

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6820 : 2015

Xuất bản lần 2

**XI MĂNG POÓC LĂNG CHỨA BARI –
PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH HÓA HỌC**

Portland cement containing barium –

Test methods for chemical analysis

HÀ NỘI – 2015

Mục lục

1 Phạm vi áp dụng.....	5
2 Tài liệu viện dẫn	5
3 Quy định chung	5
4 Hoá chất, thuốc thử.....	6
5 Thiết bị, dụng cụ.....	9
6 Chuẩn bị mẫu thử.....	10
7 Phương pháp thử	10
7.1 Xác định hàm lượng mất khi nung (MKN)	13
7.2 Xác định hàm lượng cặn không tan (CKT)	13
7.2.1 Nguyên tắc.....	13
7.2.2 Cách tiến hành.....	13
7.2.3 Biểu thị kết quả	13
7.3 Xác định hàm lượng silic dioxide (SiO ₂)	13
7.3.1 Nguyên tắc.....	13
7.3.2 Cách tiến hành.....	14
7.3.3 Biểu thị kết quả	14
7.4 Xác định silic dioxide (SiO ₂) hòa tan trong dung dịch (phương pháp đo màu).....	15
7.4.1 Nguyên tắc.....	15
7.4.2 Cách tiến hành.....	15
7.4.3 Biểu thị kết quả	16
7.5 Xác định hàm lượng SiO ₂ tổng.....	16
7.6 Xác định hàm lượng sắt (III) oxide (Fe ₂ O ₃).....	16
7.6.1 Nguyên tắc.....	16
7.6.2 Cách tiến hành.....	16
7.6.3 Biểu thị kết quả	16
7.7 Xác định hàm lượng nhôm oxide (Al ₂ O ₃).....	17
7.7.1 Nguyên tắc.....	17
7.7.2 Cách tiến hành.....	17
7.7.3 Biểu thị kết quả	18
7.8 Xác định hàm lượng bari oxide (BaO).....	18
7.8.1 Nguyên tắc.....	18
7.8.2 Cách tiến hành.....	18
7.8.3 Biểu thị kết quả	19
7.9 Xác định hàm lượng sulfur trioxide (SO ₃).....	19
7.9.1 Nguyên tắc.....	19

TCVN 6820:2015

7.9.2	Cách tiến hành	19
7.9.3	Biểu thị kết quả.....	20
7.10	Xác định hàm lượng calci oxide (CaO).....	20
7.10.1	Nguyên tắc.....	20
7.10.2	Cách tiến hành	21
7.10.3	Biểu thị kết quả.....	21
7.11	Xác định hàm lượng magnesi oxide (MgO)	21
7.11.1	Nguyên tắc.....	21
7.11.2	Cách tiến hành	22
7.11.3	Biểu thị kết quả.....	22
7.12	Xác định hàm lượng kali oxide (K ₂ O) và natri oxide (Na ₂ O).....	22
8	Báo cáo thử nghiệm.....	22

Lời nói đầu

TCVN 6820:2015 thay thế TCVN 6820:2001

TCVN 6820:2015 do Viện Vật liệu Xây dựng – Bộ Xây dựng biên soạn. Bộ Xây dựng đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định. Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Xi măng poóc lăng chứa bari - Phương pháp phân tích hóa học

Portland cement containing barium - Test methods for chemical analysis

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hoá học để xác định các thành phần chủ yếu trong xi măng poóc lăng và clanhke xi măng poóc lăng có chứa bari.

Tiêu chuẩn này có thể áp dụng để xác định hàm lượng bari oxide và sulfur trioxide trong quặng barit.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 141, *Xi măng - Phương pháp phân tích hoá học.*

TCVN 4851, (ISO 3696) *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.*

3 Quy định chung

3.1 Hoá chất dùng trong phân tích có độ tinh khiết không thấp hơn "tinh khiết phân tích" (TKPT).

3.2 Nước dùng trong phân tích theo TCVN 4851 (ISO 3696) hoặc nước có độ tinh khiết tương đương (sau đây gọi là "nước").

3.3 Hoá chất pha loãng được biểu thị theo tỷ lệ thể tích. Ví dụ HCl (1 + 1) là dung dịch gồm 1 thể tích HCl đậm đặc với 3 thể tích nước.

3.4 Nồng độ phần trăm của dung dịch pha loãng được biểu thị bằng số gam chất tan trong 100 mL nước. Ví dụ natri hydroxide (NaOH), dung dịch 10 % là dung dịch gồm 10 g natri hydroxide hoà tan trong 100 mL nước.

3.5 Khối lượng riêng (d) của thuốc thử đậm đặc được tính bằng gam trên mililit (g/mL).

TCVN 6820:2015

3.6 Chỉ tiêu phân tích được tiến hành song song trên hai lượng cân của mẫu thử và một thí nghiệm trắng (bao gồm các lượng thuốc thử như đã nêu trong tiêu chuẩn, nhưng không có mẫu thử) để hiệu chỉnh kết quả.

Chênh lệch giá trị tuyệt đối giữa hai kết quả xác định song song không được vượt giới hạn cho phép, nếu vượt giới hạn cho phép phải tiến hành phân tích lại.

3.7 Việc xây dựng lại đường chuẩn (nếu có) được tiến hành định kỳ theo khuyến cáo của nhà sản xuất thiết bị theo cách làm nêu trong tiêu chuẩn.

3.8 Xác định khối lượng không đổi

Xác định khối lượng không đổi bằng cách: nung hoặc sấy mẫu đến nhiệt độ xác định và giữ ở nhiệt độ đó trong vòng 15 min, để nguội mẫu trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân. Quá trình được lặp lại cho đến khi độ chênh lệch giữa hai lần cân liên tiếp không vượt quá 0,0005 g.

3.9 Biểu thị khối lượng, thể tích và kết quả.

- Khối lượng tính bằng gam (g).

- Thể tích tính bằng mililit (mL).

- Kết quả cuối cùng tính bằng phần trăm (%), là trung bình cộng của hai kết quả phân tích tiến hành song song, lấy đến 2 chữ số có nghĩa sau dấu phẩy.

4 Hoá chất, thuốc thử

4.1 Natri cacbonate (Na_2CO_3) khan.

4.2 Kali cacbonate (K_2CO_3) khan.

4.3 Kali disulfate ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$) khan hoặc kali hydrosulfate (KHSO_4) khan.

4.4 Ammonium chloride (NH_4Cl) tinh thể.

4.5 Hỗn hợp nung chảy: trộn đều Na_2CO_3 (4.1) với K_2CO_3 (4.2) theo tỷ lệ khối lượng 1:1, bảo quản trong bình nhựa kín.

