

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8654 : 2011

Xuất bản lần 1

**THẠCH CAO VÀ SẢN PHẨM THẠCH CAO –
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NƯỚC LIÊN KẾT
VÀ HÀM LƯỢNG SUNFU A TRIOXIT TỔNG SỐ**

*Gypsum and gypsum products – Tests methode for determination of combined water
and total sulfur trioxide contents*

HÀ NỘI - 2011

Lời nói đầu

TCVN 8654:2011 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.

Thạch cao và sản phẩm thạch cao – Phương pháp xác định hàm lượng nước liên kết và hàm lượng sunfua trioxit

Gypsum and gypsum products - Test methods for determination of combined water and sulfur trioxide contents

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp phân tích hoá học xác định hàm lượng nước liên kết và hàm lượng sunfua trioxit (SO_3) trong thạch cao và sản phẩm thạch cao.

2 Tài liệu viện dẫn

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

TCVN 4851-1989 (ISO 3696:1987), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này, áp dụng thuật ngữ, định nghĩa sau

3.1

Mẫu nguyên bản (sample as received)

Phần mẫu được coi là đại diện của lô hàng mà trong thành phần có chứa các tạp chất với độ ẩm nguyên khai (đối với nguyên liệu thạch cao), hoặc chứa chất độn với độ ẩm sau chế tạo (đối với sản phẩm chế tạo từ thạch cao) được đưa đến phòng thí nghiệm để phân tích.

4 Quy định chung

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

Nước dùng trong quá trình phân tích theo TCVN 4851-1989 (ISO 3696:1987) hoặc nước có độ tinh khiết tương đương (sau đây gọi là "nước").

TCVN 8654:2011

4.2 Hoá chất pha loãng theo tỷ lệ thể tích được đặt trong ngoặc đơn. Ví dụ HCl (1 + 9) là dung dịch gồm 1 thể tích HCl đậm đặc với 9 thể tích nước.

4.3 Nồng độ phần trăm của dung dịch (%) biểu thị bằng số g chất tan trong 100 ml dung dịch. Ví dụ bari clorua (BaCl_2), dung dịch 10 % là dung dịch gồm 10 g bari clorua hoà tan trong 90 ml nước.

4.4 Khối lượng riêng (d) của hoá chất lỏng đậm đặc được tính bằng gam trên mililit (g/ml).

4.5 Chỉ tiêu phân tích được tiến hành trên mẫu thử được chuẩn bị theo Điều 7.

4.6 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 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.

4.7 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.

5 Hoá chất, thuốc thử

5.1 Axit clohydric (HCl) đậm đặc, $d = 1,19$.

5.2 Axit clohydric (HCl), pha loãng (1+9).

5.3 Bari clorua (BaCl_2), dung dịch 10 %, được pha trước khi sử dụng 1 ngày.

5.4 Bạc nitrat (AgNO_3), dung dịch 5 %, bảo quản trong chai thủy tinh tối màu.

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,0001 g.

6.2 Tủ sấy, đạt nhiệt độ $(300 \pm 5) ^\circ\text{C}$ có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ.

6.3 Lò nung, đạt nhiệt độ $(950 \pm 50) ^\circ\text{C}$ có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ.

6.4 Máy cất nước một lần

6.5 Tủ hút hơi độc.

6.6 Chén sứ nung, dung tích 30 ml hoặc 50 ml.

6.7 Cốc thuỷ tinh chịu nhiệt, dung tích 100 ml; 250 ml.

6.8 Khay hoặc hộp sấy mẫu có nắp, làm bằng thuỷ tinh chịu nhiệt hoặc bằng vật liệu sứ.

6.9 Phễu lọc Φ 7 cm.

6.10 Pipet dung tích 10 ml.

6.11 Giấy lọc không tro

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

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

6.12 Giấy pH

6.13 Chày, cối, bằng đồng hoặc bằng thép.

6.14 Chày, cối mã nã.

6.15 Sàng các loại, có kích thước lỗ: 150 μm ; 250 μm .

7 Chuẩn bị mẫu

7.1 Hướng dẫn chung trong chuẩn bị mẫu thử

Mẫu được dùng để thử nghiệm có khối lượng không ít hơn 200 g và được lấy ngay sau khi mở bao gói niêm phong.

