui định tại ISO 8557.

7.4 Phân tích mẫu trắng

Song song với quá trình phân huỷ mẫu thử, tiến hành chuẩn bị dung dịch trắng theo phương pháp phân huỷ mẫu nhưng không có mẫu thử. Khi tiến hành phân tích một số mẫu cùng một lúc thì giá trị của mẫu trắng có thể do một lần phân tích mẫu trắng làm đại diện với điều kiện trình tự tiến hành như mẫu thử.

7.5 Phân tích kiểm tra

Mỗi lần tiến hành phân tích kiểm tra, việc phân tích mẫu chuẩn qui định của cùng loại quặng sẽ được tiến hành song song và cùng điều kiện với việc phân tích mẫu quặng.

CHÚ THÍCH: Mẫu chuẩn qui định phải là mẫu cùng loại với mẫu thử. Tuy nhiên, mẫu đó không được xem là cùng loại nếu như tính chất của mẫu thử khác với tính chất của mẫu chuẩn qui định đến mức mà trình tự tiến hành phân tích phải thay đổi đáng kể.

7.6 Chuẩn bị dung dịch thử

7.6.1 Phân huỷ mẫu

Nếu phân huỷ mẫu dựa vào việc hoà tan bằng axit thì tiến hành như qui định ở 7.6.1.1. Nếu phân huỷ mẫu dựa vào nung với kiềm thì tiến hành như qui định ở 7.6.1.2. Nếu phân huỷ mẫu dựa vào nung chảy thì tiến hành như qui định ở 7.6.1.3.

7.6.1.1 Phân huỷ mẫu bằng axit

Cho mẫu thử (7.2) vào cốc đốt 400 ml. Dùng nước làm ướt mẫu và cho 60 ml hỗn hợp axit (4.16) vào. Đậy cốc lại rồi đun ở 80°C để phân huỷ mẫu (xem chú thích 1).

Khi khói nâu đã hết bay ra, cẩn thận rửa nắp và thành cốc. Không đậy cốc, đun bay hơi dung dịch đến lúc khói axit sunfuric dày đặc. Đậy nắp cốc và đun mạnh trong 60 phút trên bếp để tạo nhiệt độ dung dịch (210 ± 10) °C (xem chú thích 2).

CHÚ THÍCH

- 1 Với mẫu phân tích có hàm lượng sắt cao [> 15 % Fe₂O₃], thì phải đun lâu hơn.
- 2 Xác định nhiệt độ bằng cách sử dụng riêng một cốc thí nghiệm có nhiệt kế nhúng ở độ sâu 10 mm trong axit sunfuric (ρ 1,84 g/ml).

7.6.1.2 Phân huỷ mẫu bằng nung với kiềm

Cho mẫu thử (7.2) vào chén zirconi khô (5.4), cho thêm 10 g natri peroxit (4.1), dùng thìa kim loại khô trộn đều. Đặt chén có mẫu vào lò múp nhiệt độ từ 480 °C đến 500 °C trong 45 phút. Lấy chén mẫu ra khỏi lò và dùng ngọn lửa đèn khò để nung chảy hỗn hợp (khoảng 30 giây). Tiếp tục vừa nung hỗn hợp nóng chảy vừa khuấy đảo trong thời gian tổng cộng 2 phút.

Để chén nguội đến nhiệt độ phòng (có thể sử dụng tấm kim loại dày để làm nguội nhanh). Nếu cần, lau sạch đáy chén bằng giấy lọc ẩm. Đặt chén vào cốc dung tích 400 ml, đậy nắp lại và cẩn thận cho vào phía ngoài chén 140 ml dung dịch axit sunfuric (4.12). Cho thêm 20 ml dung dịch axit sunfuric (4.10), để tách mẫu trong chén. Khi khối nung chảy đã tách hết, lấy chén lên và rửa chén vào dung dịch trong cốc.

