

**QUYẾT ĐỊNH của Bộ trưởng Bộ
Xây dựng số 03/2004/QĐ-BXD
ngày 10/3/2004 về việc ban hành
Tiêu chuẩn xây dựng Việt Nam
TCXD VN 312:2004 “Đá vôi -
Phương pháp phân tích hóa
học”.**

BỘ TRƯỞNG BỘ XÂY DỰNG

*Căn cứ Nghị định số 36/2003/NĐ-CP
ngày 04/4/2003 của Chính phủ quy
định chức năng, nhiệm vụ, quyền hạn và
cơ cấu tổ chức của Bộ Xây dựng;*

*Căn cứ Biên bản ngày 29/9/2003 của
Hội đồng Khoa học kỹ thuật chuyên
ngành nghiệm thu tiêu chuẩn “Đá vôi -
Phương pháp phân tích hóa học”;*

*Xét đề nghị của Vụ trưởng Vụ Khoa học
Công nghệ và Viện trưởng Viện Vật liệu
xây dựng,*

QUYẾT ĐỊNH:

Điều 1. Ban hành kèm theo Quyết
định này 01 Tiêu chuẩn Xây dựng Việt
Nam TCXD VN 312: 2004 “Đá vôi -
Phương pháp phân tích hóa học.”

Điều 2. Quyết định này có hiệu lực
sau 15 ngày, kể từ ngày đăng Công báo.

Điều 3. Chánh Văn phòng Bộ, Vụ
trưởng Vụ Khoa học Công nghệ, Viện

trưởng Viện Vật liệu xây dựng và Thủ
trưởng các đơn vị có liên quan chịu trách
nhiệm thi hành Quyết định này./.

KT. BỘ TRƯỞNG BỘ XÂY DỰNG
Thứ trưởng

Nguyễn Văn Liên

**TCXDVN 312:2004 - TIÊU CHUẨN
XÂY DỰNG VIỆT NAM**

**ĐÁ VÔI - PHƯƠNG PHÁP
PHÂN TÍCH HÓA HỌC**

**Limestone - Methods of
chemical analysis**

*(ban hành kèm theo Quyết định số
03/2004/QĐ-BXD ngày 10/3/2004
của Bộ trưởng Bộ Xây dựng).*

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp
phân tích hóa học để xác định các thành
phần chủ yếu trong đá vôi.

Tiêu chuẩn này có thể áp dụng đối với
các nguyên liệu có thành phần tương tự
đá vôi (vôi sống, vôi hydrat và đolômít).

2. Tiêu chuẩn viện dẫn

- TCVN 4851-1989 (ISO 3696: 1987):

Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm.

- Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

- TCVN 141:1998: Xi măng - phương pháp phân tích hóa học.

3. Quy định chung:

3.1. Hóa chất dùng trong phân tích có độ tinh khiết không thấp hơn tinh khiết phân tích.

3.2. Nước dùng trong quá trình phân tích theo TCVN 4851-89 (ISO 3696: 1987) hoặc nước có độ tinh khiết tương đương (sau đây gọi là “nước”).

3.3. Hóa chất pha loãng theo tỷ lệ thể tích được đặt trong ngoặc đơn. Ví dụ HCl (1+2) là dung dịch gồm 1 thể tích HCl đậm đặc với 2 thể tích nước.

3.4. Khối lượng riêng (d) của thuốc thử đậm đặc được tính bằng g/cm^3 .

3.5. Các đồ thị chuẩn cho phương pháp so màu, quang phổ,... sau hai tháng phải kiểm tra lại. Nếu có sai lệch thì phải thiết lập lại đồ thị chuẩn theo đúng quy trình đã nêu trong Tiêu chuẩn.

3.6. Mỗi chỉ tiêu phân tích được tiến hành song song trên hai lượng mẫu cân 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.

3.7. Độ lặp lại của phép thử:

Chênh lệch tuyệt đối giữa kết quả của

hai phép thử đơn độc lập nhận được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên những mẫu thử giống hệt nhau, trong cùng một phòng thí nghiệm, do cùng một người thao tác, sử dụng cùng một thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không lớn hơn... trong không quá 5% các trường hợp.

3.8. Kết quả cuối cùng là giá trị trung bình cộng của hai kết quả phân tích tiến hành song song tính bằng phần trăm (%).

3.9. Xác định khối lượng không đổi

Xác định khối lượng không đổi bằng cách: nung mẫu đến nhiệt độ xác định và giữ ở nhiệt độ đó 15 phút, 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 0,0005g.

4. Hóa chất, thuốc thử

4.1. Natri cacbonat (Na_2CO_3) khan.

4.2. Kali cacbonat (K_2CO_3) khan.

4.3. Amoni clorua (NH_4Cl) tinh thể.

4.4. Axít clohydric (HCl) đậm đặc, $d = 1,19$; dung dịch (1+1); dung dịch (5+95); dung dịch (1+9).

4.5. Axít flohydric (HF) đậm đặc, $d = 1,12$ (38% ÷ 40%).

4.6. Axít sunfuric (H_2SO_4) đậm đặc, $d = 1,84$.

4.7. Axít nitric (HNO_3), dung dịch 10%.

4.8. Axít acetic (CH_3COOH) đậm đặc, $d = 1,05 + 1,06$.

4.9. Amoni hydroxit (NH_4OH) đậm đặc, $d = 0,88$ (25%).

4.10. Natri hydroxit (NaOH), dung dịch 10%; dung dịch 30%. Bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

4.11. Kali hydroxit (KOH), dung dịch 25%. Bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

4.12. Kali xianua (KCN), dung dịch 5%. Bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

4.13. Bari clorua (BaCl_2), dung dịch 10%.

4.14. Axít sunfosalisilic, dung dịch 10%.

4.15. Bạc nitrat (AgNO_3), dung dịch 0,5%. Bảo quản trong bình thủy tinh màu.

4.16. Diantipyrin metan, dung dịch 2%.

Khuấy đều 25ml axít sunfuric đậm đặc trong 300ml nước, thêm 20 g thuốc thử diantipyrin metan, khuấy đều cho tan hết thuốc thử, pha loãng thành 1 lít. Bảo quản trong chai thủy tinh màu.

4.17. Chất chỉ thị fluorexon 1%.

Dùng cối chày thủy tinh nghiền mịn 0,1 g chỉ thị màu fluorexon với 10 g kali clorua, bảo quản trong lọ thủy tinh màu.

4.18. Chỉ thị Erio crom T đen (ETOO), dung dịch 0,1%

Hòa tan 0,1 g chỉ thị ETOO trong 100ml rượu etylic 90%, thêm 3 g hydroxylamin hydroclorua, khuấy đều. Bảo quản trong chai thủy tinh tối màu.

