

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8265 : 2009

Xuất bản lần 1

XỈ HẠT LÒ CAO – PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH HÓA HỌC

Granulated blast furnace slag – Methods of chemical analysis

HÀ NỘI – 2009

Mục lục

	Trang
Lời nói đầu.....	4
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.....	10
6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử.....	11
7 Phương pháp thử.....	11
7.1 Xác định hàm lượng ẩm (W).....	11
7.2 Xác định hàm lượng mất khi nung (MKN).....	12
7.3 Xác định hàm lượng silic dioxit (SiO_2).....	13
7.3.1 Xác định hàm lượng silic dioxit ở dạng kết tủa silicic (phương pháp khối lượng).....	13
7.3.2 Xác định silic dioxit (SiO_2) hòa tan trong dung dịch (phương pháp đo màu).....	16
7.3.3 Xác định hàm lượng SiO_2 tổng.....	16
7.4 Xác định hàm lượng sắt (III) oxit (Fe_2O_3).....	16
7.4.1 Xác định hàm lượng sắt (III) oxit theo phương pháp chuẩn độ phức chất.....	16
7.4.2 Xác định hàm lượng sắt (III) oxit theo phương pháp đo màu.....	17
7.5 Xác định hàm lượng nhôm oxit (Al_2O_3).....	18
7.6 Xác định hàm lượng canxi oxit (CaO).....	19
7.7 Xác định hàm lượng magiê oxit (MgO).....	20
7.8 Xác định hàm lượng anhydric sunfuric (SO_3).....	21
7.9 Xác định hàm lượng sunfua (S^{2-}).....	22
7.10 Xác định hàm lượng kali oxit (K_2O) và natri oxit (Na_2O) tổng.....	23
7.11 Xác định hàm lượng titan oxit (TiO_2).....	23
7.12 Xác định hàm lượng mangan oxit (MnO).....	23
8. Báo cáo thử nghiệm.....	23

Lời nói đầu

TCVN 8265 : 2009 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.

Xỉ hạt lò cao – Phương pháp phân tích hóa học

Granulated blast furnace slag – Methods of chemical analysis

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp phân tích hoá học cho xỉ hạt lò 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 141 : 2008, Xi măng poóc-lăng – Phương pháp phân tích hoá học.

TCVN 4315 : 2007, Xỉ hạt lò cao dùng để sản xuất xi măng.

TCVN 4851 : 1989 (ISO 3696 :1987), 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).

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").

3.2 Hoá chất pha loãng theo tỷ lệ thể tích được đặt trong ngoặc đơn. Ví dụ HCl (1 + 3) là dung dịch gồm 1 thể tích HCl đậm đặc với 3 thể tích nước.

3.3 Dung dịch pha loãng tính bằng phần trăm (%) biểu thị bằng số gam chất tan trong 100 ml nước. Ví dụ kali florua (KF), dung dịch 5 % là dung dịch gồm 5 g kali florua hoà tan trong 100 ml nước.

3.4 Khối lượng riêng (d) của thuốc thử đậm đặc được tính bằng gam trên millilit (g/ml).

TCVN 8265 : 2009

3.5 Các chỉ tiêu phân tích được tiến hành trên mẫu thử đã được gia công theo Điều 6 của tiêu chuẩn này.

3.6 Mỗi 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 (được qui định riêng cho từng chỉ tiêu thử), nếu vượt giới hạn cho phép phải tiến hành phân tích lại.

3.7 Việc xây dựng lại đường chuẩn (cho các chỉ tiêu thử có sử dụng phương pháp trắc quang, quang phổ hấp thụ nguyên tử, quang kế ngọn lửa...) tiến hành định kỳ theo khuyến cáo của nhà sản xuất thiết bị theo cách làm nêu trong tiêu chuẩn này.

3.8 Biểu thị khối lượng, thể tích và kết quả

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

4 Hoá chất, Thuốc thử

4.1 Hoá chất rắn

4.1.1 Natri cacbonat (Na_2CO_3) khan.

4.1.2 Kali cacbonat (K_2CO_3) khan.

4.1.3 Hỗn hợp nung chảy : trộn đều Na_2CO_3 (4.1.1) với K_2CO_3 (4.1.2) theo tỷ lệ khối lượng 1 : 1, bảo quản trong bình nhựa kín.

4.1.4 Amoni clorua (NH_4Cl) tinh thể.

4.1.5 Kali pyrosunphat ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$) khan hoặc **kali hydrosunphat (KHSO_4)** khan.

4.1.6 Phenolphtalein tinh thể.

4.1.7 Kẽm axetat $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$.

4.1.8 Silic đioxit (SiO_2) có độ tinh khiết 99,9 %.

4.1.9 Chỉ thị màu fluorexon 1 % : dùng chày cối sứ hoặc thủy tinh nghiền mịn 0,1 g chỉ thị màu fluorexon với 10g kali clorua (KCl), bảo quản trong lọ thủy tinh tối màu.

4.2 Hoá chất lỏng, thuốc thử

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

4.2.2 Axit clohydric (HCl), pha loãng (1 + 1).

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

4.2.4 Axit flohydric (HF) đậm đặc, $d = 1,12$.

4.2.5 Axit sunfuric (H₂SO₄) đậm đặc, $d = 1,84$.

4.2.6 Axit sunfuric (H₂SO₄), pha loãng (1 + 1).

4.2.7 Axit sunfuric (H₂SO₄), dung dịch 0,10 %: Cho từ từ 3 ml axit sunfuric đậm đặc (4.2.5) vào 500 ml nước, để nguội pha loãng thành 1 000 ml.

4.2.8 Axit boric (H₃BO₃), dung dịch bão hoà: Hoà tan 50 g axit boric (H₃BO₃) trong 500 ml nước nóng, pha loãng thành 1 000 ml.