4.6 Acid chlorhydric (HCl) đậm đặc, $d = 1,19$.

4.7 Acid chlorhydric (HCl), pha loãng (1 + 1).

4.8 Acid chlorhydric (HCl), dung dịch 5 %.

4.9 Acid flourhydric (HF) đậm đặc, $d = 1,12$ (từ 38 % đến 40 %).

4.10 Acid sulfuric (H_2SO_4) đậm đặc, $d = 1,84$.

4.11 Acid sulfuric (H_2SO_4), pha loãng (1 + 1).

4.12 Acid sulfuric (H_2SO_4), pha loãng (9 + 1000).

4.13 Acid acetic (CH_3COOH) đậm đặc, d từ 1,05 đến 1,06.

- 4.14 Acid boric (H_3BO_3), dung dịch bão hoà: Hoà tan 50 g acid boric (H_3BO_3) trong 500 mL nước nóng, pha loãng thành 1000 mL.
- 4.15 Acid citric ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$), dung dịch 10 %.
- 4.16 Dung dịch khử: Hoà tan 15 g acid tartaric ($H_2C_4H_4O_6$) và 1 g acid ascorbic ($C_6H_8O_6$) trong 100 mL nước. Dung dịch sử dụng được trong 2 đến 3 ngày, bảo quản trong bình thủy tinh tối màu.
- 4.17 Ammonium molybdate ($(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$), dung dịch 5 %: Hoà tan 25 g ammonium molybdate ($(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$) vào 200 mL nước, đun ấm cho tan, (nếu dung dịch đục thì phải lọc) pha loãng thành 500 mL. Dung dịch sử dụng được trong bốn tuần, bảo quản trong bình nhựa polyethylene.
- 4.18 Kali flouride (KF), dung dịch 5 %, bảo quản trong bình nhựa polyethylene.
- 4.19 Ammonium hydroxide (NH_4OH) đậm đặc, $d = 0,88$ (25 %).
- 4.20 Natri hydroxide (NaOH), dung dịch 10 %, bảo quản trong bình nhựa polyethylene.
- 4.21 Natri hydroxide (NaOH), dung dịch 30 %, bảo quản trong bình nhựa polyethylene.
- 4.22 Kali hydroxide (KOH), dung dịch 25 %, bảo quản trong bình nhựa polyethylene.
- 4.23 Kali cyanide (KCN), dung dịch 5 %, bảo quản trong bình nhựa polyethylene.
- 4.24 Bari chloride ($BaCl_2$), dung dịch 10 %.
- 4.25 Natri cacbonate (Na_2CO_3), dung dịch 1 % và dung dịch 10 %.
- 4.26 Natri sulfate (Na_2SO_4), dung dịch 10 %.
- 4.27 Acid sulfosalicylic ($C_6H_4(OH)SO_3H$), dung dịch 10 %.
- 4.28 Natri flouride (NaF), dung dịch 3 %, bảo quản trong bình nhựa polyethylene.
- 4.29 Chất chỉ thị fluorexon ($C_{30}H_{28}N_2O_{13}$) 1 %: Dùng cối chày thủy tinh nghiền mịn 0,1 g chỉ thị màu fluorexon với 10 g kali chloride, bảo quản trong lọ thủy tinh màu.
- 4.30 Chỉ thị eriocrom T đen (ETOO) ($C_{20}H_{12}N_3NaO_7S$), dung dịch 0,1 %: Hoà tan 0,1 g chỉ thị ETOO trong 100 mL cồn 90°, thêm 3 g hydroxylamin hydrochloride, khuấy đều. Bảo quản trong chai thủy tinh tối màu.
- 4.31 Chỉ thị xyleneol da cam ($C_{31}H_{28}N_2Na_4O_{13}S$), dung dịch 0,1 %: Hoà tan 0,1 g thuốc thử xyleneol da cam trong 100 mL nước.
- 4.32 Chỉ thị metyl đỏ ($C_{15}H_{15}O_2N_3$), dung dịch 0,1 %: Hòa tan 0,1 g thuốc thử trong 100 mL cồn 90°.
- 4.33 Chỉ thị phenolphthalein ($C_{20}H_{14}O_4$), dung dịch 0,1 %: Hoà tan 0,1 g phenolphthalein trong 100 mL cồn 90°.
- 4.34 Dung dịch đệm pH = 5,5: Hoà tan 100 mL ammonium hydroxide đậm đặc vào khoảng 300 mL đến 400 mL nước, thêm 100 mL acid acetic đậm đặc (4.13), thêm nước thành 1000 mL, khuấy đều. Kiểm tra và hiệu chỉnh lại dung dịch đệm pha được bằng máy đo pH.

TCVN 6820:2015

4.35 Dung dịch đệm pH = 10,5: Hoà tan 54 g amoni chloride vào 500 mL nước, thêm 350 mL ammonium hydroxide đậm đặc (4.8), thêm nước thành 1000 mL, khuấy đều. Kiểm tra và hiệu chỉnh lại dung dịch đệm pha được bằng máy đo pH.

4.36 Dung dịch tiêu chuẩn EDTA ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 0,01 M: Pha chế từ ống chuẩn (fixanal) EDTA 0,01 M.

4.37 Dung dịch tiêu chuẩn kẽm acetate ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$) 0,01 M

Hoà tan từ 2,2 g đến 2,3 g kẽm acetate ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) vào 200 mL nước, thêm 2 mL acid acetic đậm đặc (4.7), đun đến tan trong, pha loãng thành 1000 mL.

*** Xác định tỷ số nồng độ K giữa dung dịch EDTA 0,01 M và dung dịch kẽm acetate 0,01 M:**

Lấy 20 mL dung dịch EDTA 0,01M (4.30) vào cốc dung tích 250 mL, thêm 100 mL nước và 20 mL dung dịch đệm pH = 5,5 thêm 2 giọt đến 3 giọt chỉ thị xylenol da cam 0,1 %. Đun tới nhiệt độ đạt từ 70 °C đến 80 °C, chuẩn độ dung dịch khi còn nóng bằng dung dịch kẽm acetate pha được đến khi dung dịch trong cốc chuyển từ màu vàng sang hồng, ghi thể tích dung dịch kẽm acetate tiêu thụ (V_{Zn}).

Xác định tỷ số nồng độ (K) giữa hai dung dịch theo công thức (1):

$$K = \frac{V_E}{V_{\text{zn}}} \quad (1)$$

trong đó:

V_E : Thể tích dung dịch EDTA lấy để chuẩn độ, tính bằng mililit (mL);

V_{zn} : Thể tích dung dịch $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ tiêu thụ khi chuẩn độ, tính bằng mililit (mL).

4.38 Dung dịch tiêu chuẩn gốc silic dioxide (chứa 0,2 mg SiO_2 trong 1 mL)

Sử dụng dung dịch tiêu chuẩn mua sẵn hoặc:

Nung chảy 0,10 g silic dioxide tinh khiết (đã được nung ở 1000 °C đến khối lượng không đổi) với 3 g – 4 g hỗn hợp nung chảy (4.5) trong chén bạch kim ở nhiệt độ 950 °C ± 50 °C trong thời gian từ 30 min đến 40 min. Lấy chén ra đặt nghiêng, để nguội. Chuyển định lượng khối nung chảy vào cốc đã có sẵn 200 mL nước và 10 g NaOH, rồi đun tới tan trong. Để nguội, thêm nước tới 500 mL, lắc đều. Bảo quản trong bình nhựa polyethylene.

* Dung dịch tiêu chuẩn silic dioxide làm việc (chứa 0,02 mg SiO_2 trong 1 mL).

Dùng pipet lấy 25 mL dung dịch tiêu chuẩn gốc cho vào bình định mức dung tích 250 mL, thêm nước tới vạch mức, lắc đều. Dung dịch sử dụng được trong 7 ngày.

4.39 Dung dịch tiêu chuẩn gốc natri oxide (chứa 0,3 mg Na_2O trong 1 mL)

Sử dụng dung dịch tiêu chuẩn mua sẵn hoặc:

Hoà tan 0,5660 g NaCl đã sấy ở nhiệt độ 110 °C vào nước, chuyển vào bình định mức 1000 mL, thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Bảo quản trong bình nhựa.

* Dung dịch tiêu chuẩn natri oxide làm việc (chứa 0,03 mg Na₂O trong 1 mL).

Dùng pipet bầu lấy 10 mL dung dịch tiêu chuẩn gốc cho vào bình định mức dung tích 100 mL, thêm nước tới vạch mức, lắc đều.

* Xây dựng đường chuẩn:

Dùng pipet lấy vào 6 bình định mức làm bằng polyethylene, dung tích 100 mL, lần lượt các thể tích 0 mL; 1 mL; 2 mL; 3 mL; 4 mL; 5 mL của dung dịch tiêu chuẩn natri oxide làm việc. Thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

Đo độ hấp thụ quang trên thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử. Từ lượng natri oxide có trong dung dịch và giá trị độ hấp thụ quang đo được, lập đường chuẩn bậc 1 theo hướng dẫn của thiết bị.