Các loại mẫu thử khác nhau được chuẩn bị theo các cách khác nhau nhưng tuân thủ theo các nguyên tắc chung sau đây.

7.1.1 Gia công mẫu

Gia công và nghiền mịn mẫu cho đến khi toàn bộ lượng mẫu lọt qua sàng 250 μm . Nếu sử dụng thiết bị nghiền, nhất thiết phải đảm bảo rằng nhiệt độ mẫu trong toàn bộ quá trình nghiền không được vượt quá 52 °C. Trộn đều mẫu thử, bảo quản mẫu trong hộp có nắp đậy để tránh nhiễm bẩn mẫu.

7.1.2 Rút gọn mẫu

Trộn đều mẫu thử, dùng phương pháp chia tư để rút gọn mẫu đến khi thu được khối lượng mẫu còn khoảng 50 g để làm mẫu phân tích hoá học, phần còn lại bảo quản làm mẫu lưu.

7.1.3 Hydrat hoá

Trộn đều và hydrat hoá lại khi mẫu có chứa các dạng canxi sunphat khan (khác với dạng $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ hoặc anhydrit tự nhiên) theo cách sau: đặt mẫu ngập trong nước cất trong khoảng thời gian không ít hơn 48 h.

7.2 Chuẩn bị mẫu thạch cao

TCVN 8654:2011

Các mẫu nguyên bản ở dạng cục hoặc dạng bột, tiến hành gia công và rút gọn mẫu theo cách tiến hành được mô tả tại 7.1.1 và 7.1.2.

7.3 Chuẩn bị mẫu là sản phẩm làm từ thạch cao

7.3.1 Vữa thạch cao trộn sẵn, vữa thạch cao xơ sợi tự nhiên hoặc bê tông thạch cao

Sàng mẫu ở trạng thái khô qua sàng 150 μm (6.15), loại bỏ phần còn sót lại trên sàng. Cân phần sót sàng và tính toán hàm lượng phần trăm của lượng mẫu lọt qua sàng. Sau đó, tiến hành rút gọn mẫu (7.1.2), trộn đều mẫu và hydrat hoá lại mẫu (7.1.3).

7.3.2 Vữa thạch cao, vữa tạo hình và vữa đổ khuôn

Rút gọn mẫu (7.1.2) và trộn đều mẫu rồi thực hiện hydrat hoá lại mẫu (7.1.3).

7.3.3 Tấm thạch cao

Cắt nhỏ hoặc bẻ vụn mẫu ở trạng thái khô, dùng cối và chày đập dập để tách rời các mảnh giấy vụn. Nhặt và loại bỏ các vụn giấy này khỏi phần lõi thạch cao. Tránh làm nát và lẫn các mảnh vụn vào phần mẫu bột. Sau đó, tiến hành rút gọn mẫu (7.1.2), trộn đều mẫu và hydrat hoá lại mẫu (7.1.3).

7.4 Làm khô mẫu

Sau khi chuẩn bị mẫu theo điều 7.2 hoặc 7.3, làm khô mẫu ở nhiệt độ $(45 \pm 3) ^\circ\text{C}$ trong khoảng 2 h hoặc cho đến khi có được khối lượng không đổi. Làm nguội mẫu trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng.

Chỉ sử dụng mẫu đã được làm khô cho các phép phân tích tiếp theo.

8 Xác định hàm lượng nước liên kết

8.1 Nguyên tắc

Sấy mẫu sau khi đã được làm khô theo cách tiến hành được chuẩn bị ở điều 7.4, ở nhiệt độ $(215 \pm 5) ^\circ\text{C}$ đến khối lượng không đổi. Từ phần hao hụt khối lượng, tính toán được hàm lượng nước liên kết của thạch cao nguyên chất.

