

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6927 : 2001

**NGUYÊN LIỆU ĐỂ SẢN XUẤT SẢN PHẨM GỐM XÂY
DỰNG – THẠCH ANH**

Raw materials for producing construction ceramics – Quartz

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 6927 :2001 do Ban Kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC 189
“Sản phẩm gổm xây dựng”

Hoàn thiện trên cơ sở dự thảo của Viện Khoa học Công nghệ Vật liệu xây dựng, Bộ Xây dựng đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo Lường Chất Lượng xét duyệt, 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.

Nguyên liệu để sản xuất sản phẩm gốm xây dựng – Thạch anh

Raw materials for producing construction ceramics – Quartz

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho thạch anh dạng bột (sau đây gọi là thạch anh) để làm nguyên liệu sản xuất sản phẩm gốm xây dựng như: sứ vệ sinh, gạch gốm ốp lát...

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 6227 : 1996 Cát tiêu chuẩn ISO để xác định cường độ của xi măng.

3 Yêu cầu kỹ thuật

3.1 Các chỉ tiêu kỹ thuật của thạch anh để sản xuất sản phẩm gốm xây dựng được quy định ở bảng 1.

Bảng 1 - Các chỉ tiêu kỹ thuật của thạch anh

Tên các chỉ tiêu	Mức	
	Cho men	Cho xương
1. Hàm lượng silic dioxit (SiO ₂), %, không nhỏ hơn	98	96
2. Hàm lượng sắt oxit (Fe ₂ O ₃), %, không lớn hơn	0,1	0,5
3. Hàm lượng titan dioxit (TiO ₂), %, không lớn hơn	0,05	0,2
4. Hàm lượng mất khi nung (MKN), %, không lớn hơn	0,5	0,5
5. Độ ẩm, %, không lớn hơn	1	1
6. Độ mịn, tính bằng phần trăm lượng còn lại trên sàng kích thước lỗ 0,2 mm, không lớn hơn	0	5

4 Phương pháp thử

4.1 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử

4.1.1 Lấy mẫu

Mẫu thử được lấy theo lô. Lô là lượng thạch anh cùng một loại, được lấy từ cùng một mỏ, với khối lượng không lớn hơn 100 tấn. Mẫu thạch anh được lấy ngẫu nhiên từ không ít hơn 10 điểm, mỗi điểm lấy từ 1,5 đến 2 kg và tổng khối lượng mẫu thử được lấy không ít hơn 16 kg.

TCVN 6927: 2001

4.1.2 Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu lấy theo 4.1.1 được trộn kỹ và rút gọn theo phương pháp chia tư để có khoảng 1 kg.

4.1.2.1 Khối lượng mẫu thử nhận được theo 4.1.2 được chia thành hai phần bằng nhau, một phần để thí nghiệm, phần còn lại được bảo quản trong bao PE và niêm phong làm mẫu lưu. Trên bao chứa mẫu lưu phải có nhãn ghi rõ:

- tên cơ sở và số hiệu lô hàng;
- ngày và nơi lấy mẫu;
- tên người chuẩn bị mẫu.

4.1.2.2 Từ mẫu chuẩn bị theo điều 4.1.2.1 lấy ra 40 g cho vào bình nghiền hoặc cối mã não nghiền cho đến khi hạt thạch anh lọt hết qua sàng có kích thước lỗ 0,125 mm. Sau đó trộn đều và bằng phương pháp chia tư lấy ra khoảng 20 g nghiền tiếp trong cối mã não thành bột mịn lọt hết qua sàng kích thước lỗ 0,063 mm để làm mẫu phân tích hoá.

Trước khi xác định các chỉ tiêu kỹ thuật, mẫu được sấy ở nhiệt độ $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ cho đến khối lượng không đổi và để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng.

4.2 Xác định hàm lượng silic dioxit (SiO_2)

Theo TCVN 6227 : 1996.

4.3 Xác định hàm lượng sắt oxit (Fe_2O_3)

4.3.1 Nguyên tắc

Phân giải mẫu thử bằng axit flohydric tạo phức màu vàng giữa sắt và axit sunfosalisilic ở pH 8 - 11, xác định hàm lượng sắt bằng phương pháp so màu ở bước sóng 420 nm - 430 nm.