4.19. Chỉ thị amoni sắt III sunphát $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2$, dung dịch bão hòa.

4.20. Thioure, dung dịch 5%. Hòa tan thuốc thử trong nước.

4.21. Chỉ thị xylenol da cam, dung dịch 0,1%

Hòa tan 0,1 gam thuốc thử xylenol da cam trong 100 ml nước.

4.22. Chỉ thị phenolphthalein, dung dịch 0,1%

Hòa tan 0,1 gam phenolphthalein trong 100ml rượu etylic 90%.

4.23. Dung dịch đệm pH = 4,2

Hòa 60ml axít axetic vào 300 + 400 ml nước, thêm 100 ml NaOH 10%, thêm nước thành 1 lít, khuấy đều.

4.24. Dung dịch đệm pH = 5,5

Hòa tan 100 ml amoni hydroxit đậm đặc vào 300 đến 400 ml nước, thêm 100 ml axít axetic, thêm nước thành 1 lít, khuấy đều.

4.25. Dung dịch đệm pH = 10,5

Hòa tan 54 g amoni clorua vào 500 ml nước, thêm 350 ml amoni hydroxit đậm đặc, thêm nước thành 1 lít, khuấy đều.

4.26. Dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M

Pha chế từ ống chuẩn (fixanal) EDTA 0,01 M.

4.27. Dung dịch tiêu chuẩn bạc nitrat (AgNO_3) 0,1 N

Pha từ ống chuẩn (fixanal) AgNO_3 0,1 N. Bảo quản trong chai thủy tinh tối màu.

4.28. Dung dịch tiêu chuẩn amoni sunfoxianua (NH_4SCN) 0,1 N

Pha chế từ ống chuẩn (fixanal) amoni sunfoxianua 0,1 N.

4.29. Dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat 0,01 M

Hòa tan 2,2 ÷ 2,3 gam $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ vào 200 ml nước, thêm 2ml axit axetic đậm đặc, đun đến tan trong, pha loãng thành 1 lít.

* Xác định tỷ số nồng độ K giữa dung dịch EDTA 0,01 M và dung dịch kẽm axetat 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 đến 3 giọt chỉ thị xylenol da cam 0,1%. Đun tới nhiệt độ 70 đến 80°C, chuẩn độ dung dịch khi còn nóng bằng dung dịch $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ pha được đến khi dung dịch trong cốc chuyển từ màu vàng sang hồng, ghi thể tích dung dịch $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ tiêu thụ (V_{zn}).

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

$$K = \frac{V_E}{V_{\text{Zn}}}$$

Trong đó:

V_E : Là thể tích dung dịch EDTA lấy để chuẩn độ, tính bằng mililit.

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

4.30. Dung dịch thuốc thử aluminon 0,2%

Hòa 0,2 gam thuốc thử aluminon với dung dịch đệm pH = 4,2 (mục 4.27), để cách đêm là có thể dùng được (dung dịch bảo quản trong bình màu nâu).

Dung dịch này sử dụng tối đa trong một tuần.

4.31. Dung dịch axit thyoglycolic 1%, dung dịch chuẩn bị hàng ngày (dung dịch bảo quản trong bình màu nâu).

4.32. Dung dịch tiêu chuẩn gốc sắt oxit ($\text{Fe}_2\text{O}_3 = 0,25 \text{ mg/ml}$)

Cân khoảng 0,25 g sắt oxit Fe_2O_3 (tinh khiết phân tích) trên cân có độ chia đến 0,0001 g đã sấy khô ở nhiệt độ 110°C vào cốc thủy tinh dung tích 100 ml, thêm 50 ml dung dịch axit clohydric (1+1) và đun sôi nhẹ đến tan trong. Để nguội, chuyển vào bình định mức 1000 ml, thêm nước tới vạch mức, lắc đều.

* Dung dịch tiêu chuẩn làm việc ($\text{Fe}_2\text{O}_3 = 0,05 \text{ mg/ml}$)

Lấy 50 ml dung dịch tiêu chuẩn gốc vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm nước tới vạch mức, lắc đều.

4.33. Dung dịch tiêu chuẩn gốc titan dioxit ($\text{TiO}_2 = 0,1 \text{ mg/ml}$)

Cân khoảng 0,3005 g kali hexafluoro-titan K_2TiF_6 (tinh khiết phân tích) trên cân có độ chia đến 0,0001 g đã sấy khô ở nhiệt độ 110°C vào chén bạch kim, thêm $10 \div 15 \text{ ml}$ dung dịch axit sunfuric (1+1), làm bay hơi trên bếp điện đến khô, thêm tiếp 5ml dung dịch axit nữa, làm bay hơi đến khô kiệt và ngừng bốc khói trắng. Chuyển vào cốc thủy tinh bằng dung dịch axit H_2SO_4 5%, thêm 5 ml dung dịch axit sunfuric (1+1) và đun tới sôi. Lấy ra để nguội, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1000 ml, dùng dung dịch axit sunfuric 5% định mức, lắc đều.

*Dung dịch tiêu chuẩn làm việc ($\text{TiO}_2 = 0,04 \text{ mg/ml}$)

Lấy 100 ml dung dịch tiêu chuẩn gốc vào bình định mức dung tích 250 ml, dùng dung dịch axit sunfuric 5% định mức, lắc đều.

4.34. Dung dịch tiêu chuẩn gốc nhôm oxit ($\text{Al}_2\text{O}_3 = 1 \text{ mg/ml}$)

Cân khoảng 1 gam nhôm oxit Al_2O_3 (tinh khiết phân tích) trên cân có độ chia đến 0,0001 g đã được sấy khô ở nhiệt độ 110°C vào cốc dung tích 250 ml, thêm 50 ml axit clohydric, đậy mặt kính đồng hồ và đun dung dịch đến tan trong. Để nguội,

chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml, thêm nước đến vạch, lắc đều.

* Dung dịch tiêu chuẩn làm việc ($\text{Al}_2\text{O}_3 = 0,1 \text{ mg/ml}$)

Lấy 50 ml dung dịch tiêu chuẩn gốc vào bình định mức dung tích 500 ml, dùng dung dịch axit clohydric (5+95) định mức, lắc đều.

5. Thiết bị, dụng cụ.

5.1. Cân phân tích có độ chính xác 0,0010 g

5.2. Tủ sấy đến 300°C , có bộ phận điều khiển và khống chế nhiệt độ.

5.3. Lò nung có nhiệt độ đạt $1000^\circ\text{C} \pm 50^\circ\text{C}$, có bộ phận điều khiển và khống chế nhiệt độ.

5.4. Máy so màu quang điện hoặc máy phổ quang kế UV-VIS có bước sóng từ 380 nm đến 850 nm.

5.5. Máy quang phổ ngọn lửa (FP) hoặc máy quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS) có trang bị thích hợp để đo kali và natri.

