

MỤC LỤC

1. Phạm vi áp dụng	5
2. Tài liệu viện dẫn.....	5
3. Quy định chung	5
4. Hoá chất, Thuốc thử	6
4.1 Hoá chất rắn.....	6
4.2 Hoá chất lỏng, thuốc thử.....	7
5. Thiết bị, dụng cụ	11
6. Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử	12
6.1 Lấy mẫu.....	12
6.2 Chuẩn bị mẫu thử.....	12
7. Phương pháp thử.....	13
7.1. Xác định hàm lượng mất khi nung (MKN).....	13
7.2 Xác định hàm lượng cặn không tan (CKT):.....	14
7.3. Xác định hàm lượng silic đioxit (SiO_2) - Phương pháp nung mẫu với hỗn hợp nung chảy.	14
7.4 Xác định hàm lượng silic đioxit (SiO_2) - Phương pháp phân huỷ mẫu bằng axit clohydric và amoni clorua.....	16
7.5 Xác định silic đioxit (SiO_2) còn lại trong dung dịch bằng phương pháp so màu.....	17
7.6 Xác định hàm lượng SiO_2 tổng.....	18
7.7 Xác định hàm lượng sắt oxit (Fe_2O_3).....	18
7.8 Xác định hàm lượng nhôm oxit (Al_2O_3)	18
7.9 Xác định hàm lượng canxi oxit (CaO)	20
7.10 Xác định hàm lượng magiê oxit (MgO)	21
7.11 Xác định hàm lượng anhydric sunfuric (SO_3).....	22
7.12 Xác định hàm lượng sunfit (S^{2-}).....	22
7.13 Xác định hàm lượng clorua (Cl)	23
7.14 Xác định hàm lượng canxi oxit tự do	24
7.15 Xác định hàm lượng kali oxit (K_2O) và natri oxit (Na_2O) tổng.....	24
7.16 Xác định hàm lượng kali oxit (K_2O) và natri oxit (Na_2O) hoà tan	26
7.17 Xác định hàm lượng titan đioxit (TiO_2)	26
7.18 Xác định hàm lượng mangan oxit (MnO)	27
8. Báo cáo kết quả thử nghiệm	28
Phụ lục A	30

Lời nói đầu

TCVN 141 : 2008 thay thế cho TCVN 141 : 1998.

TCVN 141 : 2008 do Viện Vật liệu xây dựng – Bộ Xây dựng biên soạn, Bộ Xây dựng đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn, Đo lường, Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Xi măng poóc lăng – Phương pháp phân tích hóa học

Portland Cement – Methods of chemical analysis

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp phân tích hoá học cho các loại xi măng poóc lăng, clanhke xi măng poóc lăng.

Tiêu chuẩn này không áp dụng cho clanhke và xi măng poóc lăng chứa bari.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây 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 cả phiên bản sửa đổi (nếu có).

TCVN 4787 : 2001 Xi măng – Phương pháp lấy mẫu và chuẩn bị mẫu.

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

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

TCVN 141 : 2008

3.5 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.

3.6 Việc xây dựng lại đồ thị 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.

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

- Khối lượng tính bằng gam, chính xác đến 0,0001 g.
- Thể tích buret tính bằng mililit, chính xác đến 0,05 ml.
- Kết quả thử là giá trị trung bình cộng của hai kết quả phân tích tiến hành song song tính bằng phần trăm (%).

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 Amoni clorua (NH_4Cl) tinh thể.

4.1.4 Kali peiodat (KIO_4) tinh thể hoặc axit peiodic (HIO_4) 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 Bari clorua (BaCl_2) tinh thể.

4.1.7 Phenolphthalein tinh thể.

4.1.8 Axit benzoic ($\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$) tinh thể.

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

4.1.10 Dikali hexafluorotitan (K_2TiF_6) khan.

4.1.10 Silic dioxit SiO_2 .

4.1.11 Kali clorua (KCl) tinh thể.

4.1.12 Natri clorua (NaCl) tinh thể.

4.1.13 Mangan oxit (MnO).

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

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 + 2).

4.2.4 Axit clohydric (HCl), dung dịch 5 %.

4.2.5 Axit clohydric (HCl), dung dịch pH = 1,6 : Cho 2 đến 3 giọt axit HCl đậm đặc vào 1 lít nước đựng trong bình nhựa. Kiểm tra giá trị pH bằng máy đo pH.