4.2.9 Axit oxalic (H₂C₂O₄), dung dịch 2 %, bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

4.2.10 Dung dịch khử: Hoà tan 15 g axit tartric (H₂C₄H₄O₆) và 1 g axit ascorbic (C₆H₈O₆) trong 100 ml nước. Dung dịch sử dụng được trong 2 đến 3 ngày, bảo quản trong bình thuỷ tinh tối màu.

4.2.11 Amoni molipđat ((NH₄)₆Mo₇O₂₄.4H₂O), dung dịch 5 %: Hoà tan 25 g amoni molipđat ((NH₄)₆Mo₇O₂₄.4H₂O) 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 polyetylen.

4.2.12 Kali florua (KF), dung dịch 5 %, bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

4.2.13 Axit axetic (CH₃COOH) đậm đặc, $d = 1,05 - 1,06$.

4.2.14 Amoni hydroxit (NH₄OH) đậm đặc, $d = 0,88 - 0,91$ (25 %)

4.2.15 Urotropin (hexametylen tetramin (C₆H₁₂N₄)), dung dịch 10 %, bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

4.2.16 Urotropin (hexametylen tetramin (C₆H₁₂N₄)), dung dịch 30 %, bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

4.2.17 Natri hydroxit (NaOH), dung dịch 10 %, bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

4.2.18 Natri hydroxit (NaOH), dung dịch 30 %, bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

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

4.2.20 Kali xyanua (KCN), dung dịch 5 %, bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

4.2.21 Natri florua (NaF), dung dịch 3 %, bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

TCVN 8265 : 2009

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

4.2.23 Chỉ thị eriocrom T đen (ETOO), dung dịch 0,10 % : Hoà tan 0,10 g chỉ thị ETOO trong 100 ml cồn 90 %, thêm tiếp vào dung dịch 3 g Hydroxylamin hydroclorua, bảo quản trong chai thủy tinh tối màu.

4.2.24 Chỉ thị xylanol da cam, dung dịch 0,10 %.

4.2.25 Chỉ thị phenolphthalein, dung dịch 0,10 % trong cồn 90 %.

4.2.26 Axit sunfosalixylic ($\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})\text{SO}_3\text{H}$), dung dịch 10 %.

4.2.27 EDTA ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), dung dịch 1 %.

4.2.28 Nước brom, dung dịch 3 %.

4.2.29 Dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M: Pha từ ống chuẩn (fixanal)

4.2.30 Dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$) 0,025 M

Hoà tan 5,65 g đến 5,75 g $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ trong 200 ml nước cất, cho thêm vào 1 ml axit axetic đặc, đun đến tan trong, để nguội, pha loãng thành 1 lít.

* Xác định hệ số K giữa dung dịch EDTA 0,01 M và dung dịch kẽm axetat 0,025 M:

Dùng pipet lấy 50 ml dung dịch EDTA 0,01 M (4.2.29) cho vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml, thêm nước đến thể tích 100 ml và 20 ml dung dịch pH = 5,5, thêm 2 đến 3 giọt chỉ thị xylanol da cam 0,10 %. Đun tới nhiệt độ 70 °C đến 80 °C, chuẩn độ dung dịch khi còn nóng bằng dung dịch kẽm axetat pha được đến khi dung dịch trong cốc chuyển từ màu vàng sang hồng, ghi thể tích dung dịch kẽm axetat tiêu thụ (V_{zn}). Tỷ số nồng độ K giữa hai dung dịch được tính như sau:

$$K = \frac{V_E}{V_{\text{zn}} \times 2,5}$$

trong đó:

V_E là thể tích dung dịch EDTA lấy để chuẩn độ, tính bằng mililit;

V_{zn} là thể tích dung dịch kẽm axetat tiêu thụ khi chuẩn độ, tính bằng mililit.

4.2.31 Dung dịch đệm pH = 5,5: Hoà tan khoảng 100 ml amoni hydroxit đậm đặc trong 700 ml nước, thêm khoảng 100 ml axit axetic, khuấy đều. Điều chỉnh pH = 5,5 bằng amoni hydroxit (1 + 1) và axit axetic (1 + 1), thêm nước thành 1 lít, khuấy đều.

4.2.32 Dung dịch đệm pH = 10,5: Hoà tan 54 g amoni clorua vào 500 ml nước, thêm 350 ml amoni hydroxit đậm đặc, khuấy đều. Điều chỉnh pH = 10,5 bằng amoni hydroxit (1 + 1), thêm nước thành 1 lít, khuấy đều.

4.2.33 Dung dịch tiêu chuẩn gốc Si^{4+} ($\text{SiO}_2 = 0,2 \text{ mg/ml}$):

Nung chảy 0,10 g silic dioxit tinh khiết (đã được nung ở $1\ 000\ ^\circ\text{C}$ đến khối lượng không đổi) với 3 g đến 4 g hỗn hợp nung chảy (4.1.3) trong chén bạch kim ở nhiệt độ (950 ± 50) $^\circ\text{C}$ trong thời gian từ 30 min đến 40 min. Lấy chén ra đặt nghiêng, để nguội. Chuyển định lượng khối nóng 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 polyetylen.

* Dung dịch tiêu chuẩn làm việc Si^{4+} ($\text{SiO}_2 = 0,02 \text{ mg/ml}$):

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.