5.6. Bếp cách thủy hoặc cách cát khống chế được nhiệt độ.

5.7. Chén bạch kim dung tích 30 ml.

5.8. Sàng tiêu chuẩn 0,5 mm, 0,25 mm, 0,125 mm, 0,063 mm.

5.9. Chày, cối nghiền mẫu bằng mã não.

5.10. Bình hút ẩm $\phi 140 \text{ mm}$ hoặc $\phi 200 \text{ mm}$.

5.11. Bình định mức dung tích 100 ml, 250 ml, 500 ml và 1000 ml. Pipet dung tích 2 ml, 5 ml, 10 ml, 20 ml, 25 ml, 50 ml, 100 ml. Buret dung tích 25 ml. Cốc thủy tinh dung tích 100 ml và 250 ml.

5.12. Bát cô mẫu.

5.13. Giấy lọc định lượng không tro các loại:

- Loại chảy nhanh, đường kính lỗ trung bình khoảng 20 μm .

- Loại chảy trung bình, đường kính lỗ trung bình khoảng 7 μm .

- Loại chảy chậm, đường kính lỗ trung bình khoảng 2 μm .

6. Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử

6.1. Lấy mẫu:

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

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

6.2. Chuẩn bị mẫu thử:

Gia công mẫu đến kích thước lọt qua sàng 0,5 mm, dùng nam châm hút sắt kim loại lẫn vào mẫu. Trộn đều mẫu thử, dùng phương pháp chia tư lấy khoảng 120 g mẫu, nghiền nhỏ đến lọt qua sàng 0,25 mm, tiếp tục chia tư lấy khoảng 50 g

mẫu đem nghiền mịn đến lọt qua sàng 0,125 mm. Tiếp tục rút gọn bằng phương pháp chia tư lấy khoảng 20 g sau đó nghiền mịn trên cối mã não hoặc máy nghiền mẫu trong phòng thí nghiệm đến cỡ hạt lọt qua sàng 0,063 mm. Sấy khô mẫu ở nhiệt độ $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi. Lượng mẫu này là mẫu thử để phân tích hóa học. Lượng mẫu còn lại bảo quản trong lọ (túi) kín làm mẫu lưu.

7. Phương pháp thử

Quá trình phân tích hóa học được tiến hành theo sơ đồ hình 1 và hình 2.

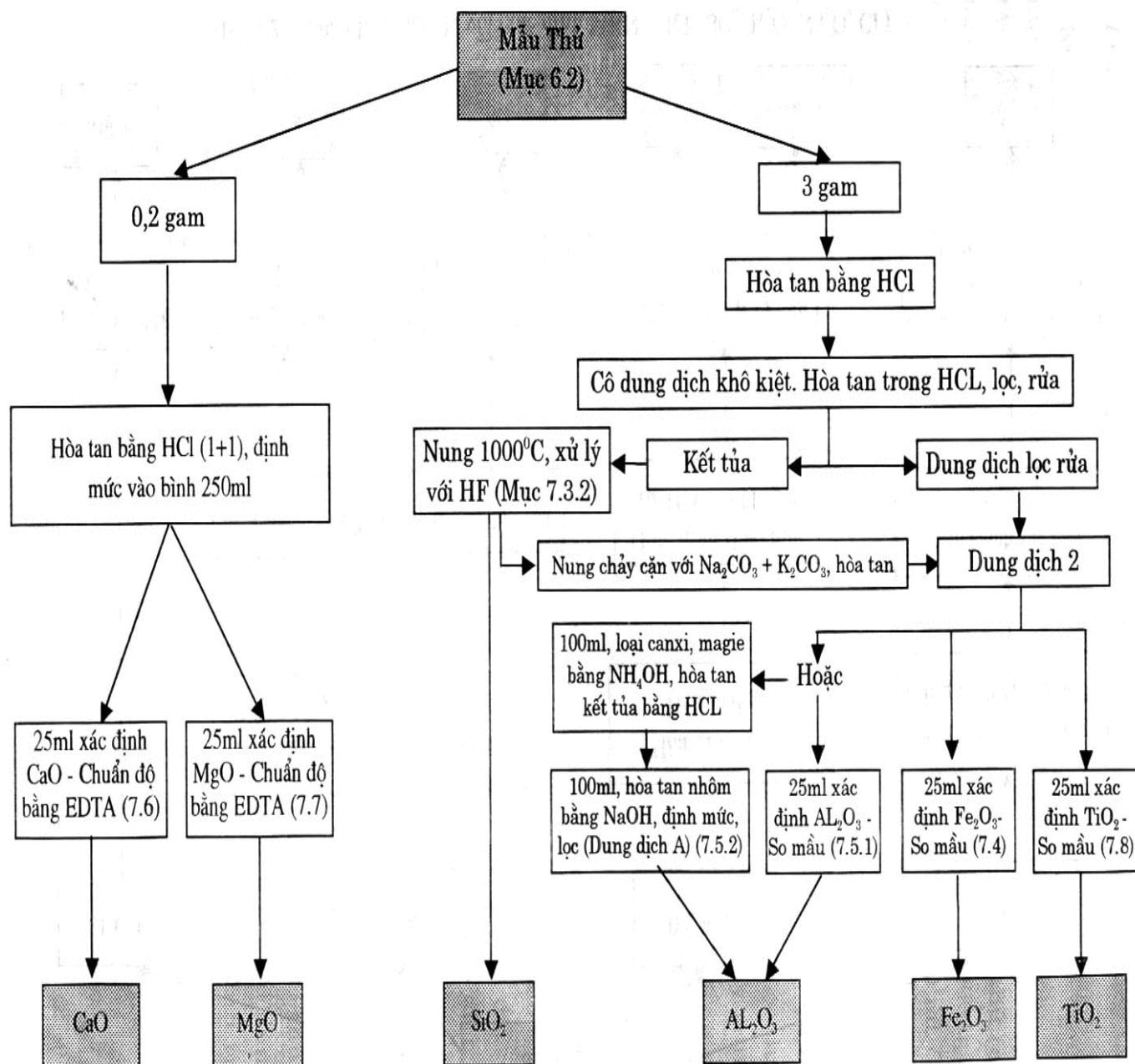
7.1. Xác định hàm lượng mất khi nung (MKN)