8.2 Cách tiến hành

Sấy khay (6.8) có nắp đậy trong tủ sấy ở nhiệt độ $(215 \pm 5) ^\circ\text{C}$ trong thời gian khoảng 2 h, lấy ra, làm nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng. Cân cả phần khay lẫn nắp đậy chính xác đến 0,0001 g, ghi lại khối lượng (m_0).

Chuyển khoảng 1 g mẫu, đã được chuẩn bị theo điều 7 vào khay có nắp đã được cân ở trên, đậy nắp và cân chính xác đến 0,0001 g. Ghi lại khối lượng tổng (m_1).

Chuyển khay vào tủ sấy, mở nắp đậy và sấy khay có chứa mẫu ở nhiệt độ $(215 \pm 5) ^\circ\text{C}$ trong khoảng 2 h.

Đóng chặt các nắp khay và chuyển khay vào bình hút ẩm, để nguội đến nhiệt độ phòng và cân. Lặp lại quá trình trên đến khi thu được khối lượng không đổi (m_2).

8.3 Tính và biểu thị kết quả

Hàm lượng nước liên kết (H_2O_{lk}) có trong thạch cao, tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$H_2O_{lk} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

trong đó:

m_0 là tổng khối lượng của khay và nắp, tính bằng gam;

m_1 là tổng khối lượng của khay, nắp và mẫu trước khi sấy, tính bằng gam;

m_2 là tổng khối lượng của khay, nắp và mẫu sau khi sấy, tính bằng gam.

Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,20 %.

CHÚ THÍCH: Về mặt lý thuyết, hàm lượng nước liên kết có thể được sử dụng để tính toán hàm lượng thạch cao tinh khiết hoặc hàm lượng một số hợp chất có nguồn gốc từ thạch cao trong các sản phẩm thạch cao (xem phụ lục A). Tuy nhiên, trong trường hợp mẫu có chứa một lượng chất hữu cơ hoặc hợp chất hydrat có nhiệt độ phân huỷ nhỏ hơn hoặc bằng (215 ± 5) °C, các kết quả phân tích xác định hàm lượng nước liên kết không được phép sử dụng cho các tính toán.

9 Xác định hàm lượng sunfua trioxit

9.1 Nguyên tắc

Sử dụng axit clohydric để hoà tan mẫu, kết tủa ion sunphat bằng bari clorua trong môi trường axit. Lọc rửa kết tủa tạo thành (dạng $BaSO_4$), nung và cân. Tính hàm lượng sunfua trioxit từ khối lượng dạng cân thu được.

9.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 0,2 g mẫu, đã được chuẩn bị theo 7.2 hoặc 7.3 và làm khô theo 7.4, chính xác đến 0,0001 g. Chuyển toàn bộ lượng cân vào cốc thuỷ tinh dung tích 100 ml. Thêm 50 ml dung dịch axit clohydric (1+9) (5.2). Đun nhẹ dung dịch và đấm nát phần vón cục bằng đầu đũa thuỷ tinh. Tiếp tục đun sôi hỗn hợp khoảng 15 min.

Lọc tách phần cặn, sử dụng giấy lọc chảy trung bình, hứng phần nước lọc vào cốc thuỷ tinh dung tích 250 ml. Rửa cặn nhiều lần bằng nước nóng cho đến khi sạch hết axit, dùng giấy pH để kiểm tra.

Đun sôi dung dịch khoảng 5 min. Nếu dung dịch đục, phải tiến hành phân tích lại. Nếu dung dịch trong suốt, tiến hành kết tủa ion sunphat bằng cách vừa khuấy, vừa thêm từ từ từng giọt khoảng 10 ml dung dịch bari clorua (5.3).

Để lắng kết tủa trong thời gian ít nhất từ 6 h đến 8 h.