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

4.2.7 Axit flohydric (HF) pha loãng (1 + 3).

4.2.8 Axit nitric (HNO_3) đậm đặc, $d = 1,40$.

4.2.9 Axit nitric (HNO_3), pha loãng (1 + 4).

4.2.10 Axit sunfuric (H_2SO_4) đậm đặc, $d = 1,84$.

4.2.11 Axit sunfuric (H_2SO_4), pha loãng (1 + 1).

4.2.12 Axit photphoric (H_3PO_4), pha loãng (1 + 1).

4.2.13 Axit axetic (CH_3COOH) đậm đặc, $d = 1,05 - 1,06$.

4.2.14 Amoni hydroxit (NH_4OH) đậm đặc, $d = 0,88 - 0,91$ (25 %).

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

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

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

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

4.2.19 Natri florua (NaF) dung dịch 3 %.

4.2.20 Bari clorua (BaCl_2) dung dịch 10 %.

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

4.2.22 Amoni nitrat (NH_4NO_3) dung dịch 2 %.

4.2.23 Natri cacbonat (Na_2CO_3) dung dịch 5 %.

4.2.24 Axit boric (H_3BO_3) dung dịch bão hoà.

TCVN 141 : 2008

4.2.25 Axit xitric ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) dung dịch 10 %.

4.2.26 Rượu etylic (C_2H_5OH), tuyệt đối.

4.2.27 Glyxerin ($CH_2OH-CHOH-CH_2OH$).

4.2.28 Dung dịch axit ascorbic ($C_6H_8O_6$) 5 %, pha đủ dùng trong một tuần, bảo quản trong chai thủy tinh tối mầu.

4.2.29 Dung dịch khử: Hoà tan liên tục vào nước 0,15 g $C_{10}H_9NO_4S$ (1-amino-2 hidroxy-naphtalen-4 sunforic axit) + 0,7 g Na_2SO_3 khan + 9 g $Na_2S_2O_5$ (natri metasunphit) để thu được 100 ml dung dịch. Dung dịch này sử dụng tối đa trong một tuần.

4.2.30 Dung dịch diantipyrinmetan 2 % :

Hoà tan 20 gam thuốc thử vào 300 ml nước đã có sẵn 25 ml axit sunfuric đậm đặc, thêm tiếp 2 g đến 3 g axit ascorbic, pha loãng thành 1 lít. Bảo quản trong chai thủy tinh tối mầu.

4.2.31 Amoni molipdat ($(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 24H_2O$) dung dịch 10 %

4.2.32 Chỉ thị fluorexon 1 %: Dùng cối chày thủy tinh nghiền mịn và trộn đều 0,1 g chỉ thị mầu fluorexon với 10 g kali clorua; bảo quản trong lọ thủy tinh mầu.

4.2.33 Chỉ thị eriocrom T đen (ETOO) dung dịch 0,1 % : Hoà tan 0,1 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 mầu.

4.2.34 Chỉ thị amoni sắt III sunphat $Fe(NH_4)(SO_4)_2$ dung dịch bão hoà.

4.2.35 Chỉ thị xylenol da cam, dung dịch 0,1 %: Hoà tan 0,1 g thuốc thử trong 100 ml nước cất.

4.2.36 Chỉ thị phenolphthalein, dung dịch 0,1 %: Hoà tan 0,1 g thuốc thử trong 100 ml cồn 90 %.

4.2.37 Chỉ thị metyl đỏ, dung dịch 0,1 % : Hòa tan 0,1 g thuốc thử trong 100 ml cồn 90 %.

4.2.38 Axit sunfosalixylic ($C_6H_4(OH)SO_2H$) dung dịch 10 %: Hoà tan thuốc thử trong nước cất.

4.2.39 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 mầu.

4.2.40 Dung dịch tiêu chuẩn amoni sunfoxyanua (NH_4SCN) 0,1 N: Pha từ ống chuẩn (fixanal) NH_4SCN 0,1 N.

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

4.2.42 Dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat ($Zn(CH_3COO)_2$) 0,01 M.

Hoà tan 2,26 g đến 2,3 g $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ vào 200 ml nước cất, cho thêm vào 1 ml axit axetic đặc, đun đến tan trong, pha loãng thành 1 lít.