7.1.1. Nguyên tắc:

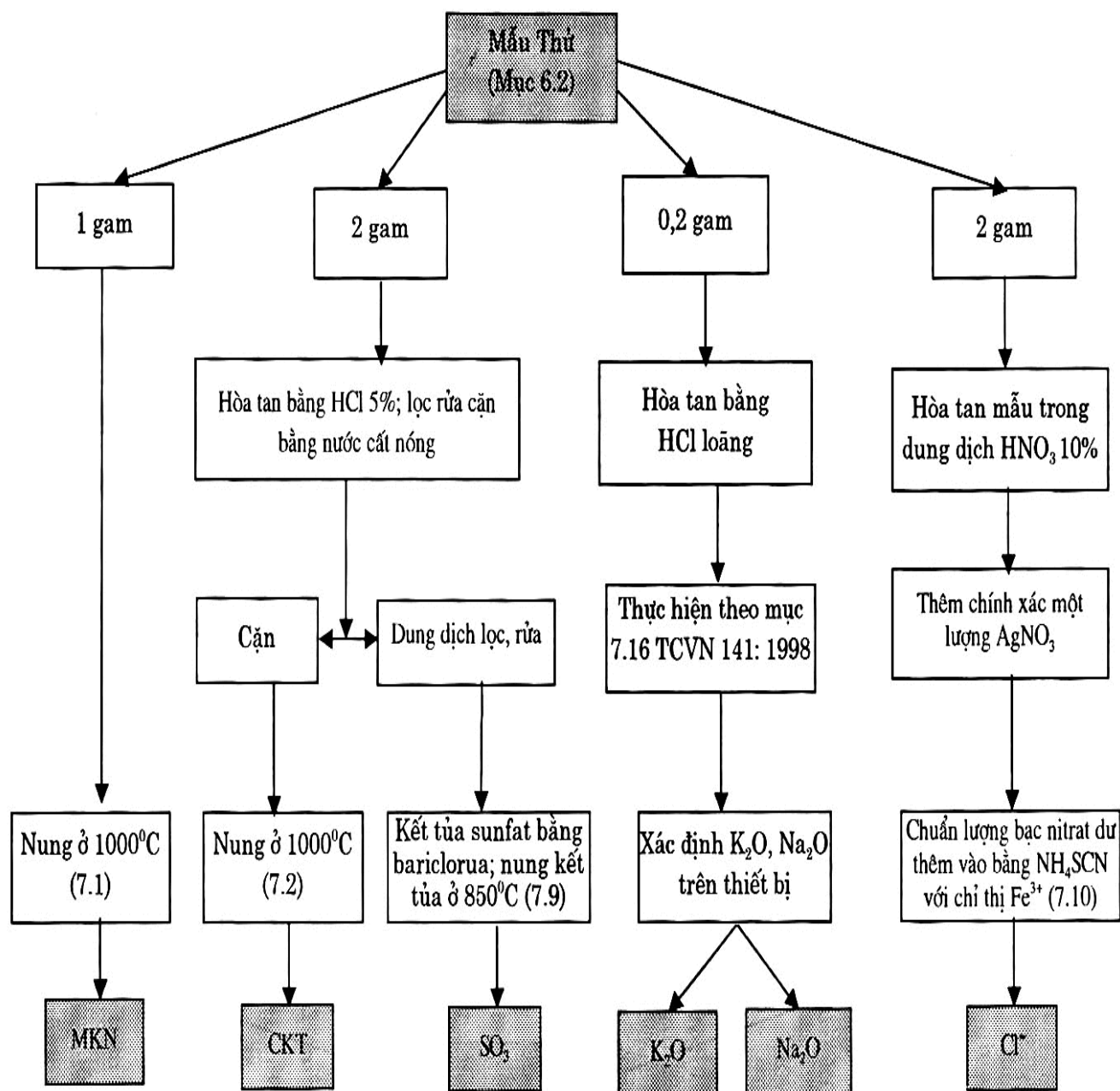
Mẫu thử được nung ở nhiệt độ $1000^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi. Từ sự giảm khối lượng mẫu thử tính ra lượng mất khi nung.

7.1.2. Cách tiến hành

Cân khoảng 1 g mẫu thử (mục 6.2) trên cân có độ chia đến 0,0001 g, cho vào chén sứ đã được nung ở nhiệt độ $1000^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân, nung lại ở nhiệt độ trên và cân đến khối lượng không đổi. Nung chén có mẫu ở nhiệt độ trên khoảng 1 - 1,5 giờ. Lấy chén ra, để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng rồi cân. Nung lại và cân, đến khi thu được khối lượng không đổi.



Hình 1: Sơ đồ phân tích đá vôi (xác định SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , CaO , MgO , TiO_2)



Hình 2: Sơ đồ phân tích đá vôi (xác định MKN, CKT, SO₃, K₂O, Na₂O, Cl⁻)

Lưu ý:

Khi nung chén có mẫu, phải bắt đầu nung khi nhiệt độ lò còn thấp. Sau đó tăng nhiệt dần từ thấp đến cao. Vì nếu ngay từ đầu nung mẫu ở nhiệt độ cao, khí CO_2 thoát ra rất mạnh, nếu không chú ý đến việc tăng dần nhiệt độ dễ gây ra tổn thất mẫu phân tích.

Mẫu sau khi nung chủ yếu là canxi oxit (CaO) rất dễ hút hơi ẩm của không khí. Nên khi cân phải chú ý cân nhanh để có được kết quả chính xác.

7.1.3. Tính kết quả:

Lượng mất khi nung (MKN) tính bằng phần trăm theo công thức

$$\% \text{ MKN} = \frac{g_1 - g_2}{m} \times 100$$

Trong đó:

g_1 : Là khối lượng chén và mẫu trước khi nung, tính bằng gam

g_2 : Là khối lượng chén và mẫu sau khi nung, tính bằng gam

m : Là lượng cân mẫu thử, tính bằng gam

Độ lặp lại của phép thử là 0,40%.

7.2. Xác định hàm lượng cặn không tan trong axit (CKT)

7.2.1. Nguyên tắc:

Hòa tan mẫu thử vào axit HCl loãng, lọc lấy phần cặn không tan, nung, cân

xác định hàm lượng cặn không tan trong axit.

7.2.2. Cách tiến hành:

Cân khoảng 2 gam mẫu thử (mục 6.2) trên cân có độ chia đến 0,0001g cho vào cốc thủy tinh dung tích 100 ml. Tẩm ướt mẫu bằng nước. Cho từ từ vào cốc 50 ml dung dịch axit HCl (1+9), chờ sau khi ngừng sủi bọt đem đun nhẹ cốc trên bếp điện (sôi nhẹ 15 phút). Lấy ra để nguội đến khoảng $50^\circ\text{C} + 60^\circ\text{C}$. Lọc dung dịch qua giấy lọc không tro chảy trung bình. Chuyển cặn lên phễu, dùng giấy lọc không tro lau sạch thành cốc, rửa cặn bằng dung dịch HCl (5+95) từ 2 đến 3 lần sau đó rửa lại bằng nước nóng đến hết ion Cl^- (thử bằng AgNO_3 0,5%).