4.3.2 Hoá chất và thiết bị

Các thiết bị dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm, và:

- axit flohydric dung dịch 40 %;
- axit sunfuric đậm đặc ($d = 1,84$ và dung dịch 1 + 1);
- axit clohydric đậm đặc ($d = 1,19$ và dung dịch 1 + 1);
- axit sunfosalisilic dung dịch 20 %;
- amon clorua dung dịch 5 %, 10 %;
- amon hydroxit dung dịch 25 %;
- kali pyrosunphát tinh thể;
- sắt oxit hoặc muối sắt;
- dung dịch EDTA tiêu chuẩn;

– dung dịch sắt tiêu chuẩn:

Dung dịch A: cân 0,1005 g sắt oxit đã sấy khô (hoặc lượng cân tương ứng của một muối sắt (%)) vào cốc thuỷ tinh 250 ml, thêm vào cốc 10 - 15 ml axit clohydric đậm đặc và đun sôi dung dịch đến tan trong. Để nguội và chuyển dung dịch vào bình định mức 1000 ml, lắc đều.

Lấy một phần dung dịch trong bình định mức, xác định hàm lượng sắt oxit bằng phương pháp phức chất (EDTA) hoặc phương pháp bicromat.

1 ml dung dịch A chứa 0,1 mg Fe_2O_3 .

Dung dịch B: Lấy 100 ml dung dịch A vào bình định mức 1000 ml, định mức dung dịch bằng nước cất, lắc đều.

Lấy một phần dung dịch trong bình định mức, xác định hàm lượng sắt oxit bằng phương pháp phức chất (EDTA) hoặc phương pháp bicromat.

1 ml dung dịch B chứa 0,01 mg Fe_2O_3 ;

– chén hoặc bát bạch kim dung tích từ 50 đến 100 ml;

– máy so màu quang điện hoặc phổ quang kế;

4.3.3 Cách tiến hành

4.3.3.1 Phân giải mẫu cát: Cân 5 g mẫu cát vào chén (hoặc bát) bạch kim, nung chén có mẫu ở nhiệt độ 700°C - 800°C trong 15 - 20 phút rồi để nguội. Phân giải mẫu bằng hỗn hợp axit sunfuric và axit flohydric. Sau khi làm khô chén trên bếp điện (đến khi ngừng bốc khói trắng) để nguội chén và thêm vào đó 2 - 3 g kali pyrosunfat, nung hỗn hợp trong chén ở nhiệt độ 750°C - 800°C đến tan trong.

Để nguội, chuyển khối nung chảy sang cốc thuỷ tinh 250 ml tráng rửa sạch chén bạch kim bằng tia nước cất đun nóng, thêm vào cốc 20 ml axit sunfuric 1 + 1 đun sôi dung dịch đến tan trong. Để nguội, chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức 250 ml, lắc đều. Dung dịch này dùng để xác định sắt, nhôm, titan trong mẫu thử (dung dịch 1).

4.3.3.2 Lấy một phần dung dịch 1 để xác định hàm lượng sắt oxit theo bảng 2.

Bảng 2 – Lượng mẫu lấy để xác định hàm lượng sắt oxit

Hàm lượng sắt oxit trong mẫu %	Lượng mẫu lấy để xác định sắt oxit	
	Thể tích dung dịch 1 ml	Lượng mẫu thạch anh tương ứng g
Đến 0,05	50	1,0
Từ 0,05 đến 0,1	25	0,5
Trên 0,1 đến 0,5	20	0,4
Trên 0,5 đến 1,0	15	0,3
Trên 1,0 đến 2,0	10	0,2

TCVN 6927: 2001

Cho vào bình định mức 100 ml, thêm tiếp vào bình 10 ml dung dịch amon clorua 10%, 10 ml dung dịch axit sunfosalisilic 20%, thêm nước cất đến khoảng nửa bình, nhỏ giọt dung dịch amon hydroxit 25% vừa lắc nhẹ bình đến khi xuất hiện màu vàng bần, thêm dư 1 - 2 ml amon hydroxit nữa, thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều.

Đo mật độ quang của dung dịch trên máy so màu với kính lọc có bước sóng 420 nm - 430 nm trong cuvet có chiều dày lớp dung dịch 50 mm, dung dịch so sánh là mẫu trắng.

Hàm lượng sắt oxit xác định theo đường chuẩn.

4.3.3.3 Dụng đường chuẩn

Lấy vào một loạt bình định mức 100 ml lần lượt các thể tích 0, 1, 2, 3, 5, 7, 9, 12, 14, 15 ml dung dịch B tương ứng với 0; 0,01; 0,02; 0,03; 0,05; 0,07; 0,09; 0,12; 0,14; 0,15 mg sắt oxit, thêm vào mỗi bình 10 ml dung dịch amon clorua 5%, 10 ml dung dịch axit sunfosalisilic 20%, thêm nước cất khoảng nửa bình, vừa nhỏ giọt dung dịch amon, hydroxit 25% vừa lắc nhẹ bình đến khi xuất hiện màu vàng bần, thêm dư 1 - 2 ml amon hydroxit 25% nữa, định mức lắc đều.