Cẩn thận tia rửa nắp và thành cốc. Mở nắp, đun cho bay hơi dung dịch đến khi có khói axit sunfuric dày đặc. Đậy nắp lại rồi đun mạnh trong 60 phút trên bếp để tạo nhiệt độ dung dịch (210 ± 10) °C.

CHÚ THÍCH: Xác định nhiệt độ bằng cách sử dụng riêng một cốc thí nghiệm có nhiệt kế nhúng ở độ sâu 10 mm trong axit sunfuric (ρ 1,84 g/l).

7.6.1.3 Phân huỷ mẫu bằng nung chảy

Cho mẫu thử (7.2) vào chén platin/ vàng (6.3) đã sấy khô (xem chú thích 1), cho thêm 2 g hỗn hợp natri cacbonat và natri tetraborat (4.2), rồi trộn đều bằng thìa kim loại khô. Đậy nắp chén platin lại và đặt vào lò nhiệt độ từ 480 °C đến 500 °C trong 5 phút, sau đó chuyển sang lò ở nhiệt độ 1000 °C trong 15 phút.

Để chén nguội rồi đặt vào trong cốc đốt 400 ml. Cho thêm 70 ml dung dịch axit sunfuric (4.11), đậy nắp và tách mẫu trong chén. Khi khối nung chảy đã tách hết, lấy chén lên và rửa chén vào dung dịch trong cốc.

Cẩn thận rửa nắp và thành cốc. Mở nắp, đun cho bay hơi dung dịch đến khi có khói axit sunfuric dày đặc. Đậy nắp lại rồi đun mạnh trong thời gian 60 phút trên bếp để tạo nhiệt độ dung dịch (210 ± 10) °C.

CHÚ THÍCH

- 1 Có thể dùng chén platin, nhưng phải cẩn thận để hỗn hợp nóng chảy không tràn ra miệng chén. Tốt nhất nên dùng chén platin có dung tích lớn hơn (thí dụ 30 ml)
- 2 Xác định nhiệt độ bằng cách sử dụng riêng một cốc thí nghiệm có nhiệt kế nhúng ở độ sâu 10 mm trong axit sunfuric (ρ 1,84 g/l).

TCVN 2827 : 1999

7.6.2 Hoà tan và lọc

Làm nguội dung dịch nhận được như ở 7.6.1.1, 7.6.1.2 hoặc 7.6.1.3 đến nhiệt độ phòng, cẩn thận cho thêm 130 ml nước và đun ở 80 °C đến 90°C trong vòng ít nhất là 40 phút. Khuấy liên tục để muối hoà tan hoàn toàn. Cho thêm một ít bột giấy không tro, khuấy và lọc dung dịch đang còn nóng qua giấy lọc trung (5.6.1), hứng dung dịch đã lọc được vào bình định mức 250 ml. Dùng nước để rửa cốc, dùng đĩa thuỷ tinh có đầu bọc cao su làm sạch cốc và chuyển toàn bộ cặn lên giấy lọc. Rửa giấy lọc và cặn năm lần bằng nước nóng, mỗi lần từ 5 ml đến 10 ml. Giữ lại dung dịch đã lọc và nước rửa. Giữ lại giấy lọc và cặn để tiếp tục công việc như ở 7.6.3.

7.6.3 Xử lý cặn

Chuyển giấy lọc và cặn nhận được ở 7.6.2 vào chén platin đã nung trước và cân trước. Sấy khô và từ từ nâng nhiệt độ lên 600 °C đến 700 °C trong 30 phút trong lò múp để hoá tro hoàn toàn giấy lọc. Để chén nguội và làm ẩm cặn bằng vài giọt nước. Thêm 5 giọt dung dịch axit sunfuric (4.10) và 8 ml axit flohidric (4.13). Cẩn thận đun cho bay hơi dung dịch đến khô trong tủ hút để đuổi silic oxit và axit sunfuric. Nung nhẹ trên ngọn lửa nhỏ sau đó nung đỏ, để chén nguội và cân. Xác định khối lượng của cặn đảm bảo đáp ứng yêu cầu của điều 3.