4.40 Dung dịch tiêu chuẩn gốc kali oxide (chứa 0,3 mg K₂O trong 1 mL)

Sử dụng dung dịch tiêu chuẩn mua sẵn hoặc:

Hoà tan 0,4750 g KCl đã sấy ở nhiệt độ 110 °C vào nước, chuyển vào bình định mức 1000 mL, thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Bảo quản trong bình nhựa.

* Dung dịch tiêu chuẩn kali oxide làm việc (chứa 0,03 mg K₂O trong 1 mL).

Dùng pipet bầu lấy 10 mL dung dịch tiêu chuẩn gốc cho vào bình định mức dung tích 100 mL, thêm nước tới vạch mức, lắc đều.

* Xây dựng đường chuẩn:

Dùng pipet lấy vào 6 bình định mức làm bằng polyethylene, dung tích 100 mL, lần lượt các thể tích 0 mL; 1 mL; 2 mL; 3 mL; 4 mL; 5 mL của dung dịch tiêu chuẩn kali oxide làm việc. Thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

Đo độ hấp thụ quang trên thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử. Từ lượng natri oxide có trong dung dịch và giá trị độ hấp thụ quang đo được, lập đường chuẩn bậc 1 theo hướng dẫn của thiết bị.

5 Thiết bị, dụng cụ

Các dụng cụ thủy tinh thông thường dùng trong phòng thí nghiệm và

5.1 Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,000 1 g.

5.2 Lò nung, có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ đến 950 °C ± 50 °C.

5.3 Máy cất nước.

5.4 Tủ hút hơi độc.

5.5 Tủ sấy, có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ đến 300 °C ± 5 °C.

5.6 Bếp điện, bếp cách cát, có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ đến 400 °C.

TCVN 6820:2015

5.7 Máy đo màu UV-VIS (quang phổ hấp thụ phân tử), có bước sóng từ 380 nm đến 850 nm.

5.8 Thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS), có trang bị thích hợp để đo kali và natri.

5.9 Sàng các loại, có kích thước lỗ 0,5 mm, 0,25 mm; 0,1 mm; 0,063 mm.

5.10 Chày, cối mã não.

5.11 Chén bạch kim, dung tích 30 mL hoặc 50 mL.

5.12 Pipet bầu, dung tích 2 mL, 5 mL, 10 mL, 20 mL, 25 mL, 50 mL, 100 mL.

5.13 Cốc thủy tinh, dung tích 100 mL và 250 mL, 1000 mL.

5.14 Bình định mức, bằng thủy tinh dung tích 100 mL; 250 mL; 500 mL; 1000 mL, bằng polyethylene hoặc bằng thủy tinh borosilicate dung tích 100 mL.

5.15 Bình hút ẩm, chứa hạt silicagel.

5.16 Buret, dung tích 5 mL, 25 mL.

5.17 Bát cô mẫu.

5.18 Giấy pH.

5.19 Giấy lọc không tro

- Giấy lọc loại chảy nhanh (đường kính lỗ trung bình khoảng 20 μm).

- Giấy lọc định lượng không tro chảy trung bình (đường kính lỗ trung bình khoảng 7 μm).

- Giấy lọc định lượng không tro chảy chậm (đường kính lỗ trung bình khoảng 2 μm).

6 Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu thử dùng cho phân tích hoá học được lấy theo các quy định kỹ thuật về lấy mẫu thí nghiệm trong các cơ sở sản xuất và sử dụng nguyên liệu để đảm bảo mẫu thử là đại diện.

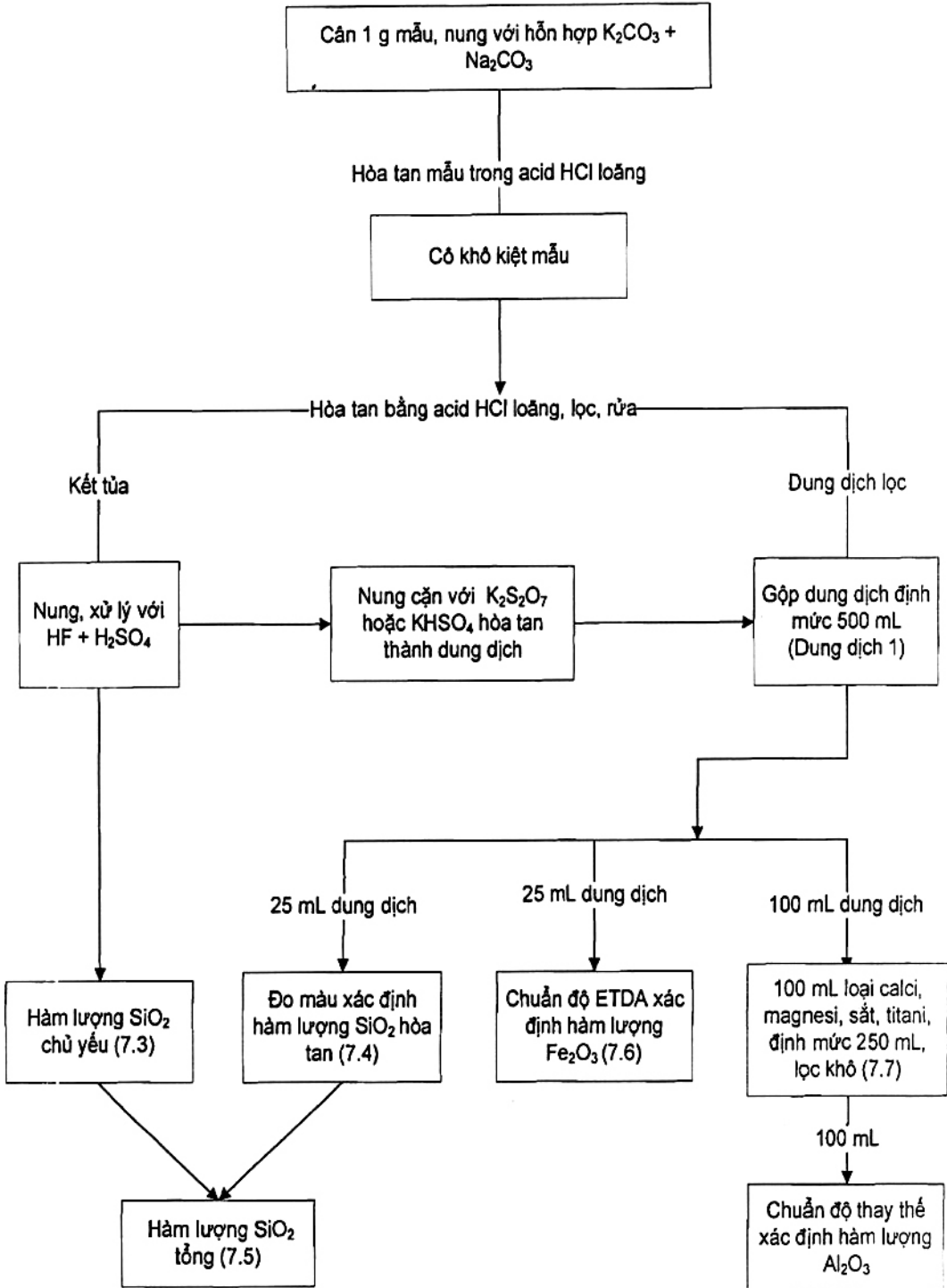
Mẫu đưa tới phòng thí nghiệm có khối lượng không ít hơn 500 g, kích thước hạt không lớn hơn 5 mm.