TCVN 8654:2011

Dùng phễu lọc và giấy lọc không tro chảy chậm để lọc tách kết tủa. Dùng nước nóng rửa sạch thành cốc và chuyển định lượng toàn bộ kết tủa lên phễu lọc. Rửa phễu và giấy lọc có chứa kết tủa cho đến khi phần nước lọc rửa không còn dấu hiệu của ion clorua (dùng dung dịch bạc nitrat (5.4) để thử).

Chuyển toàn bộ phần giấy lọc có chứa kết tủa vào chén sứ đã được nung đến khối lượng không đổi (m_3). Đốt cháy giấy lọc và kết tủa lên bếp điện, chuyển chén vào lò nung rồi nung ở nhiệt độ (950 ± 50) °C trong khoảng thời gian từ 30 min đến 45 min. Lấy chén ra, làm nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân. Lặp lại quá trình nung cân trên đến khi thu được khối lượng không đổi (m_4).

9.3 Tính và biểu thị kết quả

Hàm lượng sunfua trioxit của mẫu thạch cao hoặc sản phẩm thạch cao, biểu thị bằng SO_3 , tính bằng phần trăm, theo công thức sau:

$$\% SO_3 = \frac{m_4 - m_3}{m_5} \times 0,343 \times 100$$

trong đó:

- m_3 là khối lượng của chén nung, tính bằng gam;
- m_4 là khối lượng của chén nung có chứa kết tủa, tính bằng gam;
- m_5 là khối lượng mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam;
- 0,343 là hệ số chuyển đổi từ $BaSO_4$ sang SO_3 .

Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả xác định song song không vượt quá 0,30%.

10 Báo cáo kết quả thử nghiệm

Báo cáo kết quả thử nghiệm bao gồm ít nhất các thông tin sau:

- Các thông tin cần thiết để nhận biết mẫu thử một cách đầy đủ;
- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Các bước tiến hành thử khác với quy định của tiêu chuẩn này (ghi rõ tài liệu viện dẫn);
- Các kết quả thử;
- Các tình huống có ảnh hưởng đến kết quả thử;
- Ngày, tháng, năm tiến hành thử nghiệm.

PHỤ LỤC A

(Tham khảo)

A.1 Tổng quan chung

Phụ lục này đưa ra một số hướng tính toán mang tính chất tham khảo khi có yêu cầu cung cấp thêm các thông tin cần thiết về hàm lượng các hợp chất khác với nước liên kết và sunfua trioxit có trong mẫu thạch cao và sản phẩm thạch cao.

A.2 Cách tính hàm lượng thạch cao

Hàm lượng thạch cao trong mẫu được tính bằng hàm lượng nước liên kết (thu được tại 8.3) nhân với hệ số 4,7778. Đối với mẫu vữa, hàm lượng $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ được tính bằng hàm lượng thạch cao vữa tính được nhân với hệ số 0,8430.

A.3 Cách tính hàm lượng sunfua trioxit

Hàm lượng sunfua trioxit có trong phần thạch cao được tính bằng hàm lượng nước liên kết nhân với hệ số 2,2222.

A.4 Cách tính hàm lượng sunfua trioxit dư thừa

Hàm lượng sunfua trioxit dư thừa được tính bằng hiệu số giữa hàm lượng sunfua trioxit khi phân tích trên mẫu nguyên bản (không hydrat hóa) và hàm lượng sunfua trioxit thu được ở A.3.

A.5 Cách tính hàm lượng anhydrit CaSO_4

Hàm lượng anhydrit CaSO_4 được tính bằng hàm lượng sunfua trioxit dư thừa tính được ở A.4 nhân với hệ số 1,7000.

A.6 Cách tính hàm lượng CaO có trong thạch cao

Hàm lượng CaO có trong thạch cao được tính bằng hàm lượng thạch cao tính được ở A.2 nhân với hệ số 0,3275.

A.7 Cách tính hàm lượng CaO có trong anhydrit

Hàm lượng CaO có trong anhydrit được tính bằng hàm lượng anhydrit tính được ở A.5 nhân với hệ số 0,4119.