Thêm $(0,7 \pm 0,1)$ g hỗn hợp nung chảy (4.2). Nung chảy ở nhiệt độ trên 1000 °C trong vòng 4 phút đến 5 phút trong lò múp, đảo nhẹ khối nóng chảy sau đó đưa lại vào lò múp từ 1 phút đến 2 phút.

CHÚ THÍCH – Để tác dụng hoàn toàn, dùng ngọn lửa gas thì có lợi hơn.

Để chén nguội, cho 10 ml dung dịch axit sunfuric (4.12), đậy nắp lại, đun nóng để hoà tan khối nóng chảy. Chuyển dung dịch đó vào dung dịch đã lọc được (7.6.2), rửa chén bằng nước. Làm nguội đến nhiệt độ phòng, pha loãng đến vạch bằng nước và lắc đều. Đây là dung dịch để phân tích.

7.7 Xác định hàm lượng nhôm

Dùng pipét lấy 50,0 ml dung dịch phân tích cho vào cốc 500 ml. Pha loãng đến 120 ml. Đun nóng đến 90 °C và thêm từng giọt dung dịch kali permanganat (4.15) cho đến khi màu tím bền vững trong thời gian ít nhất là 10 giây. Tiếp tục đun nóng ở 90 °C trong 5 phút.

Làm nguội đến nhiệt độ phòng. Sử dụng pH mét để đo độ pH, thêm dung dịch amoniac (4.6) vào, khuấy, điều chỉnh đến độ pH $2,4 \pm 0,1$. Thêm từ từ 15 ml dung dịch amoni benzoat (4.4) và 4 ml dung dịch hexamin (4.5), sau đó đun ở 90 °C trong 30 phút, cứ 10 phút khuấy một lần. Không đun sôi vì nó sẽ tạo bọt. Làm nguội đến khoảng 60 °C, lọc qua giấy lọc nhanh loại cứng không tro, đường kính 11 mm (5.6.2.) và loại bỏ dung dịch lọc.

CHÚ THÍCH: Để tránh dung dịch lọc bị khô trên thành cốc và miệng cốc, cần rửa ngay bằng nước cho chảy theo thành cốc. Cọ sạch thành cốc bằng đĩa thuỷ tinh có đầu bọc cao su và giữ lại cặn lắng trong cốc. Không cần rửa cặn lắng trên giấy lọc.

Thêm 3 ml axit clohidric (4.8) vào cốc ban đầu, đẩy cốc rồi dâng axit lên để hoà tan cặn lắng trên thành cốc. Dùng đĩa thuỷ tinh có đầu bọc cao su cọ rửa đảm bảo sao cho tất cả nhôm bị lắng được hoà tan khỏi thành cốc và miệng cốc. Rửa và lấy đĩa thuỷ tinh ra. Dùng nước rửa đưa toàn bộ chất kết tủa ở trong phễu sang cốc ban đầu, nhưng giữ giấy lọc lại ở trong phễu và đặt cốc xuống dưới phễu. Dùng pipét 2 ml để rửa sạch giấy lọc và phễu bằng axit clohidric nóng (4.8) tối đa là 12 ml, sau đó rửa bằng nước nóng. Loại bỏ giấy lọc, đun dung dịch đến 60 °C để hoà tan kết tủa. Vừa khuấy vừa thêm 25 ml dung dịch natri hidroxit (4.9) rồi tiếp tục đun ở 50 °C đến 60 °C trong 10 phút, thỉnh thoảng khuấy. Lọc dung dịch qua giấy lọc nhanh loại cứng không tro đường kính 11 cm (5.6.2) vào cốc 500 ml trong đó chứa 6 ml axit sunfuric (4.10). Cho đĩa thuỷ tinh vào dung dịch đã lọc để khuấy trộn liên tục dung dịch với axit. Dùng dung dịch natri sunfat (4.14) rửa kết tủa sang phễu, dùng đĩa thuỷ tinh có đầu bọc cao su cọ thành cốc và rửa kết tủa và giấy lọc ba lần bằng dung dịch natri sunfat. cất giữ dung dịch lọc có chứa nhôm. Đây là dung dịch đã lọc lại.