Trộn đều mẫu, dùng phương pháp chia tư lấy khoảng 100 g, nghiền nhỏ đến lọt hết qua sàng 0,25 mm.

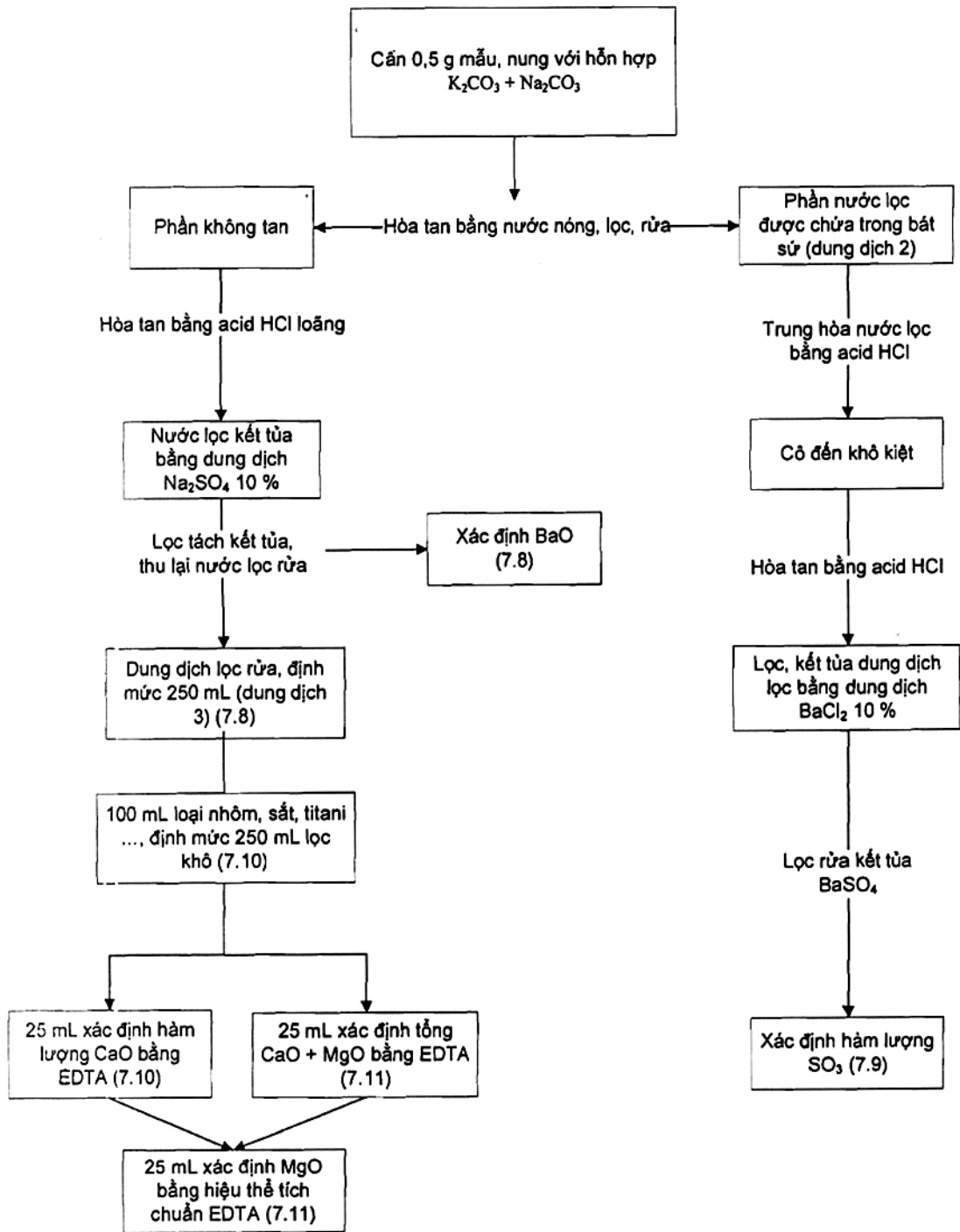
Bằng phương pháp chia tư lấy khoảng 50 g mẫu nghiền mẫu đến lọt hết qua sàng 0,10 mm. Tiếp tục dùng phương pháp chia tư để lấy khoảng 12 g đến 15 g mẫu nghiền mịn trên cối mã não đến cỡ hạt lọt qua sàng 0,063 mm dùng làm mẫu phân tích hóa học. Lượng mẫu còn lại bảo quản trong lọ (túi) kín làm mẫu lưu.

Mẫu dùng để phân tích hóa học được sấy ở nhiệt độ $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi, làm nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng trước khi tiến hành cân để thử nghiệm.

7 Phương pháp thử



Hình 1. Sơ đồ phân tích xác định hàm lượng SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 trong mẫu xi măng poóc lăng chứa bari



Hình 2. Sơ đồ phân tích xác định hàm lượng BaO, SO₃, CaO, MgO trong mẫu xi măng poóc lăng chứa bari

7.1 Xác định hàm lượng mất khi nung (MKN)

Áp dụng Điều 7.1 TCVN 141.

7.2 Xác định hàm lượng cặn không tan (CKT)

7.2.1 Nguyên tắc

Hoà tan mẫu thử bằng dung dịch acid chlorhydric loãng, lọc lấy phần cặn không tan, xử lý bằng dung dịch natri cacbonate, lọc, rửa, nung và cân.

7.2.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 1 g mẫu (đã được chuẩn bị theo Điều 6) chính xác đến 0,0001 g vào cốc thủy tinh dung tích 100 mL, thêm 45 mL nước, khuấy đều, đậy mặt kính đồng hồ, cho từ từ 5 mL acid chlorhydric HCl đặc (4.6), dùng đũa thủy tinh đảo cho tan hết mẫu và đun sôi nhẹ trên bếp cách cát trong 30 min. Lọc gạn dung dịch qua giấy lọc không tro chảy trung bình. Dùng nước nóng rửa cặn và giấy lọc đến hết acid (thử bằng giấy pH). Chuyển giấy lọc có chứa cặn vào cốc cũ và thêm 80 mL dung dịch natri cacbonate Na_2CO_3 10 % (4.25). Để 5 min ở nhiệt độ phòng rồi đun sôi nhẹ khoảng 25 min. Lọc dung dịch qua giấy lọc không tro chảy chậm. Rửa cặn và giấy lọc vài lần bằng nước đun sôi rồi dùng dung dịch acid chlorhydric HCl 5 % nóng (4.8) tiếp tục rửa khoảng 5 đến 6 lần nữa. Cuối cùng, dùng nước nóng rửa cặn và giấy lọc đến hết acid (thử bằng giấy pH).

Chuyển giấy lọc có chứa cặn vào chén sứ đã được nung đến khối lượng không đổi, cặn để biết trước khối lượng. Sấy khô và đốt cháy hết giấy lọc, nung ở $950 \text{ }^\circ\text{C} \pm 50 \text{ }^\circ\text{C}$ trong 45 min. Lấy ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng rồi cân, nung lại ở nhiệt độ đó 15 min và cân đến khối lượng không đổi.

7.2.3 Biểu thị kết quả

Hàm lượng cặn không tan (CKT), tính bằng phần trăm (%), theo công thức (2):

$$\% \text{CKT} = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad (2)$$

trong đó:

m_1 : Khối lượng chén không, tính bằng gam (g);

m_2 : Khối lượng cặn không tan và chén, tính bằng gam (g);

m : Lượng cân mẫu thử, tính bằng gam (g).

Chênh lệch giá trị tuyệt đối cho phép giữa hai thí nghiệm tiến hành song song không vượt quá 0,15 %.