Đo mật độ quang của dung dịch trên máy so màu với kính lọc có bước sóng 420 nm - 430 nm trong cuvet dày 50 mm.

Từ mật độ quang đo được và lượng sắt oxit tương ứng dụng đường chuẩn.

4.3.4 Tính kết quả

Hàm lượng sắt oxit (Fe_2O_3), tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$\text{Fe}_2\text{O}_3(\%) = \frac{m_1 \times V}{M \times V_1} \times 100$$

trong đó:

m_1 là lượng sắt oxit tìm được theo đường chuẩn, tính bằng gam;

m là lượng cân mẫu thử đem phân giải, tính bằng gam;

V là thể tích bình chứa dung dịch 1, tính bằng mililit;

V_1 là phần thể tích dung dịch 1 lấy để xác định sắt oxit, tính bằng mililit.

Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn bảng 3.

Bảng 3 – Chênh lệch cho phép

Hàm lượng sắt oxit trong mẫu %	Chênh lệch cho phép %
Đến 0,05	0,005
Từ 0,05 đến 0,1	0,010
Trên 0,1 đến 0,5	0,030
Trên 0,5 đến 1,0	0,050
Trên 1,0 đến 2,0	0,100

4.4 Xác định hàm lượng titan dioxit (TiO_2)

4.4.1 Nguyên tắc

Tạo hợp chất màu vàng giữa hydro peroxit và titan (IV) trong môi trường axit sunfuric loãng. Xác định hàm lượng titan oxit bằng phương pháp so màu ở bước sóng 400 nm - 420 nm.

4.4.2 Hoá chất và thiết bị:

- hydro peroxit dung dịch 30 % và pha loãng 1 + 9;
- axit phosphoric đậm đặc;
- axit sunfuric đậm đặc ($d = 1,84$) và pha loãng 3 + 100;
- kali pyrosunfat tinh thể;
- titan dioxit đã nung ở 1000°C đến khối lượng không đổi;
- dung dịch tiêu chuẩn titan dioxit:

Dung dịch A: Nung chảy 0,5 g titan dioxit với 6 - 7 g kalipyrosunfat trong chén bạch kim ở 800°C - 850°C đến tan trong. Hoà tan khối nung chảy vào axit sunfuric loãng 3 + 100, chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức 500 ml, dùng axit sunfuric pha loãng 3 + 100 định mức dung dịch, lắc đều, lấy một phần dung dịch để xác định nồng độ theo phương pháp khối lượng.

Dung dịch B: Lấy 100 ml dung dịch A vào bình định mức 1000 ml, dùng dung dịch axit sunfuric pha loãng định mức lắc đều.

1 ml dung dịch B chứa 0,1 mg titan oxit.

- chén bạch kim dung tích 30 ml;
- máy so màu quang điện hoặc phổ quang kế;

4.4.3 Cách tiến hành

4.4.3.1 Lấy 10 đến 50 ml dung dịch 1 vào bình định mức 100 ml, thêm vào bình 3 ml dung dịch hydro peroxit pha loãng 1 + 9 và 2 - 3 giọt axit phosphoric đậm đặc, dùng dung dịch axit sunfuric pha loãng 3 + 100 định mức, lắc đều.

Đo mật độ quang của dung dịch trên máy so màu với kính lọc có bước sóng 400 nm - 420 nm, trong cuvet có chiều dày lớp dung dịch 50 mm. Dung dịch so sánh là mẫu trắng.

Hàm lượng titan oxit xác định theo đường chuẩn.

TCVN 6927: 2001

4.4.3.2 Dựng đường chuẩn

Lấy vào một loạt bình định mức 100 ml lần lượt các thể tích 0, 1, 2, 3, 5, 7, 8, 9, 10 ml dung dịch B.

Tương ứng với 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,5; 0,7; 0,8; 0,9; 1,0 mg titan dioxit. Pha loãng dung dịch đến khoảng 50 ml bằng axit sunfuric 3 + 100. Thêm vào mỗi bình 3 ml dung dịch hydro peroxit pha loãng 1 + 9 và 2 - 3 giọt axit phosphoric đậm đặc, định mức dung dịch bằng axit sunfuric pha loãng, lắc đều.

Đo mật độ quang các dung dịch trên máy so màu với kính lọc có bước sóng 400 nm - 420 nm trong cuvét dày 50 mm.