Chuyển giấy lọc và cặn vào chén sứ đã biết khối lượng, sấy khô và đốt từ từ cho cháy hết giấy lọc trên bếp điện. Nung ở nhiệt độ $1000^\circ\text{C} \pm 50^\circ\text{C}$ trong 1 giờ 30 phút, lấy ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân. Nung lại và cân, đến khối lượng không đổi.

Dung dịch lọc, rửa được thu vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml dùng để xác định hàm lượng lưu huỳnh trioxit có trong mẫu thử (Dung dịch 1).

7.2.3. Tính kết quả:

$$\% \text{ CKT} = \frac{g_1 - g_2}{m} \times 100$$

Trong đó:

g_1 : Là khối lượng chén không tan và chén, tính bằng gam.

g_2 : Là khối lượng chén không, tính bằng gam.

m : Là lượng cân mẫu thử, tính bằng gam.

Độ lặp lại của phép thử là 0,15%.

7.3. Xác định hàm lượng silic dioxit (SiO_2):

7.3.1. Nguyên tắc:

Phân giải mẫu bằng axit clohydric (HCl), cô cạn để tách nước của axit silicic. Nung kết tủa ở nhiệt độ $1000^\circ\text{C} \pm 50^\circ\text{C}$, xử lý kết tủa bằng dung dịch axit flohydric để tách silic ở dạng silic tetraflorua. Qua đó xác định được lượng silic đioxit tổng số có trong mẫu thử.

7.3.2. Cách tiến hành:

Cân khoảng 3 gam mẫu thử (mục 6.2) trên cân có độ chia đến 0,0001 g, đã được nghiền mịn, sấy khô cho vào bát sứ. Tẩm ướt mẫu bằng nước, đập bát bằng mặt kính. Nhỏ axit HCl (1+1) đến ngừng sủi bọt, cho thêm vào bát sứ 15 ml HCl đặc. Tráng thành bát, mặt kính bằng nước. Đặt bát lên bếp cô (bếp cách cát hoặc bếp cách thủy) ở nhiệt độ từ 100°C đến 110°C , cô đến khô kiệt. Dùng thìa thủy tinh dầm nhỏ những cục muối tạo thành. Thêm tiếp vào bát cô mẫu 10 ml axit HCl đặc, cô mẫu lần 2 ở nhiệt độ trên để kết tủa

triệt để silic dioxit. Sau khi khô kiệt, tiếp tục cô mẫu ở nhiệt độ trên từ 1 đến 2 giờ.

Để nguội mẫu thử, thêm vào bát 10 ml axit HCl đặc, để yên 10 phút, thêm tiếp vào bát 80 ml đến 100 ml nước sôi, khuấy đều, đun nhẹ để hòa tan các muối. Tráng mặt kính và thành bát bằng nước đun sôi. Lấy bát ra để nguội 50°C đến 60°C .

Lọc dung dịch trong bát sứ khi còn nóng qua giấy lọc không tro chảy trung bình, dùng dung dịch axit HCl loãng (5+95) đã đun nóng rửa kết tủa và thành bát, dùng giấy lọc không tro để lau sạch thìa thủy tinh và thành bát. Tiếp tục rửa bằng nước đun sôi đến hết ion Cl^- (thử bằng dung dịch AgNO_3 0,5%).

Nước lọc và nước rửa được thu vào bình định mức 250 ml.

Chuyển giấy lọc và kết tủa vào chén bạch kim, sấy và đốt giấy lọc trên bếp điện. Nung chén ở nhiệt độ $1000^\circ\text{C} \pm 50^\circ\text{C}$ trong 1 giờ 30 phút, lấy chén ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng rồi cân. Nung lại ở nhiệt độ trên đến khối lượng không đổi (g_1).

Tẩm ướt kết tủa trong chén bằng vài giọt nước cất, thêm vào chén 2 - 3 giọt dung dịch axit H_2SO_4 (1+1) và 5 ml dung dịch axit HF 40%, làm bay hơi chất chứa trong chén trên bếp điện đến khô và ngừng bốc khói trắng.

Cho chén vào lò nung ở nhiệt độ $1000^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ trong 30 phút, lấy ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng rồi cân. Lặp lại quá trình nung 15 phút, làm nguội rồi cân đến khi đạt được khối lượng không đổi (g_2).

Nung cạn còn lại trong chén bạch kim với 2 - 3 gam hỗn hợp chảy $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{K}_2\text{CO}_3$ (1:1) ở nhiệt độ $1000^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ trong 20 phút. Lấy ra để nguội, chuyển khối nung chảy vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml, tráng rửa sạch chén bạch kim. Thêm từ từ axit HCl (1+1) vào cốc đến khi ngừng sủi bọt, đun dung dịch trong cốc đến tan trong. Để nguội rồi gộp dung dịch này với dung dịch trong bình định mức 250 ml, định mức bằng nước, lắc đều (dung dịch 2).

Dung dịch này để xác định các thành phần Fe_2O_3 , Al_2O_3 , TiO_2 có trong mẫu thử.

7.3.3. Tính kết quả:

Hàm lượng silic đioxit (SiO_2) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{g_1 - g_2}{m} \times 100$$

Trong đó:

g_1 : Là khối lượng chén bạch kim và kết tủa trước khi xử lý bằng axit HF , tính bằng gam.

g_2 : Là khối lượng chén bạch kim và kết tủa sau khi xử lý bằng axit HF , tính bằng gam.

m : Là lượng cân mẫu thử, tính bằng gam.

Độ lặp lại của phép thử là 0,15%.

7.4. Xác định hàm lượng sắt oxit (Fe_2O_3) theo phương pháp so màu.

7.4.1. Nguyên tắc:

Trong môi trường kiềm amoniac, ion sắt (III) tạo với thuốc thử axit sunfosalisilic một phức chất màu vàng, cường độ màu tỷ lệ với nồng độ sắt có trong dung dịch. So màu dung dịch ở bước sóng khoảng 420 nm + 430 nm.

7.4.2. Cách tiến hành:

Lấy 25 ml dung dịch 2 (mục 7.3.2) cho vào bình định mức 100 ml, thêm nước đến khoảng 50 ml, thêm tiếp 10 ml dung dịch axit sunfosalisilic 10%, sau đó vừa lắc đều bình vừa nhỏ từng giọt amoni hydroxit đậm đặc đến khi dung dịch xuất hiện màu vàng. Cho dư 2 + 3 ml amoni hydroxit nữa, định mức bằng nước, lắc đều.

Sau 15 phút, so màu dung dịch ở bước sóng 420 nm + 430 nm, dung dịch so sánh là dung dịch mẫu trắng. Dựa vào đồ thị chuẩn tìm ra lượng sắt oxit có trong 25 ml dung dịch 2.