Cho 3 ml axit clohidric (4.8) vào cốc ban đầu, đẩy nắp lại và dùng axit để hoà tan kết tủa ở trên thành cốc. Dùng nước chuyển chất kết tủa trong phễu sang cốc ban đầu và đặt cốc vào phía dưới phễu đã có giấy lọc. Hoà tan chất kết tủa còn lại ở trên giấy lọc bằng cách rửa cẩn thận giấy lọc bằng 12 ml axit clohidric nóng (4.8), sau đó rửa bằng nước nóng. Loại bỏ giấy lọc, đun nóng dung dịch để hoà tan chất kết tủa. Đun ở 50 °C đến 60 °C, vừa thêm vừa khuấy 25 ml dung dịch natri hidroxit (4.9), rồi tiếp tục đun ở 50 °C đến 60 °C trong 10 phút.

Lọc dung dịch qua giấy lọc nhanh loại cứng không tro đường kính 11 cm (5.6.2) vào cốc chứa dung dịch lọc được giữ lại. Chuyển chất kết tủa sang giấy lọc, rửa giấy lọc và chất kết tủa vài lần bằng dung dịch natri sunfat (4.14).

Đun nóng dung dịch lọc thu được lên 50 °C đến 60 °C rồi dùng pipet thêm 50 ml dung dịch EDTA (4.18). Thêm 0,3 ml chất chỉ thị metyl da cam (4.20) và trung hoà dung dịch đến màu da cam bằng dung dịch amoniac (4.6). Cho thêm 20 ml dung dịch amoni axetat (4.3), đun sôi trong 10 phút rồi để nguội. Điều chỉnh dung dịch đến pH $5,7 \pm 0,1$ bằng dung dịch amoniac (4.6) hoặc axit axetic (4.7). Thêm 0,5 ml dung dịch chỉ thị xylenol da cam (4.21) rồi chuẩn độ bằng dung dịch kẽm sunfat (4.19). Ghi lại thể tích đã dùng để chuẩn độ dung dịch mẫu V và dung dịch trắng V_b .

8 Biểu thị kết quả

8.1 Tính hàm lượng nhôm

Tính hàm lượng nhôm bằng phần trăm khối lượng của nhôm oxit, theo công thức:

$$\frac{250 A (V_b - V)}{10 V_p m} \times K$$

trong đó

A là hệ số đương lượng của dung dịch kẽm sunfat, tính được ở 4.19.1.2;

TCVN 2827 : 1999

V_b là thể tích dung dịch kẽm sunfat (4.19) đã dùng để chuẩn độ dung dịch trắng, tính bằng mililit;

V là thể tích dung dịch kẽm sunfat (4.19) đã dùng để chuẩn độ dung dịch phân tích, tính bằng mililit;

V_p là thể tích dung dịch được lấy ở 7.7, tính bằng mililit;

m là khối lượng của mẫu thử, tính bằng gam;

K là hệ số chuyển đổi tính theo công thức :

$$K = \frac{100}{100 - H}$$

trong đó H là độ hút ẩm, được xác định theo ISO 8557, tính bằng phần trăm khối lượng.

8.2 Xử lý chung các kết quả

8.2.1 Độ chính xác

Chương trình thử nghiệm đã được mười sáu phòng thí nghiệm của mười nước tham gia thực hiện. Có bốn mẫu phân tích, mỗi mẫu tiến hành phân tích hai lần. Độ lặp lại, độ tái lập và chỉ số tái lập được tính và ghi trong bảng.