Từ mật độ quang đo được và lượng titan dioxit tương ứng dựng đường chuẩn.

4.4.3.3 Tính kết quả

Hàm lượng titan dioxit (TiO_2), tính bằng phần trăm, theo công thức:

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

trong đó :

m_1 là lượng titan dioxit tìm được theo đường chuẩn, tính bằng gam;

m là lượng cân mẫu thử lấy để xác định titan dioxit, tính bằng gam.

4.4.3.4 Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,02 %.

4.5 Xác định hàm lượng mất khi nung (MKN)

Theo TCVN 6227 : 1996.

4.6 Xác định độ ẩm

4.6.1 Nguyên tắc

Xác định sự hao hụt khối lượng sau khi sấy khô mẫu thử ở nhiệt độ 105°C - 110°C cho tới khi đạt khối lượng không đổi.

4.6.2 Hoá chất và dụng cụ:

- tủ sấy đảm bảo nhiệt độ sấy 105°C - 110 °C có bộ điều chỉnh nhiệt;
- cân kỹ thuật có độ chính xác 0,01 gam;
- bình hút ẩm.

4.6.3 Cách tiến hành

Cân khoảng 40 - 50 g mẫu đã được chuẩn bị theo điều 4.1.2.1 của tiêu chuẩn này cho vào một chén sứ đã được sấy khô từ trước đến khối lượng không đổi rồi đặt vào tủ sấy, sấy ở nhiệt độ 105°C - 110°C trong thời gian một giờ, sau đó lấy chén ra, để nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm và đem cân. Quá trình sấy khô được lặp lại đến khi đạt khối lượng không đổi. Thời gian sấy kiểm tra là 30 phút.

4.6.4 Tính kết quả

Độ ẩm (W) của thạch anh được tính bằng phần trăm theo công thức:

$$W = \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{m}$$

trong đó :

m_1 là khối lượng chén đựng mẫu trước khi sấy, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng chén đựng mẫu sau khi sấy, tính bằng gam;

m là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,2 %.

4.7 Xác định độ mịn

Mẫu thử lấy theo điều 4.1.2.1 của tiêu chuẩn này.

4.7.1 Nguyên tắc

Xác định thành phần cỡ hạt bột thạch anh bằng phương pháp sàng phân loại.

4.7.2 Thiết bị:

- sàng tiêu chuẩn có kích thước lỗ 0,2 mm;
- cân kỹ thuật có độ chính xác 0,01 g;
- tủ sấy có bộ điều chỉnh nhiệt độ, đảm bảo nhiệt độ sấy 105°C - 110°C;
- máy lắc cơ học (nếu có).

4.7.3 Cách tiến hành

Mẫu trung bình đã chuẩn bị được sấy ở nhiệt độ 105 °C - 110 °C đến khối lượng không đổi. Cân 500 g thạch anh, sàng mẫu qua lưới sàng có kích thước lỗ 0,2 mm, có thể tiến hành sàng bằng tay hoặc

TCVN 6927: 2001

bằng máy. Khi sàng bằng tay, thời gian sàng phải kéo dài đến khi kiểm tra thấy trong một phút lượng thạch anh lọt qua sàng không lớn hơn 0,1 % khối lượng mẫu thử.

Cho phép xác định thời gian bằng phương pháp đơn giản như sau: đặt tờ giấy xuống dưới sàng rồi sàng đều nếu không thấy thạch anh lọt qua sàng thì thôi không sàng nữa.

Thời gian sàng bằng máy lắc cơ học là 10 phút.

Cân lượng thạch anh trên mỗi sàng.

4.7.4 Tính kết quả

Phần khối lượng còn lại trên sàng (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

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

trong đó :

m_1 là khối lượng thạch anh còn lại trên sàng, tính bằng gam;

m là khối lượng mẫu thạch anh đem sàng, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,1%.

5 Bao gói, ghi nhãn, bảo quản và vận chuyển

5.1 Thạch anh được đóng bao cách ẩm, khối lượng mỗi bao là 50 kg \pm 1 kg.

5.2 Ngoài các nội dung trong phiếu chất lượng theo qui định pháp lý hiện hành, trên bao phải có nhãn ghi rõ:

- tên sản phẩm;
- tên cơ sở sản xuất;
- khối lượng bao;
- ngày, tháng, năm sản xuất.

5.3 Thạch anh được bảo quản trong kho khô ráo, thoáng, sạch.

5.4 Thạch anh được vận chuyển bằng mọi phương tiện có mái che.