* Xây dựng đồ thị chuẩn:

Lấy 6 bình định mức dung tích 100 ml, lần lượt thêm vào mỗi bình một thể tích dung dịch tiêu chuẩn làm việc sắt oxit

($\text{Fe}_2\text{O}_3 = 0,05 \text{ mg/ml}$) (mục 4.32) theo thứ tự 0 ml; 1 ml; 2 ml; 4 ml; 8 ml; 10 ml. Thêm nước cất đến khoảng 50 ml, thêm tiếp 10 ml dung dịch axit sunfosalisilic 10%. vừa lắc đều bình vừa nhỏ từng giọt amoni hydroxit đậm đặc đến khi dung dịch xuất hiện màu vàng. Cho dư 2 + 3ml amoni hydroxit nữa, định mức bằng nước cất, lắc đều.

Sau 15 phút, so màu dung dịch ở bước sóng 420 nm + 430 nm, dung dịch so sánh là dung dịch màu trắng. Từ hàm lượng sắt oxit có trong mỗi bình và vị trí số mật độ quang tương ứng xây dựng đồ thị chuẩn.

7.4.3. Tính kết quả:

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{m_1}{m} \times 100$$

Trong đó:

m_1 : là lượng sắt oxit tìm được từ đồ thị chuẩn, tính bằng gam.

m : là lượng mẫu lấy để xác định sắt oxit, tính bằng gam.

7.5. Xác định hàm lượng nhôm oxit (Al_2O_3)

7.5.1. Xác định hàm lượng nhôm oxit (Al_2O_3) bằng phương pháp so màu

(Đối với những mẫu có hàm lượng nhôm oxit nhỏ hơn 0,10%).

7.5.1.1. Nguyên tắc:

Trong dung dịch có pH = 4,2; có mặt

axit thyoglycolic, nhôm tạo với thuốc thử aluminon một phức chất màu đỏ, cường độ màu tỷ lệ với nồng độ nhôm có trong dung dịch. So màu dung dịch ở bước sóng khoảng 530 nm + 535 nm.

7.5.1.2. Cách tiến hành:

Lấy 25 ml dung dịch 2 (mục 7.3.2) cho vào bình định mức dung tích 100 ml. Dùng dung dịch NH_4OH điều chỉnh dung dịch đến trung tính. Thêm vào bình 2 ml dung dịch axit thyoglycolic 1% và 20 ml dung dịch đệm pH = 4,2; thêm nước đến khoảng 80 ml. Sau đó cho vào bình 1 ml thuốc thử aluminon 0,2%, thêm nước tới vạch mức, lắc đều.

Sau 2 giờ so màu dung dịch ở bước sóng 530 nm + 535 nm, dung dịch so sánh là dung dịch màu trắng. Dựa vào đồ thị chuẩn tìm ra lượng nhôm oxit có trong 25 ml dung dịch 2.

* Xây dựng đồ thị chuẩn:

Lấy 6 bình định mức dung tích 100 ml, lần lượt thêm mỗi bình một thể tích dung dịch tiêu chuẩn làm việc nhôm oxit ($\text{Al}_2\text{O}_3 = 0,1 \text{ mg/ml}$) (mục 4.34) theo thứ tự: 0 ml; 1 ml; 3 ml; 5 ml; 7 ml; 9 ml. Thêm lần lượt vào các bình 2 ml dung dịch axit thyoglycolic 1% và 20 ml dung dịch đệm pH = 4,2; thêm nước cất đến 80 ml, cho vào mỗi bình 1 ml thuốc thử aluminon 0,2%. Định mức các bình bằng nước cất, lắc đều. Sau 2 giờ so màu dung dịch ở bước sóng 530 nm + 535 nm, dung dịch

so sánh là dung dịch mẫu trắng. Từ hàm lượng nhôm oxit có trong mỗi bình và trị số mật độ quang tương ứng xây dựng đồ thị chuẩn.

7.5.1.3. Tính kết quả:

Hàm lượng nhôm oxit (Al_2O_3) được tính bằng phần trăm theo công thức:

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{m_1}{m} \times 100$$

Trong đó:

m_1 : Là lượng nhôm oxit tìm được từ đồ thị chuẩn, tính bằng gam.

m : Là lượng mẫu lấy để xác định nhôm oxit, tính bằng gam.

7.5.2. Xác định hàm lượng nhôm oxit (Al_2O_3) bằng phương pháp chuẩn độ phức chất

(Đối với những mẫu có hàm lượng nhôm oxit từ 0,10% trở lên)

7.5.2.1. Nguyên tắc:

Loại canxi và magie có trong dung dịch bằng cách dùng dung dịch amoni hydroxit (NH_4OH) 25% kết tủa nhôm, sau đó hòa tan lại kết tủa bằng axit HCl (1+1). Tách nhôm khỏi các nguyên tố ảnh hưởng như sắt, titan... bằng kiềm mạnh. Tạo phức giữa nhôm với EDTA dư ở pH = 5,5. Chuẩn độ lượng dư EDTA bằng dung dịch kẽm axetat theo chỉ thị xylenon da cam. Dùng natri florua để giải phóng EDTA khỏi phức complexonat

nhôm, dùng dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat 0,01 M chuẩn độ lượng EDTA được giải phóng, từ đó tính ra hàm lượng nhôm.

7.5.2.2. Cách tiến hành:

Lấy 100 ml dung dịch 2 (mục 7.3.2) cho vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml, thêm vào cốc 1 ÷ 2 gam NH_4Cl , khuấy đều, đun nóng dung dịch, nhỏ vào cốc 1 ÷ 2 giọt chỉ thị metyl đỏ. Nhỏ từ từ dung dịch NH_4OH 25% vào cốc và khuấy đều đến khi dung dịch trong cốc chuyển sang vàng sau đó cho dư tiếp 1 giọt NH_4OH . Đun sôi nhẹ dung dịch trong cốc, lọc dung dịch khi còn nóng qua giấy lọc chảy nhanh, rửa kết tủa và cốc thủy tinh 2 ÷ 3 lần bằng nước cất nóng.

Dùng axit HCl (1+1) hòa tan kết tủa trên giấy lọc trở lại cốc, dùng dung dịch axit HCl (5+95) đã đun nóng để rửa sạch thành phễu, tiếp tục rửa bằng nước cất nóng đến hết ion Cl^- (thử bằng dung dịch AgNO_3 0,5%). Thêm vào cốc thủy tinh 20 ml dung dịch NaOH 30%, khuấy đều, đun sôi dung dịch 1 ÷ 2 phút, lấy ra để nguội rồi chuyển dung dịch trong cốc vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm nước cất 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 lọc dùng để xác định nhôm (dung dịch A).