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

Lấy 20 ml dung dịch EDTA 0,01 M (điều 4.2.41) vào cốc thuỷ tinh dung tích 250 ml, thêm vào cốc 100 ml nước và 20 ml dung dịch pH = 5,5, thêm 2 đến 3 giọt chỉ thị xylenol da cam 0,1 %. 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:

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

trong đó

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

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

4.2.43 Dung dịch đệm pH = 5,5 : Hoà tan 100 ml amoni hydroxit đậm đặc vào khoảng 400 ml nước, thêm tiếp vào đó 100 ml axit axetic rồi thêm nước cất thành 1 lít, khuấy đều.

4.2.44 Dung dịch đệm pH = 10,5 : Hoà tan 54 g amoni clorua vào 500 ml nước cất, thêm tiếp 350 ml amoni hydroxit đậm đặc, thêm nước cất thành 1 lít, khuấy đều.

4.2.45 Dung dịch tiêu chuẩn gốc titan dioxit ($TiO_2=0,1$ mg/ml):

Cân 0,3005 gam đikali hexafluorotitan (K_2TiF_6) đã sấy khô vào chén bạch kim, thêm từ 10 ml đến 15 ml dung dịch axit sunfuric (1 + 1), làm bay hơi trên bếp đến khô, thêm tiếp 5 ml axit nữa, tiếp tục làm bay hơi đến khô và ngừng bốc khói trắng. Chuyển các chất trong chén bạch kim vào cốc thuỷ tinh bằng dung dịch axit sunfuric 5 %, thêm vào cốc 5 ml axit sunfuric (1 + 1) và đun tới sôi.

Chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1000 ml, dùng dung dịch axit sunfuric 5 % thêm đến vạch định mức, lắc đều.

* Dung dịch tiêu chuẩn làm việc ($TiO_2= 0,05$ mg/ml):

Lấy 100 ml dung dịch tiêu chuẩn gốc vào bình định mức dung tích 200 ml, thêm dung dịch axit sunfuric 5 % tới vạch định mức, lắc đều.

4.2.46 Dung dịch tiêu chuẩn gốc silic dioxit ($SiO_2 = 1$ mg/ml)

Cân 0,200 g SiO_2 có độ tinh khiết 99,9 % cho vào chén bạch kim, rồi thêm 2,0 g Na_2CO_3 . Nung mẫu ở nhiệt độ $1000\text{ }^\circ\text{C} \pm 50\text{ }^\circ\text{C}$ (nung tối thiểu 15 phút) sau đó làm nguội tới nhiệt độ phòng. Lấy khối đã nóng chảy cho vào cốc nhựa và hoà tan trong nước, sau đó chuyển dung dịch vào bình định mức 200 ml, thêm nước tới vạch định mức, dung dịch được bảo quản trong bình nhựa.

* Dung dịch tiêu chuẩn làm việc ($SiO_2 = 0,02$ mg/ml)

Lấy 5 ml dung dịch gốc cho vào bình định mức 250 ml, thêm nước đến vạch định mức, lắc đều. Dung dịch này không dùng quá 7 ngày.

4.2.47 Dung dịch tiêu chuẩn gốc mangan oxit ($MnO = 1$ mg/ml).

TCVN 141 : 2008

Sấy $MnSO_4 \cdot 4H_2O$ tinh khiết đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ $250\text{ }^\circ\text{C} \pm 10\text{ }^\circ\text{C}$ thu được mangan sunfat khan. Cân 2,1287g $MnSO_4$ khan (đã được loại nước ở trên), hoà tan trong nước cất pha thành 1000 ml.

Dung dịch tiêu chuẩn làm việc mangan oxít ($MnO = 0,1\text{ mg/ml}$)

Hút 100 ml dung dịch tiêu chuẩn gốc định mức thành 1 lít.

4.2.48 Xác định độ chuẩn T của dung dịch axit benzoic 0,1 N

* Glycerin không ngâm nước: Cho 250 ml đến 300 ml glycerin vào cốc 500 ml và đun trong 3 giờ ở nhiệt độ $160\text{ }^\circ\text{C}$ đến $170\text{ }^\circ\text{C}$, dùng nhiệt kế nhúng vào glycerin để kiểm tra nhiệt độ. Trong khi đun, glycerin có thể trở thành màu vàng nhạt nhưng không trở ngại gì. Đổ glycerin đã loại nước vào bình thủy tinh 500 ml nút mài đã sấy khô cẩn thận và đậy chặt.