7.3 Xác định hàm lượng silic dioxide (SiO_2)

7.3.1 Nguyên tắc

Phân giải mẫu bằng hỗn hợp nung chảy (Điều 4.5), hòa tan khối chảy bằng acid chlorhydric và cô cạn để tách nước của acid silicic. Lọc, tách và nung kết tủa ở nhiệt độ $950 \text{ }^\circ\text{C} \pm 50 \text{ }^\circ\text{C}$, xử lý kết tủa bằng dung

TCVN 6820:2015

dịch acid flourhydric để tách silic ở dạng silic tetraflouride (SiF_4) dễ bay hơi. Từ sự giảm khối lượng của chén có chứa mẫu sau khi xử lý bằng acid flourhydric xác định được lượng silic dioxide chủ yếu.

7.3.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 1 g mẫu (đã được chuẩn bị theo Điều 6) chính xác đến 0,0001 g vào chén bạch kim đã có sẵn từ 4 g đến 5 g hỗn hợp nung chảy (4.5), phủ lên trên mẫu một lớp hỗn hợp nung chảy dày từ 1 cm đến 2 cm.

Nung mẫu ở $950 \text{ }^\circ\text{C} \pm 50 \text{ }^\circ\text{C}$ trong 30 min. Lấy chén ra để nguội, chuyển toàn bộ khối nung chảy vào bát sứ, dùng nước đun sôi và dung dịch acid chlorhydric (1 + 1) (4.7) rửa sạch chén bạch kim. Đậy bát sứ bằng mặt kính đồng hồ, thêm từ từ 30 mL acid chlorhydric đậm đặc (4.6). Sau khi mẫu tan hết, dùng nước đun sôi tia rửa thành bát sứ và mặt kính đồng hồ, dùng đũa thủy tinh khuấy đều dung dịch.

Cô cạn dung dịch trên bếp cách cát (ở nhiệt độ từ $100 \text{ }^\circ\text{C}$ đến $110 \text{ }^\circ\text{C}$) đến khô, dùng đũa thủy tinh dầm nhỏ các cục muối tạo thành đến cỡ hạt không lớn hơn 2 mm, tiếp tục cô mẫu ở nhiệt độ trên trong thời gian từ 1 h đến 1 h 30 min. Để nguội mẫu thử, thêm vào bát sứ 15 mL acid chlorhydric đậm đặc (4.6), để yên 10 min, thêm tiếp từ 90 mL đến 100 mL nước đun sôi, khuấy đều cho tan hết muối.

Lọc dung dịch còn nóng qua giấy lọc không tro chảy trung bình. Dùng dung dịch acid chlorhydric 5 % (4.8) đã đun nóng, rửa kết tủa và thành bát, lọc gạn 3 lần, sau đó chuyển kết tủa vào giấy lọc, dùng giấy lọc không tro trung bình để lau sạch đũa thủy tinh và thành bát. Tiếp tục rửa bằng nước đun sôi đến hết acid (thử bằng giấy pH). Thu nước lọc và nước rửa vào bình định mức dung tích 500 mL. Chuyển giấy lọc có kết tủa acid silic vào chén bạch kim, sấy và đốt giấy lọc trên bếp điện. Nung chén ở nhiệt độ $950 \text{ }^\circ\text{C} \pm 50 \text{ }^\circ\text{C}$ trong 1 h 30 min. Lấy chén ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân. Nung lại ở nhiệt độ trên đến khi thu được khối lượng không đổi. Ghi khối lượng chén và kết tủa thu được (m_3).

Tắm ướt kết tủa trong chén bằng vài giọt nước, thêm vào 0,5 mL dung dịch acid sulfuric H_2SO_4 (1 + 1) (4.11) và 10 mL acid flourhydric 40 % (4.9). Làm bay hơi chất chứa trong chén trên bếp điện đến khô. Thêm tiếp từ 3 mL đến 4 mL acid flourhydric (4.9), làm bay hơi trên bếp điện đến ngừng bốc khói trắng. Nung chén bạch kim và cặn ở nhiệt độ $950 \text{ }^\circ\text{C} \pm 50 \text{ }^\circ\text{C}$ trong 30 min. Lấy chén ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân. Nung lại ở nhiệt độ trên đến khi thu được khối lượng không đổi. Ghi khối lượng chén và cặn thu được (m_4).

Nung cặn còn lại trong chén với từ 2 g đến 3 g kali disulfate $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ (4.3). Hoà tan khối nung chảy bằng nước sôi, nếu còn vẩn đục, thêm vài giọt acid sulfuric H_2SO_4 đậm đặc (4.10) và đun đến tan trong. Gộp vào phần nước lọc ở trên và thêm nước đến vạch mức lắc đều. Dung dịch này để xác định nhôm, sắt, silic hòa tan (dung dịch 1).

7.3.3 Biểu thị kết quả

Hàm lượng silic dioxide (SiO_2), tính bằng phần trăm (%), theo công thức (3):

$$\%SiO_2 = \frac{m_3 - m_4}{m} \times 100 \quad (3)$$

trong đó:

m_3 : Khối lượng chén bạch kim và kết tủa trước khi xử lý bằng acid HF, tính bằng gam (g);

m_4 : Khối lượng chén bạch kim và kết tủa sau khi xử lý bằng acid HF, tính bằng gam (g);

m : Lượng mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam (g).

Chênh lệch giá trị tuyệt đối cho phép giữa hai thí nghiệm tiến hành song song không vượt quá 0,15 %.

7.4 Xác định silic dioxide (SiO₂) hòa tan trong dung dịch (phương pháp đo màu)

7.4.1 Nguyên tắc

Trong môi trường acid (pH khoảng 1,0 đến 1,5), Si⁴⁺ hòa tan tác dụng với ammonium molybdate tạo thành phức màu vàng, khử phức này sang dạng màu xanh bằng acid ascorbic. Đo độ hấp thụ quang của dung dịch phức màu xanh ở bước sóng 815 nm. Cường độ màu của phức tỷ lệ với lượng silic dioxide hòa tan trong mẫu.

7.4.2 Cách tiến hành

* Xây dựng đường chuẩn:

Lấy 11 bình định mức dung tích 100 mL (bình nhựa polyethylene), lần lượt cho vào mỗi bình một thể tích dung dịch tiêu chuẩn silic dioxide làm việc ($C_{SiO_2} = 0,02 \text{ mg/mL}$) theo thứ tự sau: 0 mL; 1 mL; 2 mL; 4 mL; 6 mL; 8 mL; 10 mL; 12 mL; 16 mL; 20 mL; 25 mL, thêm dung dịch acid sulfuric (9 + 1000) (4.12) đến khoảng 40 mL. Thêm vào 5 mL dung dịch kali flouride 5 % (4.18), lắc đều sau 1 phút thêm tiếp 15 mL dung dịch acid boric bão hoà (4.14), thêm tiếp 10 mL dung dịch ammonium molybdate 5 % (4.17) (thời điểm không) và 5 mL dung dịch acid citric 10 % (4.15). Sau 20 phút thêm tiếp 5 mL dung dịch khử (4.16), thêm dung dịch acid sulfuric (9 + 1000) (4.12) đến vạch định mức, lắc đều. Sau 30 phút (tính từ thời điểm không) đo độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu ở bước sóng 815 nm. Dung dịch so sánh là dung dịch mẫu trắng (lấy từ thí nghiệm trắng).

Từ lượng silic dioxide có trong mỗi bình và giá trị độ hấp thụ quang tương ứng xây dựng đường chuẩn.