Lấy 100 ml dung dịch A vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml, thêm vào cốc 20 ml

dung dịch EDTA 0,01 M, thêm tiếp vào cốc 1 + 2 giọt chỉ thị phenonphtalein 0,1%, dùng dung dịch axit HCl (1+1) và dung dịch NaOH 10% điều chỉnh dung dịch tới trung tính (mất màu hồng), thêm vào cốc 15 ml dung dịch đệm pH = 5,5.

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

Thêm vào cốc 10 ml dung dịch NaF 3% và đun sôi 3 phút, dung dịch lúc này có màu vàng, để nguội dung dịch đến 70 + 80°C dùng dung dịch kẽm axetat 0,01 M chuẩn lượng EDTA vừa được giải phóng ra khỏi phức với nhôm đến khi màu của dung dịch chuyển từ vàng sang hồng, ghi thể tích kẽm axetat 0,01 M tiêu thụ.

7.5.2.3. Tính kết quả:

Hàm lượng nhôm oxit (Al_2O_3) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{0,0005098 \times V_{\text{Zn}} \times K}{m} \times 100$$

Trong đó:

0,0005098: Là số gam nhôm oxit tương ứng với 1ml dung dịch kẽm axetat 0,01 M

V_{Zn} : Là thể tích dung dịch kẽm axetat

0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ lượng EDTA được giải phóng ra khỏi phức, tính bằng mililit.

K: Là hệ số nồng độ giữa dung dịch kẽm axetat 0,01 M và dung dịch EDTA tiêu chuẩn 0,01 M (mục 4.29)

m: Là lượng mẫu lấy xác định hàm lượng nhôm oxit, tính bằng gam.

7.6. Xác định hàm lượng canxi oxit (CaO)

7.6.1. Nguyên tắc:

Phân hủy mẫu bằng axit clohydric (HCl). Chuẩn độ lượng canxi bằng dung dịch EDTA tiêu chuẩn ở pH > 12 với chỉ thị fluorexon, ở điểm tương đương dung dịch mất màu xanh huỳnh quang chuyển sang màu hồng.

7.6.2. Cách tiến hành:

Cân khoảng 0,2 g mẫu thử (mục 6.2) trên cân có độ chia đến 0,0001 g cho vào cốc thủy tinh dung tích 100 ml. Tẩm ướt mẫu bằng nước. Thêm từ từ vào cốc 10 ml HCl (1+1), đun đến tan trong. Lấy ra, để nguội, sau đó chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 250 ml. Thêm nước cất tới vạch mức, lắc đều (dung dịch 3).

Lấy 25 ml dung dịch 3 cho vào cốc dung tích 250 ml, thêm nước cất đến khoảng 100 ml. Thêm tiếp vào cốc 20 ml KOH 25%, 2 ml KCN 5% và một ít chỉ thị fluorexon.

Đặt cốc lên một nền đen, dùng dung dịch EDTA 0,01 M chuẩn độ dung dịch trong cốc đến khi dung dịch chuyển từ màu xanh huỳnh quang sang màu hồng. Ghi thể tích dung dịch EDTA 0,01 M tiêu thụ.

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

7.6.3. Tính kết quả:

Hàm lượng canxi oxit tính bằng phần trăm theo công thức:

$$\% \text{CaO} = \frac{0,00056 (V_1 - V_0)}{m} \times 100$$

Trong đó:

V_1 : Là thể tích EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit.

V_0 : Là thể tích EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit.

m : Lượng mẫu lấy để xác định canxi oxit, tính bằng gam.

0,00056: Là khối lượng canxi oxit tương ứng với 1 ml dung dịch EDTA 0,01 M, tính bằng gam.

Độ lặp lại của phép thử là 0,30%.

7.7. Xác định hàm lượng magiê oxit (MgO)

7.7.1. Nguyên tắc:

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

Xác định hàm lượng magiê oxit theo hiệu số thể tích EDTA tiêu thụ khi chuẩn độ tổng lượng canxi và magiê ở pH = 10,5 và khi chuẩn độ riêng canxi ở pH >12.

7.7.2. Cách tiến hành:

Lấy 25 ml dung dịch 3 (mục 7.6.2) cho vào cốc dung tích 250 ml, thêm nước đến khoảng 100 ml. Thêm tiếp vào cốc 20 ml dung dịch đệm pH = 10,5; 2 ml KCN 5% và 2 ÷ 3 giọt chỉ thị eriocrom T đến 0,1%. Chuẩn độ tổng lượng canxi và magiê bằng dung dịch EDTA 0,01 M đến khi dung dịch chuyển từ màu đỏ tím sang màu xanh nước biển. Ghi thể tích EDTA tiêu thụ.

Làm song song một thí nghiệm trắng để hiệu chỉnh tổng lượng canxi và magiê có trong các thuốc thử. Ghi thể tích EDTA tiêu thụ.

7.7.3. Tính kết quả:

Hàm lượng magiê oxit tính bằng phần trăm theo công thức:

$$\% \text{MgO} = \frac{0,000403 [(V_2 - V_{02}) - (V_1 - V_{01})]}{m} \times 100$$

Trong đó:

V_2 : Là thể tích dung dịch tiêu chuẩn

EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ tổng lượng can xi và magiê trong dung dịch mẫu, tính bằng mililit.

V_{02} : Là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ tổng lượng canxi và magiê trong mẫu trắng, tính bằng mililit.

V_1 : Là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ riêng lượng canxi trong dung dịch mẫu, tính bằng mililit.

V_{01} : Là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ riêng lượng canxi trong mẫu trắng, tính bằng mililit.

m : Là lượng mẫu lấy để xác định magiê oxit, tính bằng gam.

0,000403: Là khối lượng magiê oxit tương ứng với 1 ml dung dịch EDTA 0,01 M, tính bằng gam.

Độ lặp lại của phép thử là 0,35%, (áp dụng đối với loại nguyên liệu đolômit).

7.8. Xác định hàm lượng titan đioxit (TiO_2) bằng phương pháp so màu.

7.8.1. Nguyên tắc:

Diantipyrin metan tạo với ion titan (IV) trong môi trường axit mạnh một phức chất màu vàng, cường độ màu tỷ lệ với nồng độ titan trong dung dịch. So màu dung dịch ở bước sóng khoảng 400 nm ÷ 420 nm.

7.8.2. Cách tiến hành:

Lấy 25 ml dung dịch 2 (mục 7.3.2) cho vào bình định mức dung tích 100 ml. Thêm vào bình 15 ml dung dịch axit HCl (1+1), 5 ml dung dịch thioure 5%, lắc đều, để yên dung dịch cho đến khi dung dịch hết màu vàng của sắt (dung dịch chuyển sang không màu). Thêm tiếp vào bình 15 ml dung dịch diantipyrin metan 2%, thêm nước cất tới vạch, lắc đều.