Bảng - Các số liệu về độ chính xác khi xác định nhôm

| Mẫu | Loại quặng | Hàm lượng trung bình Al_2O_3 % | Các thành phần độ lệch chuẩn | | Chỉ số độ tái lập $2p$ |
|----------|---|-------------------------------------|------------------------------|-------|---------------------------|
| | | | S_w | S_b | |
| MT/12/5 | Gipxit (19,5% Fe_2O_3) | 46,62 | 0,131 | 0,212 | 0,50 |
| MT/12/12 | Diaspore (19,5% Fe_2O_3 4,0% SiO_2) | 52,48 | 0,137 | 0,306 | 0,67 |
| MT/12/4 | Bomit/gibbsite blend | 53,39 | 0,120 | 0,126 | 0,35 |
| NBS 696 | Gibbsit* | 54,48 | 0,051 | 0,149 | 0,31 |

* Số liệu được công nhận 54,5%

trong đó:

S_w là sai số chuẩn trong phòng thí nghiệm;

S_b là sai số chuẩn giữa các phòng thí nghiệm.

8.2.2 Sự chấp nhận giá trị kết quả phân tích

Giá trị kết quả phân tích mẫu thử sẽ được chấp nhận khi kết quả phân tích mẫu chuẩn qui định tương ứng khớp với các kết quả nằm trong giới hạn chỉ số độ tái lập ghi ở bảng, và khi chênh lệch

giá trị giữa hai mẫu thử không vượt quá $2,77 S_w$ như số liệu tính được từ giá trị tương ứng của S_w ghi ở bảng .

Khi giá trị kết quả phân tích mẫu chuẩn qui định vượt ra ngoài chỉ số độ tái lập thì sẽ thực hiện phân tích đồng thời mẫu thử, mẫu chuẩn và một mẫu trắng. Giá trị kết quả phân tích mẫu chuẩn qui định sẽ được kiểm tra để xác định khả năng chấp nhận giá trị mẫu thử như nêu ở trên. Nếu nhận được giá trị mẫu chuẩn qui định một lần nữa vượt ra ngoài giới hạn thì trình tự tiến hành thử được lặp lại đối với mẫu chuẩn khác của cùng loại quặng cho đến khi cả hai giá trị mẫu thử có thể chấp nhận được.

Khi khoảng (chênh lệch tuyệt đối) của hai giá trị mẫu thử lớn hơn $2,77 S_w$ thì phải tiến hành phân tích bổ sung một mẫu thử và một mẫu trắng, đồng thời phân tích một mẫu chuẩn qui định của cùng loại quặng. Việc chấp nhận những giá trị bổ sung như vậy đối với mẫu thử, trong từng trường hợp sẽ phụ thuộc vào khả năng chấp nhận kết quả phân tích mẫu chuẩn qui định.

8.2.3 Tính kết quả cuối cùng

Kết quả cuối cùng là trung bình số học của các giá trị phân tích có thể chấp nhận được được tính tới bốn chữ số sau dấu phẩy và được làm tròn đến hai số sau dấu phẩy, cụ thể như sau:

- a) Khi chữ số thứ ba sau dấu phẩy nhỏ hơn 5 thì nó bị loại bỏ và chữ số thứ hai sau dấu phẩy được giữ nguyên không đổi;
- b) Khi chữ số thứ ba sau dấu phẩy là con số 5 và số thứ tư sau dấu phẩy khác số 0, hoặc số thứ ba sau dấu phẩy lớn hơn 5 thì số thứ hai sau dấu phẩy được tăng lên một;
- c) Khi chữ số thứ ba sau dấu phẩy là 5 và số thứ tư sau dấu phẩy là 0, thì số 5 sẽ được bỏ đi và số thứ hai sau dấu phẩy được giữ nguyên không đổi nếu như nó là 0, 2, 4, 6 hoặc 8 và được tăng thêm một nếu nó là 1, 3, 5, 7 hoặc 9.

9 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả gồm các thông tin sau:

- a) Các chi tiết cần thiết để nhận biết về mẫu;
- b) Số hiệu tiêu chuẩn;
- c) Kết quả phân tích;
- d) Số lần đối chứng kết quả;
- e) Các đặc trưng ghi nhận trong quá trình thử, mọi thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này nhưng có ảnh hưởng đến kết quả.