* Phân tích mẫu:

Dùng pipet bầu lấy 25,00 mL dung dịch 1 (7.3.2) cho vào bình định mức dung tích 100 mL (bình nhựa polyethylene), thêm dung dịch acid sulfuric (9 + 1000) (4.12) đến khoảng 40 mL. Thêm vào 5 mL dung dịch kali flouride 5 % (4.18), lắc đều sau 1 phút thêm tiếp 15 mL dung dịch acid boric bão hoà (4.14), thêm tiếp 10 mL dung dịch ammonium molybdate 5 % (4.17) (thời điểm không) và 5 mL dung dịch acid citric 10 % (4.15). Sau 20 phút thêm tiếp 5 mL dung dịch khử (4.16), thêm dung dịch acid sulfuric (9 + 1000) (4.12) đến vạch định mức, lắc đều. Sau 30 phút (tính từ thời điểm không) đo độ hấp thụ quang

TCVN 6820:2015

của dung dịch mẫu ở bước sóng 815 nm. Dung dịch so sánh là dung dịch mẫu trắng (lấy từ thí nghiệm trắng).

Từ giá trị độ hấp thụ quang đo được, dựa vào đường chuẩn tìm được hàm lượng silic dioxide có trong bình.

7.4.3 Biểu thị kết quả

Hàm lượng silic dioxide hoà tan, tính bằng phần trăm (%), theo công thức (4):

$$\% \text{SiO}_{2(\text{hòa tan})} = \frac{m_s}{m_g} \times 100 \quad (4)$$

trong đó:

m_s : lượng silic dioxide tìm được trên đường chuẩn, tính bằng gam;

m_g : khối lượng mẫu tương ứng với thể tích mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam;

Chênh lệch giá trị tuyệt đối giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,04 %.

7.5 Xác định hàm lượng SiO₂ tổng

Hàm lượng SiO₂ tổng là tổng hàm lượng SiO₂ xác định theo 7.3 và hàm lượng SiO₂ còn lại trong dung dịch xác định theo 7.4.

7.6 Xác định hàm lượng sắt (III) oxide (Fe₂O₃)

7.6.1 Nguyên tắc

Chuẩn độ ion sắt (III) bằng dung dịch EDTA 0,01 M ở môi trường pH 1,5 đến 1,8 với chỉ thị màu acid sulfosalixylic. Khi kết thúc chuẩn độ màu dung dịch chuyển từ tím đỏ sang vàng rom.

7.6.2 Cách tiến hành

Dùng pipet bầu lấy 25,00 mL dung dịch 1 (7.3.2) cho vào cốc thuỷ tinh dung tích 250 mL. Thêm nước đến thể tích khoảng 100 mL, thêm tiếp 2 mL dung dịch acid sulfosalixylic 10 % (4.27). Dùng dung dịch acid chlorhydric (1 + 1) (4.7) và dung dịch natri hydroxide 10 % (4.20) nhỏ giọt để điều chỉnh pH của dung dịch đạt giá trị khoảng từ 1,5 đến 2 (sử dụng máy đo pH để kiểm tra). Đun nóng dung dịch đến từ 50 °C đến 60 °C, chuẩn độ bằng dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M đến khi dung dịch chuyển từ màu tím đỏ sang vàng rom. Ghi thể tích dung dịch EDTA tiêu thụ (V_1).

7.6.3 Biểu thị kết quả

Hàm lượng sắt (III) oxide, tính bằng phần trăm (%), theo công thức (5):

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{0,0007985 \times V_1}{m} \times 100 \quad (5)$$

trong đó:

V_1 : thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ, tính bằng mililit;

0,0007985: khối lượng Fe_2O_3 tương ứng với 1 mL dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M, tính bằng gam;

m : khối lượng mẫu tương ứng với thể tích mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam.

Chênh lệch giá trị tuyệt đối giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,15 %.

7.7 Xác định hàm lượng nhôm oxide (Al_2O_3)

7.7.1 Nguyên tắc

Dùng dung dịch ammonium hydroxide NH_4OH 25 % tách nhôm ra khỏi lượng lớn Ca^{2+} và Mg^{2+} ở dạng kết tủa hydroxide. Hoà tan kết tủa bằng acid chlorhydric HCl (1 + 1), rồi tiếp tục tách nhôm khỏi các nguyên tố ảnh hưởng bằng kiềm mạnh. Tạo phức giữa nhôm và EDTA dư ở $pH = 5,5$. Chuẩn độ lượng dư EDTA bằng dung dịch kẽm acetate với chỉ thị xylenol da cam. Dùng natri flouride để giải phóng EDTA khỏi phức complexonate nhôm, dùng dung dịch tiêu chuẩn kẽm acetate chuẩn độ lượng EDTA được giải phóng, từ đó tính ra hàm lượng nhôm oxide có trong mẫu.

7.7.2 Cách tiến hành

Dùng pipet bầu lấy 100,00 mL dung dịch 1 (điều 7.3.2) cho vào cốc thuỷ tinh dung tích 250 mL, thêm vào khoảng 2 g amoni chloride NH_4Cl (4.4), khuấy đều, đun nóng dung dịch, nhỏ vào cốc 1 giọt đến 2 giọt chỉ thị metyl đỏ (4.32). Nhỏ từ từ dung dịch ammonium hydroxide NH_4OH 25 % (4.19), khuấy đều đến khi dung dịch trong cốc vừa chuyển sang màu vàng, sau đó cho dư tiếp 1 giọt NH_4OH (4.19). Đun sôi nhẹ dung dịch, lọc dung dịch khi còn nóng qua giấy lọc thô, rửa kết tủa và cốc thuỷ tinh 2 lần đến 3 lần bằng nước nóng.

Hoà tan kết tủa trên giấy lọc bằng dung dịch acid chlorhydric (1+1) (4.7), hứng dung dịch vào cốc đã tiến hành kết tủa. Rửa giấy lọc bằng nước nóng đến hết phần ứng acid (thử bằng giấy đo pH). Thêm vào cốc 30 mL dung dịch natri hydroxide $NaOH$ 30 % (4.21), khuấy đều, đun sôi dung dịch 1 min đến 2 min, lấy ra để nguội rồi chuyển dung dịch trong cốc vào bình định mức dung tích 250 mL, thêm nước tới vạch mức, lắc đều. Lọc dung dịch qua giấy lọc thô (khô), phễu (khô) vào bình nón dung tích 250 mL (khô). Dung dịch lọc dùng để xác định hàm lượng nhôm oxide.

Dùng pipet bầu lấy 100,00 mL dung dịch lọc ở trên vào cốc thuỷ tinh dung tích 250 mL, thêm 20 mL dung dịch EDTA 0,01 M, thêm tiếp 1 giọt đến 2 giọt chỉ thị phenolphthalein 0,1 % (4.33). Dùng dung dịch acid chlorhydric HCl (1 + 1) (4.7) và dung dịch natri hydroxide $NaOH$ 10 % (4.20) điều chỉnh dung dịch tới trung tính (vừa mất màu hồng), thêm 15 mL dung dịch đệm $pH = 5,5$ (4.34).

Đun nóng dung dịch trong cốc đến khoảng 80 °C, thêm vài giọt chỉ thị xylenol da cam 0,1 % và dùng dung dịch tiêu chuẩn kẽm acetate 0,01 M chuẩn độ đến khi dung dịch chuyển từ màu vàng sang hồng.

TCVN 6820:2015

Thêm vào cốc 10 mL dung dịch natri fluoride NaF 3 % (4.28) và đun sôi 3 min, dung dịch lúc này có màu vàng, để nguội dung dịch đến 70 °C đến 80 °C, dùng dung dịch tiêu chuẩn kẽm acetate $Zn(CH_3COO)_2$ 0,01M chuẩn độ lượng EDTA vừa được giải phóng ra đến khi màu của dung dịch chuyển từ vàng sang hồng, ghi thể tích kẽm acetate 0,01 M tiêu thụ (V_2).