* **Xây dựng đường chuẩn:**

Lấy 11 bình định mức dung tích 100 ml (bình nhựa polyetylen), lần lượt cho vào mỗi bình một thể tích dung dịch tiêu chuẩn silic dioxit làm việc ($C_{\text{SiO}_2} = 0,02 \text{ mg/ml}$) 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 axit sunfuric 0,1 % (4.2.7) đến khoảng 40 ml. Thêm vào 5 ml dung dịch Kali florua 5 % (4.2.12), lắc đều sau 1 min thêm tiếp 15 ml dung dịch axit boric bão hoà (4.2.8), thêm tiếp 10 ml dung dịch amoni molipdat 5 % (4.2.11) (thời điểm không) và 10 ml dung dịch axit oxalic 2 % (4.2.9). Sau 20 min thêm tiếp 5 ml dung dịch khử (4.2.10), thêm dung dịch axit sunfuric 0,10 % (4.2.7) đến vạch định mức, lắc đều. Sau 30 min (tính từ thời điểm không) đo độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu ở bước sóng $\lambda = 800 \text{ nm} + 820 \text{ nm}$. Dung dịch so sánh là dung dịch mẫu trắng (lấy từ thí nghiệm trắng).

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

4.2.34 Dung dịch tiêu chuẩn gốc Fe^{3+} ($\text{Fe}_2\text{O}_3 = 0,2 \text{ mg/ml}$):

Hoà tan 0,20 g sắt (III) oxit đã sấy khô ở $100\ ^\circ\text{C} - 110\ ^\circ\text{C}$ vào cốc đã có sẵn 50 ml dung dịch axit clohydric (1+1) (4.2.2), đun sôi nhẹ tới tan trong. Chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1 000 ml, thêm nước tới vạch mức, lắc đều.

* Dung dịch tiêu chuẩn làm việc Fe^{3+} ($\text{Fe}_2\text{O}_3 = 0,02 \text{ mg/ml}$):

Dùng pipet lấy 25 ml dung dịch tiêu chuẩn gốc cho vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm nước cất tới vạch mức lắc đều.

* **Xây dựng đường chuẩn:**

Lấy 11 bình định mức dung tích 100 ml, lần lượt cho vào mỗi bình một thể tích dung dịch tiêu chuẩn sắt (III) oxit làm việc ($C_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = 0,02 \text{ mg/ml}$) 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, pha loãng đến khoảng 50 ml, thêm tiếp 10 ml dung dịch axit sunfosalixylic 10 % (4.2.26), sau đó vừa lắc đều bình vừa nhỏ từng giọt amoni hydroxit đậm

TCVN 8265 : 2009

đặc (4.2.14) đến khi dung dịch xuất hiện màu vàng, cho dư từ 3 ml đến 4 ml amoni hydroxit nữa, thêm nước tới vạch định mức, lắc đều.

Sau 15 min đến 20 min, đo độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu ở bước sóng $\lambda = 420 \text{ nm} + 430 \text{ nm}$. Dung dịch so sánh là dung dịch mẫu trắng (lấy từ thí nghiệm trắng).

Từ lượng sắt (III) oxit có trong mỗi bình và giá trị độ hấp thụ quang tương ứng xây dựng đường chuẩn.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

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

5.3 Lò nung, đạt nhiệt độ $(1\ 200 \pm 50) ^\circ\text{C}$ có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ.

5.4 Máy so màu quang điện hoặc **phổ quang kế UV-VIS**, có khả năng đo độ hấp thụ quang ở bước sóng từ 380 nm đến 850 nm.

5.5 Máy đo pH, có độ chính xác đến 0,01 độ pH.

5.6 Máy cất nước.

5.7 Tủ hút hơi độc.

5.8 Chén sứ, chén bạch kim, dung tích 30 ml hoặc 50 ml.

5.9 Bếp điện, bếp cách cát, kiểm soát được ở $400 ^\circ\text{C}$.

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

5.11 Bình định mức, dung tích 100 ml, 200 ml, 250 ml, 500 ml, 1 000 ml.

5.12 Pipet dung tích 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml, 25 ml, 50 ml, 100 ml;

5.13 Buret 10 ml, 20 ml, 25 ml, chính xác đến 0,05 ml.

5.14 Giấy lọc

Giấy lọc định lượng không tro chảy chậm (đường kính lỗ trung bình khoảng $2 \mu\text{m}$).

Giấy lọc định lượng không tro chảy trung bình (đường kính lỗ trung bình khoảng $7 \mu\text{m}$).

Giấy lọc định lượng không tro chảy nhanh (đường kính lỗ trung bình khoảng $20 \mu\text{m}$).

Giấy lọc định tính chảy nhanh (đường kính lỗ trung bình khoảng $20 \mu\text{m}$).

5.15 Ống đong dung tích 10 ml, 20 ml, 25 ml, 50 ml, 500 ml.

5.16 Chày, cối mã não.

5.17 Sàng, có kích thước lỗ 0,063 mm; 0,10 mm; 0,20 mm..

6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử

6.1 Lấy mẫu

Theo TCVN 4315 : 2007.

6.2 Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu thử có khối lượng không nhỏ hơn 400 g. Dùng phương pháp chia tư chia mẫu thành hai phần. Một phần (phần mẫu A) dùng để xác định độ ẩm, phần còn lại (phần mẫu B) sấy khô mẫu ở nhiệt độ $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ dùng để phân tích hoá. Trộn đều mẫu thử (phần mẫu B), dùng phương pháp chia tư lấy khoảng 100 g, nghiền nhỏ đến lọt hết qua sàng 0,20 mm. Dùng phương pháp chia tư lấy khoảng 50 g, tiếp tục nghiền nhỏ đến lọt hết qua sàng 0,10 mm (khi gia công mẫu thử, nếu sử dụng dụng cụ bằng thép, phải dùng nam châm để loại sắt lẫn vào mẫu). Dùng phương pháp chia tư lấy khoảng 15 g đến 20 g nghiền mịn trên cối mã não đến lọt hết qua sàng 0,063 mm làm mẫu phân tích hoá học, phần còn lại bảo quản trong lọ thuỷ tinh đậy kín làm mẫu lưu.