Sau 1 giờ so màu dung dịch ở bước sóng 400 nm ÷ 420 nm, dung dịch so sánh là dung dịch mẫu trắng, từ trị số mật độ quang đo được, dựa vào đồ thị chuẩn tìm được lượng titan đioxit có trong 25 ml dung dịch 2.

* Xây dựng đồ thị chuẩn:

Lấy 6 bình định mức dung tích 100 ml, lần lượt cho vào mỗi bình một thể tích dung dịch tiêu chuẩn titan làm việc ($\text{TiO}_2 = 0,04 \text{ mg/ml}$) (mục 4.33) theo thứ tự sau: 0 ml; 2 ml; 4 ml; 6 ml; 8 ml; 12 ml. Thêm tiếp 15 ml dung dịch HCl (1+1), 5 ml dung dịch thioure 5%... tiếp tục thực hiện các thao tác như trên.

Sau 1 giờ, so màu dung dịch ở bước sóng 400 nm ÷ 420 nm. Từ lượng titan đioxit có trong mỗi bình và giá trị mật độ quang tương ứng xây dựng đồ thị chuẩn.

7.8.3. Tính kết quả:

$$\% \text{TiO}_2 = \frac{m_1}{m} \times 100$$

Trong đó:

m_1 : Là lượng titan đioxit tìm được từ đồ thị chuẩn, tính bằng gam.

m : Là lượng mẫu lấy để xác định titan oxit, tính bằng gam.

7.9. Xác định hàm lượng lưu huỳnh trioxit (SO_3)

7.9.1. Nguyên tắc:

Xác định hàm lượng SO_3 từ dung dịch 1 (mục 7.2). Sau đó kết tủa sunfat dưới dạng bari sunfat trong môi trường axit. Nung kết tủa ở nhiệt độ 850°C từ đó tính được ra hàm lượng SO_3 có trong mẫu thử.

7.9.2. Cách tiến hành:

Lấy dung dịch 1 (mục 7.2) xác định hàm lượng cặn không tan trong axit cho vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml. Đun sôi nhẹ dung dịch này đồng thời đun nóng dung dịch bari clorua 10%.

Cho từ từ 10 ml dung dịch bari clorua 10% vào cốc, khuấy đều, tiếp tục đun nhẹ trong vòng 5 phút. Để yên kết tủa nơi ấm ($40^\circ\text{C} \div 50^\circ\text{C}$) từ 4 giờ đến 8 giờ để kết tủa lắng xuống.

Lọc kết tủa qua giấy lọc không cho chảy chậm, rửa kết tủa và giấy lọc 5 lần bằng dung dịch axit HCl (5+95) đã đun nóng. Tiếp tục rửa với nước cất đun sôi cho đến hết ion Cl^- (thử bằng dung dịch AgNO_3 0,5%).

Chuyển giấy lọc và kết tủa vào chén sứ đã nung, cân đến khối lượng không đổi.

Sấy và đốt cháy giấy lọc trên bếp điện. Nung ở nhiệt độ từ 800°C đến 850°C trong 60 phút.

Lấy chén ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng, cân, nung, lại ở nhiệt độ trên đến khối lượng không đổi.

7.9.3. Tính kết quả:

Hàm lượng anhydric sunfuric (SO_3) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$\% \text{SO}_3 = \frac{0,343 \times (g_1 - g_2)}{m} \times 100$$

Trong đó:

g_1 : Là khối lượng chén có kết tủa, tính bằng gam.

g_2 : Là khối lượng chén không, tính bằng gam.

m : Là khối lượng mẫu lấy để xác định SO_3 , tính bằng gam.

0,343: Là hệ số chuyển từ BaSO_4 sang SO_3 .

7.10. Xác định hàm lượng clorua (Cl^-)

7.10.1. Nguyên tắc:

Kết tủa clorua bằng bạc nitrat, chuẩn độ lượng bạc nitrat dư bằng amoni sunfoxyanua.

7.10.2. Cách tiến hành :

Cân khoảng 2 gam mẫu thử (mục 6.2) trên cân có độ chia đến 0,0001 gam cho vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml, tẩm ướt mẫu bằng nước cất, thêm vào cốc 50 ml dung dịch axit nitric (HNO_3) 10%. Đun

sôi để Hòa tan mẫu, làm nguội, pha loãng dung dịch đến khoảng 150 ml bằng nước. Thêm chính xác 5 ml dung dịch bạc nitrat (AgNO_3) 0,1 N và 1 ÷ 2 ml dung dịch amoni sắt III sunfat $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$, chuẩn độ lượng bạc nitrat (AgNO_3) dư bằng dung dịch amoni sunfoxyanua (NH_4SCN) tiêu chuẩn 0,1 N cho đến khi dung dịch xuất hiện màu nâu đỏ.

Làm song song một thí nghiệm trắng để hiệu chỉnh lượng ion clo có trong thuốc thử, ghi thể tích đã tiêu tốn là V_0 .

7.10.3 Tính kết quả:

$$\% \text{Cl} = \frac{(V_0 - V) \times 0,003546}{m} \times 100$$

Trong đó:

V_0 : Là thể tích dung dịch tiêu chuẩn NH_4SCN 0,1 N tiêu tốn khi chuẩn mẫu trắng, tính bằng mililit.

V : Là thể tích dung dịch tiêu chuẩn NH_4SCN 0,1 N tiêu tốn khi chuẩn mẫu thử, tính bằng mililit.

m : Là lượng cân mẫu thử, tính bằng gam.

0,003546: Là khối lượng clo (Cl^-) tương ứng với 1 ml dung dịch NH_4SCN 0,1 N, tính bằng gam.

7.11. Xác định hàm lượng kali oxit (K_2O) và natri oxit (Na_2O)

(Trích dẫn theo mục 7.16 tiêu chuẩn TCVN 141 : 1998).

8. Báo cáo kết quả thử nghiệm:

Báo cáo kết quả thử nghiệm cần nêu được các thông tin sau:

- Các thông tin cần thiết để nhận biết mẫu thử một cách đầy đủ;
- Các bước tiến hành thử khác với quy định của tiêu chuẩn này (ghi rõ tài liệu viện dẫn);
- Các kết quả thử (trong đó kết quả xác định hàm lượng kali oxit và natri oxit theo mục 7.16 TCVN 141 : 1998);
- Các tình huống có ảnh hưởng đến kết quả thử;
- Ngày, tháng, năm tiến hành thử nghiệm./.

VĂN PHÒNG CHÍNH PHỦ XUẤT BẢN

Điện thoại: 8233947

In tại Xí nghiệp Bản đồ I - Bộ Quốc phòng