7.7.3 Biểu thị kết quả

Hàm lượng nhôm oxide (Al_2O_3) tính bằng phần trăm (%), theo công thức (6):

$$\% Al_2O_3 = \frac{0,0005098 \times V_2 \times K}{m} \times 100 \quad (6)$$

trong đó:

V_2 : thể tích dung dịch tiêu chuẩn kẽm acetate 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ, tính bằng mililit;

0,0005098: khối lượng Al_2O_3 tương ứng với 1 mL dung dịch kẽm acetate 0,01 M, tính bằng gam;

K: là hệ số nồng độ giữa dung dịch kẽm acetate 0,01 M và dung dịch EDTA tiêu chuẩn 0,01 M;

m: là khối lượng mẫu tương ứng với thể tích mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam.

Chênh lệch giá trị tuyệt đối giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,15 %.

7.8 Xác định hàm lượng bari oxide (BaO)

7.8.1 Nguyên tắc

Phân huỷ mẫu bằng cách nung mẫu với hỗn hợp nung chảy để chuyển bari về dạng $BaCO_3$, hòa tan $BaCO_3$ trong dung dịch acid chlorhydric loãng. Sau đó kết tủa bari dưới dạng bari sulfate trong môi trường acid. Từ đó tính được hàm lượng bari oxide có trong mẫu thử.

7.8.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 0,5 g mẫu (đã được chuẩn bị theo Điều 6) chính xác đến 0,0001 g vào chén bạch kim đã có sẵn từ 4 g đến 5 g hỗn hợp nung chảy (4.5), phủ lên trên mẫu một lớp mỏng (khoảng 3 g) hỗn hợp nung chảy nữa.

Nung mẫu ở $950 \text{ }^\circ\text{C} \pm 50 \text{ }^\circ\text{C}$ trong 30 min (đối với quặng barit cần nung mẫu trong 60 min). Lấy chén ra để nguội, chuyển toàn bộ khối nung chảy vào cốc thủy tinh dung tích 250 mL, dùng nước đun sôi rửa sạch chén bạch kim. Dầm nhuyễn kết tủa, đun nhẹ và khuấy đều dung dịch để hòa tan khối nung chảy. Lọc dung dịch qua giấy lọc không tro chảy chậm. Dùng dung dịch Na_2CO_3 1 % (4.25) đã đun nóng, rửa kết tủa và thành bát, tiếp tục rửa kết tủa từ 6 đến 8 lần bằng dung dịch Na_2CO_3 1 % (4.25) đã đun nóng (khi lọc rửa bằng dung dịch Na_2CO_3 1% cần cho nước lọc chảy kiệt khỏi phễu mới thêm lượng nước rửa mới). Thu dung dịch lọc và nước rửa vào bát cô để xác định hàm lượng SO_3 (dung dịch 2).

Chuyển giấy lọc và phần cặn trên đó vào cốc cũ. Nhỏ giọt dung dịch acid chlorhydric (1+1) (4.7) đến ngưng sủi bọt, thêm tiếp vào cốc 5 mL acid chlorhydric đặc (4.6), để yên 10 min ở nhiệt độ phòng. Thêm khoảng 45 mL nước, đun sôi nhẹ 10 min. Lọc dung dịch trong cốc bằng giấy lọc không tro chảy chậm, rửa sạch cốc, kết tủa và giấy lọc bằng nước đun sôi đến hết acid (thử bằng giấy pH). Thu dung dịch lọc vào cốc dung tích 250 mL, đun sôi dung dịch này đồng thời đun sôi dung dịch natri sulfate 10 % (4.26). Cho từ từ 10 mL dung dịch natri sulfate 10 % khuấy đều, tiếp tục đun nhẹ trong 5 min. Để yên kết tủa nơi ấm (40 °C đến 50 °C) từ 4 giờ đến 8 giờ để kết tủa lắng xuống.

Lọc kết tủa qua giấy lọc không tro chảy chậm, rửa kết tủa và giấy lọc 5 lần bằng dung dịch acid chlorhydric 5 % (4.8) đã đun nóng. Tiếp tục rửa với nước đun sôi cho đến hết acid (thử bằng giấy pH). Thu dung dịch lọc và nước rửa vào bình định mức dung tích 250 mL để xác định hàm lượng CaO, MgO (dung dịch 3).

Chuyển giấy lọc có chứa kết tủa vào chén sứ đã nung đến khối lượng không đổi (m_7). Sấy và đốt cháy giấy lọc, nung ở nhiệt độ $850 \text{ }^\circ\text{C} \pm 50 \text{ }^\circ\text{C}$ trong 60 min.

Lấy ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng rồi cân. Lặp lại quá trình nung, làm nguội và cân đến khi thu được khối lượng không đổi (m_8).

7.8.3 Biểu thị kết quả

Hàm lượng bari oxide (BaO), tính bằng phần trăm (%), theo công thức (7):

$$\% \text{BaO} = 0,6570 \times \frac{m_8 - m_7}{m} \times 100 \quad (7)$$

trong đó:

m_8 : Khối lượng chén có kết tủa, tính bằng gam (g);

m_7 : Khối lượng chén không, tính bằng gam (g);

m : Khối lượng mẫu lấy để xác định BaO, tính bằng gam (g);

0,6570: Hệ số chuyển từ BaSO₄ sang BaO.

Chênh lệch giá trị tuyệt đối cho phép giữa hai thí nghiệm tiến hành song song không vượt quá 0,1 %.

7.9 Xác định hàm lượng sulfur trioxide (SO₃)

7.9.1 Nguyên tắc

Sau tách loại ảnh hưởng của các nguyên tố, kết tủa ion sulfate từ dung dịch 2 (7.8.2) dưới dạng bari sulfate (BaSO₄) trong môi trường acid. Nung kết tủa BaSO₄ ở nhiệt độ 850 °C từ đó tính ra hàm lượng sulfur trioxide (SO₃) có trong mẫu.

7.9.2 Cách tiến hành

TCVN 6820:2015

Đậy bát sứ chứa dung dịch 2 (7.8.2) bằng mặt kính. Thêm từ từ dung dịch acid chlorhydric (1+1) (4.7) đến ngừng sủi bọt. Thêm tiếp từ 20 mL đến 25 mL acid chlorhydric đậm đặc (4.6), dùng nước nóng rửa thành bát và mặt kính, khuấy đều dung dịch bằng đũa thủy tinh. Cô cạn dung dịch trên bếp cách cát (ở nhiệt độ từ 100 °C đến 110 °C) đến khô, dùng đũa thủy tinh đâm nhỏ các cục muối tạo thành đến cỡ hạt không lớn hơn 2 mm, tiếp tục cô mẫu ở nhiệt độ trên trong thời gian từ 1 h đến 1 h 30 min. Để nguội mẫu thử, thêm vào bát sứ 15 mL acid chlorhydric đậm đặc (4.6), để yên 10 min, thêm khoảng 50 mL nước đun sôi, khuấy đều cho tan hết muối.

Lọc cạn dung dịch còn nóng qua giấy lọc không tro chảy trung bình. Dùng nước nóng rửa kết tủa và bát đến hết acid (thử bằng giấy pH). Gộp chung phần nước lọc và nước rửa vào cốc dung tích 250 mL. Đun sôi dung dịch thu được và thêm từ từ 10 mL dung dịch bari chloride 10 % (4.24) nóng, vừa thêm vừa khuấy đều, tiếp tục đun nhẹ trong 5 min nữa. Để lắng kết tủa nơi ấm (từ 40 °C đến 50 °C) từ 4 giờ đến 8 giờ.

Lọc kết tủa qua giấy lọc không tro chảy chậm. Chuyển định lượng kết tủa lên phễu lọc và dùng dung dịch acid chlorhydric 5 % (4.8) đã đun nóng để rửa kết tủa. Tiếp tục rửa với nước đun sôi cho đến hết acid (thử bằng giấy pH).