Mẫu để phân tích hoá học được sấy ở nhiệt độ $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi.

7 Phương pháp thử

7.1 Xác định hàm lượng ẩm (W)

7.1.1 Nguyên tắc

Mẫu thử được sấy ở $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi. Từ sự giảm khối lượng tính ra được hàm lượng ẩm có trong mẫu.

7.1.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 10 g mẫu (phần mẫu A) chính xác đến 0,0001 g đã được chuẩn bị theo Điều 6, chuyển vào hộp làm ẩm đã được sấy ở nhiệt độ $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ và cân đến khi thu được khối lượng không đổi. Sấy hộp có mẫu ở nhiệt độ trên khoảng 1 h đến 1,5 h, để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng rồi cân. Lập lại quá trình sấy ở nhiệt độ trên trong 15 min, làm nguội và cân đến khi thu được khối lượng không đổi.

7.1.3 Tính kết quả

Hàm lượng ẩm, W, tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

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

TCVN 8265 : 2009

trong đó:

m_1 là khối lượng mẫu và hộp làm ẩm trước khi sấy, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng mẫu và hộp làm ẩm sau khi sấy, tính bằng gam;

m là khối lượng mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,10 %.

7.2 Xác định hàm lượng mất khi nung (MKN)

7.2.1 Nguyên tắc

Mẫu thử được nung ở $950 \text{ }^\circ\text{C} \pm 50 \text{ }^\circ\text{C}$ đến khối lượng không đổi. Từ sự giảm khối lượng khi nung mẫu tại nhiệt độ trên và hàm lượng sunfua xác định theo 7.9, tính ra lượng mất khi nung.

7.2.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 1 g mẫu (phần mẫu B) chính xác đến 0,0001 g đã được chuẩn bị theo Điều 6, chuyển vào chén sứ đã được nung ở nhiệt độ $950 \text{ }^\circ\text{C} \pm 50 \text{ }^\circ\text{C}$ và cân đến khi thu được khối lượng không đổi. Nung chén có mẫu ở nhiệt độ trên khoảng 1 h đến 1,5 h, lấy mẫu ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân. Nung lại ở nhiệt độ trên trong 15 min, làm nguội và cân đến khi thu được khối lượng không đổi.

7.2.3 Tính kết quả

Lượng mất khi nung, tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$\% \text{ MKN} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100$$

trong đó:

m_1 là khối lượng mẫu và chén trước khi nung, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng mẫu và chén sau khi nung, tính bằng gam;

m là khối lượng mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,10 %.

7.2.4 Xác định hàm lượng MKN qui đổi

Trong xỉ hạt lò cao, hàm lượng sunfua (S^2) trong mẫu gây sai lệch âm đến kết quả xác định hàm lượng MKN. Nên hàm lượng MKN được hiệu chỉnh theo hàm lượng sunfua (S^2) trong mẫu như sau:

$$\% \text{ MKN qui đổi} = \% \text{ MKN (thu được ở 7.2.3)} + 1,996 \times \% S^2 \text{ (Điều 7.9)}$$

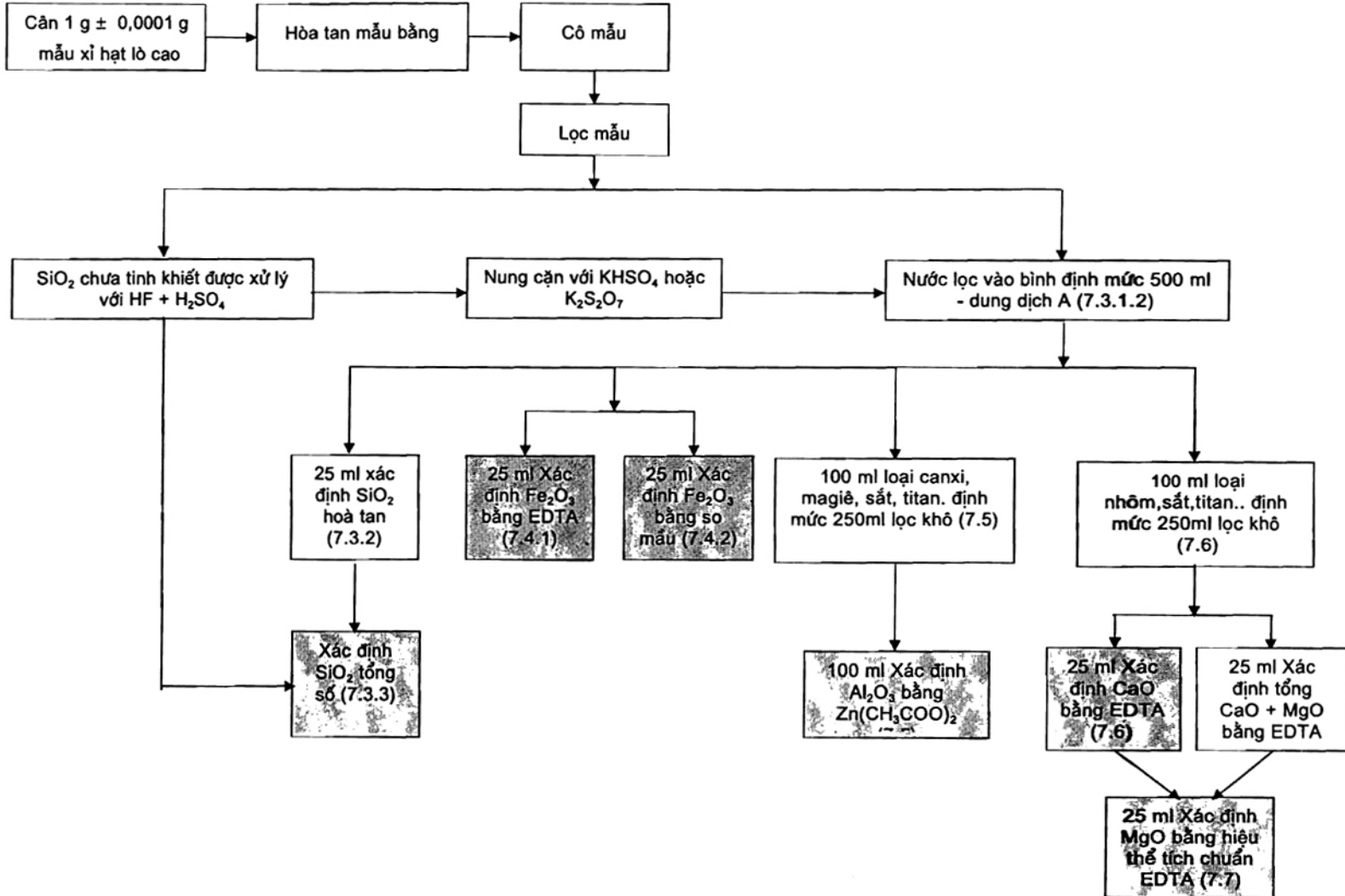
7.3 Xác định hàm lượng silic đioxit (SiO₂)