Chuyển giấy lọc có chứa kết tủa vào chén sứ đã nung đến khối lượng không đổi (m_9). Sấy và đốt cháy giấy lọc, nung ở nhiệt độ $850 \text{ }^\circ\text{C} \pm 50 \text{ }^\circ\text{C}$ trong 60 min.

Lấy ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng rồi cân. Lặp lại quá trình nung, làm nguội và cân đến khi thu được khối lượng không đổi (m_{10}).

7.9.3 Biểu thị kết quả

Hàm lượng sulfur trioxide (SO_3), tính bằng phần trăm (%), theo công thức (8):

$$\% \text{SO}_3 = 0,3430 \times \frac{m_{10} - m_9}{m} \times 100 \quad (8)$$

trong đó:

m_{10} : Khối lượng chén có kết tủa, tính bằng gam (g);

m_9 : Khối lượng chén không, tính bằng gam (g);

m : Khối lượng mẫu lấy để xác định SO_3 , tính bằng gam (g);

0,3430: Hệ số chuyển từ BaSO_4 sang SO_3 .

Chênh lệch giá trị tuyệt đối cho phép giữa hai thí nghiệm tiến hành song song không vượt quá 0,1 %.

7.10 Xác định hàm lượng calci oxide (CaO)

7.10.1 Nguyên tắc

Sau khi tách loại bari (7.8.2), tiếp tục tách sắt, nhôm, titan và các ion cản trở khác bằng ammonium hydroxide. Chuẩn độ lượng calci bằng dung dịch EDTA tiêu chuẩn ở pH lớn hơn 12 với chỉ thị fluorexon, ở điểm tương đương dung dịch chuyển từ màu xanh huỳnh quang sang màu hồng.

7.10.2 Cách tiến hành

Dùng pipet bầu lấy 100,00 mL dung dịch 3 (7.8.2) vào cốc thủy tinh dung tích 250 mL, thêm 1 g amoni chloride (4.4), đun dung dịch đến 60 °C - 70 °C, nhỏ từ từ dung dịch ammonium hydroxide NH₄OH 25 % (4.19) và khuấy đều đến khi xuất hiện kết tủa hydroxide, cho dư 1 giọt ammonium hydroxide (4.19). Đun nóng dung dịch từ 70 °C đến 80 °C trong thời gian từ 45 phút đến 60 phút để đồng tụ kết tủa và loại ammonium hydroxide dư. Để nguội dung dịch, chuyển dung dịch trong cốc vào bình định mức dung tích 250 mL, thêm nước tới vạch mức, lắc đều. Lọc dung dịch qua giấy lọc chảy nhanh (khô), phễu (khô) vào bình nón dung tích 250 mL (khô) (dung dịch 4).

Dùng pipet bầu lấy 25,00 mL dung dịch 4 vào cốc thủy tinh dung tích 250 mL, thêm 80 mL nước, 20 mL dung dịch kali hydroxide 25 % (4.22), 2 mL dung dịch kali xianide 5 % (4.23) và một ít chỉ thị fluorexon 1 % (4.29), đặt cốc trên nền màu đen, dùng dung dịch EDTA tiêu chuẩn 0,01 M (4.36), chuẩn độ cho đến khi dung dịch chuyển từ màu xanh huỳnh quang sang hồng. Ghi thể tích EDTA 0,01 M tiêu thụ (V₃).

Làm song song một thí nghiệm trắng để hiệu chỉnh lượng calci có trong dung dịch và thuốc thử. Ghi thể tích EDTA 0,01 M tiêu thụ (V₀₃).

7.10.3 Biểu thị kết quả

Hàm lượng calci oxit (CaO), tính bằng phần trăm(%), theo công thức (9):

$$\%CaO = 0,00056 \times \frac{V_3 - V_{03}}{m} \times 100$$

trong đó:

V₀₃: Thể tích EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit (mL);

V₃: Thể tích EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit (mL);

m: Lượng mẫu lấy để xác định calci oxide, tính bằng gam (g);

0,00056: Khối lượng calci oxide tương ứng với 1 mL dung dịch EDTA 0,01 M, tính bằng gam (g).

Chênh lệch giá trị tuyệt đối cho phép giữa hai thí nghiệm tiến hành song song không vượt quá 0,25 %.

7.11 Xác định hàm lượng maginesi oxide (MgO)

7.11.1 Nguyên tắc

Chuẩn độ tổng lượng calci và maginesi trong mẫu bằng dung dịch EDTA tiêu chuẩn theo chỉ thị eriocrom T đen ở pH = 10,5.

Xác định hàm lượng maginesi oxide (MgO) theo hiệu số thể tích EDTA tiêu thụ khi chuẩn độ tổng lượng calci và maginesi ở pH = 10,5 và khi chuẩn độ riêng calci ở pH > 12.

7.11.2 Cách tiến hành

TCVN 6820:2015

Dùng pipet bầu lấy 25,00 mL dung dịch 4 (7.10.2) vào cốc thủy tinh dung tích 250 mL, thêm nước đến khoảng 80 mL. Thêm tiếp vào cốc 20 mL dung dịch đệm pH = 10,5 (4.35); 2 mL dung dịch kali cyanide 5 % (4.23) và từ 2 giọt đến 3 giọt chỉ thị eriocrom T đen 0,1 % (4.30). Chuẩn độ tổng lượng calci và magnesi bằng dung dịch EDTA 0,01 M (4.36) đến khi dung dịch chuyển từ màu đỏ tím sang màu xanh nước biển. Ghi thể tích EDTA tiêu thụ (V_4).

Làm song song một thí nghiệm trắng để hiệu chỉnh tổng lượng calci và magnesi có trong các thuốc thử. Ghi thể tích EDTA tiêu thụ (V_{04}).

7.11.3 Biểu thị kết quả

Hàm lượng magnesi oxide (MgO), tính bằng phần trăm (%), theo công thức (10):

$$\%MgO = 0,000403 \times \frac{(V_4 - V_{04}) - (V_3 - V_{03})}{m} \times 100 \quad (10)$$

trong đó:

V_{03} : Thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ riêng lượng calci trong mẫu trắng, tính bằng mililit (mL);

V_3 : Thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ riêng lượng calci trong dung dịch mẫu, tính bằng mililit (mL);

V_{04} : Thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ tổng lượng calci và magnesi trong mẫu trắng, tính bằng mililit (mL);

V_4 : Thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ tổng lượng calci và magnesi trong dung dịch mẫu, tính bằng mililit (mL);

m: Lượng mẫu lấy để xác định magnesi oxide, tính bằng gam (g);

0,000403: Khối lượng magnesi oxide tương ứng với 1 mL dung dịch EDTA 0,01 M, tính bằng gam.

Chênh lệch giá trị tuyệt đối cho phép giữa hai thí nghiệm tiến hành song song không vượt quá 0,25 %.

7.12 Xác định hàm lượng kali oxide (K_2O) và natri oxide (Na_2O)

Áp dụng Điều 7.15 TCVN 141.

8 Báo cáo thử nghiệm

Trong báo cáo thử nghiệm bao gồm ít nhất các thông tin sau:

- Kí hiệu mẫu, ngày, tháng, năm lấy mẫu;
- Nơi lấy mẫu hoặc đơn vị cung cấp mẫu;
- Tên đơn vị thử nghiệm;
- Ngày, tháng, năm thử nghiệm;

- e) Tiêu chuẩn thử nghiệm (viện dẫn tiêu chuẩn này);
 - g) Kết quả thử ở Điều 7;
 - h) Bất kỳ sai lệch nào so với phương pháp thử nghiệm đã được quy định;
 - i) Bất kỳ đặc tính bất thường quan sát được trong quá trình thử nghiệm.
-