7.3.1 Xác định hàm lượng silic đioxit ở dạng kết tủa silicic (phương pháp khối lượng)

7.3.1.1 Nguyên tắc

Hoà tan mẫu xỉ trong axit clohydric đậm đặc, cô cạn dung dịch để tách nước của axit silicic, lọc, rửa, và nung kết tủa ở $(1\ 000 \pm 50)$ °C, dùng dung dịch axit flohydric để tách silic ở dạng silic tetra florua, nung, cân, lượng mất đi tương ứng với hàm lượng silic đioxit.

Sơ đồ phân tích thành phần chính trong mẫu xỉ hạt lò cao



7.3.1.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 1 g mẫu (phần mẫu B) chính xác đến 0,0001 g đã được chuẩn bị theo Điều 6 vào bát sứ, tẩm ướt mẫu bằng nước cất. Đặt bát bằng mặt kính đồng hồ, cho từ từ 15 ml axit clohydric đậm đặc qua miệng bát. Cọ cạn dung dịch trên bếp cách cát (ở nhiệt độ từ 100 °C đến 110 °C) đến không còn giọt nước trên mặt kính đồng hồ. Trong quá trình cọ mẫu, dùng thìa thủy tinh dầm nhỏ các cục muối tạo thành đến cỡ hạt không lớn hơn 2 mm, tiếp tục cọ mẫu ở nhiệt độ trên trong thời gian từ 1 h đến 1,5 h. Để nguội mẫu thử, thêm vào bát sứ 15 ml axit clohydric đậm đặc, 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 axit clohydric (1+9) (4.2.3) 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 chảy trung bình để lau sạch thìa thủy tinh và thành bát. Tiếp tục rửa bằng nước đun sôi đến hết axit (thử bằng giấy đo pH). Thu nước lọc và nước rửa vào bình định mức dung tích 500 ml. Chuyển giấy lọc có kết tủa và giấy lau vào chén bạch kim, sấy và đốt giấy lọc trên bếp điện. Nung chén ở nhiệt độ $(1\ 000 \pm 50)$ °C trong 1 h 30 min. Lấy chén ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng. Nung lại ở nhiệt độ trên đến khi thu được khối lượng không đổi. Ghi khối lượng chén và kết tủa thu được (m_1).

Tẩm ướt kết tủa trong chén bằng vài giọt nước, thêm vào 0,5 ml dung dịch axit sunfuric (1 + 1) (4.2.6) và 10 ml axit flohydric 40 % (4.2.4). Làm bay hơi chất chứa trong chén trên bếp điện đến khô. Thêm tiếp từ 3 ml đến 4 ml axit flohydric, làm bay hơi trên bếp điện đến ngừng bốc khói trắng. Nung chén bạch kim và cặn ở nhiệt độ $(1\ 000 \pm 50)$ °C trong 30 min. Lấy chén ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng. Nung lại ở nhiệt độ trên đến khi thu được khối lượng không đổi. Ghi khối lượng chén và cặn thu được (m_2).

Nung cặn còn lại trong chén bạch kim với từ 2 g đến 3 g kali pyrosulfat (4.1.5) ở nhiệt độ (750 ± 50) °C đến tan trong. Làm nguội chén bạch kim và hoà tan khối nung chảy trong cốc thủy tinh đã có sẵn 50 ml nước và 5 ml axit clohydric (1+1) (4.2.2), đun tới tan trong. Gộp dung dịch này vào dung dịch trong bình định mức 500 ml, thêm nước tới vạch mức, lắc đều thu được "dung dịch A". Dung dịch này dùng để xác định các thành phần silic dioxit hoà tan trong dung dịch, nhôm, sắt, canxi, magiê, titan, mangan trong mẫu.

7.3.1.3 Tính kết quả

Hàm lượng silic dioxit, tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100$$

trong đó:

m_1 là khối lượng chén bạch kim và kết tủa trước khi xử lý bằng axit flohydric, tính bằng gam;

TCVN 8265 : 2009

m_2 là khối lượng chén bạch kim và kết tủa sau khi xử lý bằng axit flohydric, tính bằng gam;

m là khối lượng mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,25 %.

7.3.2 Xác định silic dioxit (SiO_2) hòa tan trong dung dịch (phương pháp đo màu)

7.3.2.1 Nguyên tắc

Trong môi trường axit ($\text{pH}=1,0 - 1,5$) Si^{4+} hòa tan tác dụng với amoni molipđat tạo thành phức màu vàng, khử phức này sang dạng màu xanh bằng axit ascobic. Đo độ hấp thụ quang của dung dịch phức màu xanh ở bước sóng $\lambda = 800 \text{ nm} - 820 \text{ nm}$.

7.3.2.2 Cách tiến hành

Dùng pipet lấy 25 ml "dung dịch A" (7.3.1) cho vào bình định mức dung tích 100 ml (bình nhựa polyetylen), thêm dung dịch axit sunfuric 0,10 % (4.2.7) đến khoảng 40 ml. Tiếp tục làm theo các thao tác ở (4.2.33) trong phần xây dựng đường chuẩn từ "Thêm vào 5 ml kali florua 5 % (4.2.12)..." đến "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 dioxit có trong bình.

7.3.2.3 Tính kết quả:

Hàm lượng silic dioxit hoà tan, tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$\% \text{SiO}_{2(\text{hòa tan})} = \frac{m_1}{m_2} \times 100$$

trong đó:

m_1 là lượng silic dioxit tìm được trên đường chuẩn, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng mẫu tương ứng với thể tích mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam.

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

7.3.3 Xác định hàm lượng SiO_2 tổng

Hàm lượng SiO_2 tổng là tổng hàm lượng SiO_2 xác định theo 7.3.1 và 7.3.2

7.4 Xác định hàm lượng sắt (III) oxit (Fe_2O_3)

7.4.1 Xác định hàm lượng sắt (III) oxit theo phương pháp chuẩn độ phức chất

Phương pháp này áp dụng khi hàm lượng sắt (III) oxit lớn hơn 2 %

7.4.1.1 Nguyên tắc

Chuẩn độ ion sắt (III) bằng dung dịch EDTA ở môi trường pH 1,5 đến 1,8 với chỉ thị màu axit sunfosalixylic. Khi kết thúc chuẩn độ màu dung dịch chuyển từ tím đỏ sang vàng rơm.

7.4.1.2 Cách tiến hành

Dùng pipet lấy 25 ml dung dịch A (7.3.1) cho vào cốc thuỷ tinh dung tích 250 ml, thêm 2 ml dung dịch axit sunfosalixylic 10 % (4.2.26), thêm nước cất đến khoảng 100 ml. Dùng dung dịch axit clohydric (1 + 1) (4.2.2) và dung dịch natri hydroxit 10 % (4.2.17) nhỏ từ từ từng giọt để điều chỉnh pH đạt 1,5 đến 1,8 (dung dịch chuyển sang màu tím đỏ). Đun nóng dung dịch đến 50 °C – 60 °C, chuẩn độ bằng dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M đến khi dung dịch chuyển từ màu tím đỏ sang vàng rơm.

7.4.1.3 Tính kết quả

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

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{0,0007985 \times V}{m} \times 100$$

trong đó:

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

0,0007985 là khối lượng Fe₂O₃ tương ứng với 1 ml dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M, tính bằng gam;

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

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

7.4.2 Xác định hàm lượng sắt (III) oxit theo phương pháp đo màu.

Phương pháp này áp dụng khi hàm lượng sắt (III) oxit nhỏ hơn 2 %

7.4.2.1 Nguyên tắc

Trong môi trường kiềm amoniac, ion sắt (III) tạo với thuốc thử axit sunfosalixylic một phức chất màu vàng, cường độ màu tỷ lệ với nồng độ sắt có trong dung dịch. Đo độ hấp thụ quang của dung dịch phức màu vàng ở bước sóng $\lambda = 420 \text{ nm} + 430 \text{ nm}$.

7.4.2.2 Cách tiến hành

Dùng pipet lấy 25 ml dung dịch A (7.3.1) cho vào bình định mức dung tích 100 ml. Tiếp tục làm theo các thao tác ở mục (4.2.34) trong phần xây dựng đường chuẩn từ "pha loãng đến khoảng 50 ml ..." đến "Dung dịch so sánh là dung dịch mẫu trắng (lấy từ thí nghiệm trắng)".

TCVN 8265 : 2009

Từ giá trị độ hấp thụ quang đo được, dựa vào đường chuẩn tìm được hàm lượng sắt (III) oxit.

7.4.2.3 Tính kết quả

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

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{m_1}{m_2} \times 100$$

trong đó:

m_1 là lượng sắt (III) oxit tìm được từ đường chuẩn, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng mẫu có trong dung dịch lấy đem xác định sắt (III) oxit, tính bằng gam;

Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,04 %.

7.5 Xác định hàm lượng nhôm oxit (Al_2O_3)

7.5.1 Nguyên tắc

Loại Ca^{2+} , Mg^{2+} ra khỏi dung dịch chứa Al^{3+} bằng dung dịch urotropin 30 %, 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 axetat theo chỉ thị xylenol da cam. Dùng natri florua để giải phóng EDTA khỏi phức complexonat nhôm, dùng dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat chuẩn độ lượng EDTA được giải phóng, từ đó tính ra hàm lượng nhôm.

7.5.2 Cách tiến hành

Dùng pipet lấy 100 ml dung dịch A (7.3.1) cho vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml, thêm vào cốc khoảng 2 g amoni clorua (4.1.6), đun nóng, trung hoà bằng amoni hydroxyt đậm đặc (4.2.14) đến khi bắt đầu xuất hiện kết tủa hydroxyt, hoà tan kết tủa trở lại bằng vài giọt dung dịch axit clohydric (1+1) (4.2.2). Cho từ từ dung dịch urotropin 30 % (4.2.16) đến kết tủa hoàn toàn. Cho dư 20 ml dung dịch urotropin 30 % nữa, đun nóng dung dịch trong cốc đến gần sôi trong 10 min. Lọc dung dịch chứa kết tủa khi còn nóng qua giấy lọc chảy nhanh, rửa kết tủa và cốc thủy tinh 5 lần đến 7 lần bằng dung dịch urotropin 10 % (4.2.15). Hoà tan kết tủa trên giấy lọc bằng dung dịch axit clohydric (1+1) (4.2.2), hứng dung dịch vào cốc đã tiến hành kết tủa. Rửa giấy lọc bằng nước nóng đến hết phản ứng axit (thử bằng giấy đo pH). Thêm vào nước lọc 5 ml dung dịch axit clohydric (1+1) (4.2.2), đun sôi 3 min. Thêm vào cốc 30 ml dung dịch natri hydroxit 30 % (4.2.18), 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 oxit.

Dùng pipet lấy 100 ml dung dịch lọc ở trên cho vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml, thêm vào cốc 10 ml dung dịch EDTA 1 % (4.2.27), thêm tiếp vào cốc 1 giọt - 2 giọt chỉ thị phenolphthalein 0,10 % (4.2.25) dùng dung dịch axit clohydric (1+1) (4.2.2) và dung dịch natri hydroxit 10 % (4.2.17) điều chỉnh dung dịch tới môi trường trung tính (dung dịch mất màu hồng), thêm vào cốc 15 ml dung dịch đệm pH = 5,5 (4.2.31). Đun nóng dung dịch trong cốc đến khoảng 80 °C, thêm vào cốc vài giọt chỉ thị xylenol da cam 0,10 % (4.2.24) và dùng dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat 0,025 M (4.2.30) chuẩn độ đến khi dung dịch chuyển từ màu vàng sang hồng. Thêm vào cốc 15 ml dung dịch natri florua 3 % (4.2.21), đun sôi trong 3 min, dung dịch lúc này có màu vàng, để nguội dung dịch đến 70 °C - 80 °C rồi chuẩn độ bằng dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat 0,025 M (4.2.30) đến khi dung dịch chuyển từ vàng sang hồng. Ghi thể tích kẽm axetat tiêu thụ khi chuẩn độ lần thứ hai (V_{zn}).

7.5.3 Tính kết quả

Hàm lượng nhôm oxit, tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{0,0012745 \times V_{zn} \times K}{m} \times 100$$

trong đó:

0,0012745 là hệ số gam Al_2O_3 ứng với 1 ml dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat 0,025 M;

V_{zn} là thể tích dung dịch kẽm axetat 0,025 M tiêu thụ khi chuẩn độ lượng EDTA được giải phóng ra khỏi phức, tính bằng ml;

K là hệ số nồng độ giữa dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat 0,025 M và dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M;

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

Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,15 %.

7.6 Xác định hàm lượng canxi oxit (CaO)

7.6.1 Nguyên tắc

Fe^{3+} , Al^{3+} , Ti^{4+} và các ion cản trở khác được tách khỏi Ca^{2+} và Mg^{2+} bằng amoni hydroxit. Chuẩn độ Ca^{2+} 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.

7.6.2 Cách tiến hành

Dùng pipet lấy 100 ml dung dịch A (7.3.1) cho vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml, thêm 1 g amoni clorua (4.1.4), đun dung dịch đến 60 °C - 70 °C, nhỏ từ từ dung dịch amoni hydroxit đậm đặc (4.2.14) và khuấy đều đến khi xuất hiện kết tủa hydroxit, cho dư 1 giọt amoni hydroxit. Đun nóng dung dịch 70 °C - 80 °C trong thời gian từ 45 min đến 60 min để đồng tụ kết tủa và loại amoni hydroxit dư. Để nguội dung dịch, chuyển dung dịch trong cốc vào bình định mức dung tích 250 ml,

TCVN 8265 : 2009

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 B).

Dùng pipet lấy 25 ml dung dịch B, thêm 80 ml nước, 20 ml dung dịch kali hydroxit 25 % (4.2.19), 2 ml dung dịch kali xyanua 5 % (4.2.20) và một ít chỉ thị fluorexon 1 % (4.1.10), đặt cốc trên nền màu đen, dùng dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M (4.2.29), chuẩn độ cho đến khi dung dịch chuyển từ màu xanh huỳnh quang sang hồng. Ghi thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ (V_1).

Làm song song một thí nghiệm trắng để hiệu chỉnh kết quả. Ghi thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ (V_{01}).

7.6.3 Tính kết quả

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

$$\% \text{CaO} = \frac{0,00056 \times (V_1 - V_{01})}{m} \times 100$$

trong đó:

V_{01} , là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit;

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

0,00056 là khối lượng canxi oxit CaO tương ứng với 1 ml dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M, tính bằng gam;

m là khối lượng mẫu tương ứng với thể tích mẫu lấy để xác định canxi oxit, tính bằng gam;

Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,30 %.

7.7 Xác định hàm lượng magiê oxit (MgO)

7.7.1 Nguyên tắc

Chuẩn độ tổng lượng Ca^{2+} và Mg^{2+} trong mẫu bằng dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M theo chỉ thị eriocrom T đen ở pH = 10,5. Xác định hàm lượng magiê oxit theo hiệu số thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA tiêu thụ.

7.7.2 Cách tiến hành

Dùng pipet lấy 25 ml dung dịch B (7.6.2) thêm 80 ml nước cất, 15 ml dung dịch đệm pH = 10,5 (4.2.32) và 2 ml dung dịch kali xyanua 5 % (4.2.20) cùng với vài giọt eriocrom T đen 0,10 % (4.2.23), chuẩn độ tổng lượng Ca^{2+} và Mg^{2+} bằng dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M (4.2.29) đến khi dung dịch chuyển từ màu đỏ rượu nho sang xanh nước biển. Ghi thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ (V_2).

Làm song song một thí nghiệm trắng để hiệu chỉnh kết quả. Ghi thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ (V_{02}).

7.7.3 Tính kết quả

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

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

trong đó:

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;

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 thử, 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_2 là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ tổng lượng canxi và magiê trong dung dịch mẫu thử, tính bằng mililit;

0,000403 là khối lượng magiê oxit MgO tương ứng với 1 ml dung dịch EDTA 0,01 M, tính bằng gam;

m là khối lượng mẫu tương ứng với thể tích mẫu lấy để xác định magiê oxit, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,25 %.

7.8 Xác định hàm lượng anhydric sunfuric (SO_3)

7.8.1 Nguyên tắc

Kết tủa sunfat dưới dạng bari sunfat. Từ bari sunfat thu được tính ra khối lượng anhydric sunfuric.

7.8.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 1 g mẫu (phần mẫu B) chính xác đến 0,0001 g đã chuẩn bị theo Điều 6, cho vào cốc dung tích 100 ml, thêm 50 ml dung dịch axit clohydric (1+9) (4.2.3), dùng đũa thủy tinh dầm cho tan hết mẫu, đun sôi nhẹ trên bếp cách cát trong 30 min. Lọc gạn vào giấy lọc không tro chảy trung bình. Rửa bằng nước sôi đến hết axit (thử bằng giấy đo pH). Đun sôi dung dịch lọc đồng thời đun sôi dung dịch bari clorua 10 % (4.2.22). Cho từ từ 10 ml dung dịch bari clorua 10 % khuấy đều, tiếp tục đun nhẹ trong 5 min. Để yên kết tủa nơi ấm (40 °C đến 50 °C) từ 4 h đến 8 h để kết tủa lắng xuống.

TCVN 8265 : 2009

Lọc kết tủa qua giấy lọc không tro chảy chậm, rửa kết tủa và giấy lọc 5 lần bằng dung dịch axit clohydric (1+9) (4.2.3) đã đun nóng. Tiếp tục rửa với nước đun sôi cho đến hết axit (thử bằng giấy đo pH). Cho kết tủa và giấy lọc vào chén sứ đã nung và cân đến khi thu được khối lượng không đổi (m_2). Sấy và đốt cháy giấy lọc, nung ở nhiệt độ từ 800 °C đến 850 °C trong 60 min.

Lấy ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng, cân, nung lại ở nhiệt độ trên đến khi thu được khối lượng không đổi (m_1).

7.8.3 Tính kết quả

Hàm lượng anhydric sunfuric, tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$\% \text{SO}_3 = \frac{0,343 \times (m_1 - m_2)}{m} \times 100$$

trong đó:

m_1 là khối lượng chén có kết tủa, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng chén không, tính bằng gam;

m là khối lượng mẫu tương ứng với thể tích mẫu lấy để xác định anhydric sunfuric, tính bằng gam;

0,343 là hệ số chuyển đổi từ BaSO_4 sang SO_3 .

Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,05 %.

7.9 Xác định hàm lượng sunfua (S^{2-})

7.9.1 Nguyên tắc

Oxy hoá lưu huỳnh ở dạng sunfua thành sunfat bằng nước brom. Sau đó kết tủa dưới dạng bari sunfat, lọc rửa, nung và cân từ đó xác định được hàm lượng sunfua có trong mẫu.

7.9.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 1 g mẫu (phần mẫu B) chính xác đến 0,0001 g đã chuẩn bị theo Điều 6 vào cốc dung tích 250 ml, tẩm ướt mẫu bằng nước. Thêm vào cốc từ 70 ml đến 80 ml nước brom (4.2.28), khuấy đều, để yên từ 2 h đến 3 h. Sau đó thêm từ từ 20 ml dung dịch axit clohydric đậm đặc (4.2.1) và khuấy. Sau từ 10 min đến 15 min chuyển toàn bộ dung dịch sang bát sứ, cô mẫu trong bát sứ đến khô kiệt để tách loại silic. Làm nguội bát sứ, thêm vào đó 5 ml axit clohydric đậm đặc (4.2.1), để yên 10 min, thêm tiếp 45 ml nước đun sôi khuấy cho tan muối. Lọc dung dịch qua giấy lọc chảy trung bình, nước lọc rửa thu vào cốc dung tích 250 ml, dùng nước cất nóng rửa sạch bát

sứ và giấy lọc đến hết axit (thử bằng giấy đo pH). Tiếp tục làm theo các thao tác ở mục (7.8.2) từ "Đun sôi dung dịch lọc đồng thời đun sôi dung dịch bari clorua 10 % (4.2.22)..." đến "Lấy ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng, cân, nung lại ở nhiệt độ trên đến khi thu được khối lượng không đổi."

7.9.3 Tính kết quả

Hàm lượng sunfua, tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$\% S^{2-} = \frac{0,1373 \times (A - B)}{m} \times 100$$

trong đó:

A là khối lượng BaSO₄ tương ứng với lưu huỳnh tổng số xác định theo 8.9, tính bằng gam;

B là khối lượng BaSO₄ tương ứng với lưu huỳnh dạng sunfua xác định theo 8.8, tính bằng gam;

0,1373 là hệ số chuyển từ BaSO₄ sang S²⁻;

m là khối lượng mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,05 %.

7.10 Xác định hàm lượng kali oxit (K₂O) và natri oxit (Na₂O) tổng

Theo 7.15 trong TCVN 141:2008.

7.11 Xác định hàm lượng titan oxit (TiO₂)

Theo 7.17 trong TCVN 141:2008.

7.12 Xác định hàm lượng mangan oxit (MnO)

Theo 7.18 trong TCVN 141:2008.

8 Báo cáo thử nghiệm

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

- viện dẫn tiêu chuẩn này;
- 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;
- các tình huống có ảnh hưởng đến kết quả thử;
- ngày, tháng, năm tiến hành thử nghiệm.