* Dung môi rượu – glycerin: Cho 200 ml glycerin không ngâm nước vào cốc 1000 ml, đun nóng đến $100\text{ }^\circ\text{C}$ đến $125\text{ }^\circ\text{C}$, thêm 15 gam bari clorua đã sấy khô ở $130\text{ }^\circ\text{C}$ và hoà tan trong glycerin. Để nguội dung dịch, thêm rượu etylic tuyệt đối đến 1 lít và khoảng 0,1 g phenolphthalein. Dùng dung dịch NaOH 0,01 N pha trong rượu điều chỉnh đến phản ứng kiểm yếu (dung dịch màu hồng nhạt). Nếu dung dịch là kiềm (màu hồng sáng) thì chuẩn bằng dung dịch rượu – axit benzoic 0,1 N cho đến khi có phản ứng kiểm yếu. Cho dung môi rượu – glycerin vào chai thủy tinh 1 lít nút mài.

* Dung dịch axit benzoic 0,1 N trong rượu: Làm khô axit benzoic 24 h trong bình hút ẩm có axit sunfuric đậm đặc. Hoà tan 12,3 g axit benzoic trong 1 lít rượu etylic tuyệt đối.

Để xác định độ chuẩn của axit benzoic, dùng CaO mới thu được do nung canxi cacbonat nguyên chất ở nhiệt độ $1\ 000\text{ }^\circ\text{C} \pm 50\text{ }^\circ\text{C}$ trong 2 đến 3 h. Lấy CaO ra nghiền mịn, lại cho vào chén, nung thêm 30 min. Cho vào bình tam giác khô dung tích 150 ml khoảng 30 ml dung môi rượu glycerin. Cân nhanh khoảng 0,03 g đến 0,04 g CaO mới nung rồi cho vào bình tam giác, thêm 1 g cát thạch anh đã nung hạt lớn và được rửa sạch bằng axit clohydric và nước, lắc đều và nối bình tam giác vào ống làm lạnh hồi lưu. Đun sôi trên bếp điện có lưới amiăng cho đến khi dung dịch có màu hồng đậm. Sau đó tháo bình tam giác ra chuẩn ngay dung dịch trong bình bằng dung dịch axit benzoic 0,1 N trong rượu đến khi mất màu hồng. Lại nối bình tam giác với ống làm lạnh hồi lưu và đun sôi đến khi xuất hiện màu hồng. Đun và chuẩn cho đến khi sau 20 min màu hồng không xuất hiện trở lại.

Tính lượng CaO tương ứng với 1 ml dung dịch axit benzoic 0,1 N trong rượu theo công thức:

$$T = \frac{V}{m}$$

trong đó

m là khối lượng CaO tính bằng gam;

V là lượng dung dịch axit benzoic 0,1 N dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit.

Kết quả 3 lần xác định độ chuẩn của dung dịch axit benzoic không được chênh lệch quá 0,0005 gam CaO.

4.2.49 Dung dịch tiêu chuẩn gốc natri clorua ($\text{Na}^+ = 0,2 \text{ mg/ml}$)

Hoà tan 0,5083 g NaCl đã sấy ở nhiệt độ 110 °C vào nước, chuyển vào bình định mức 1000 ml, thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Bảo quản trong bình nhựa.

Dung dịch tiêu chuẩn làm việc ($\text{Na}^+ = 0,02 \text{ mg/ml}$)

Hút 10 ml dung dịch trên cho vào bình định mức 100 ml, thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

Lập đồ thị chuẩn :

Lấy vào 3 bình định mức 100 ml lần lượt các thể tích 1 ml; 2,5 ml; 5 ml của dung dịch tiêu chuẩn làm việc. Thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

	1 ml	2,5 ml	5 ml
$\text{Na}^+ (\mu\text{g/ml})$	0,2	0,5	1,0
$\text{Na}_2\text{O} (\mu\text{g/ml})$	0,2696	0,6740	1,3480

Lập đường chuẩn bậc 1

4.2.50 Dung dịch tiêu chuẩn gốc kali clorua ($\text{K}^+ = 0,2 \text{ mg/ml}$)

Hoà tan 0,3815 g muối KCl đã sấy ở nhiệt độ 110 °C vào nước, chuyển vào bình định mức 1000 ml, thêm nước đến vạch mức, lắc đều, bảo quản trong bình nhựa.

* Dung dịch tiêu chuẩn làm việc ($\text{K}^+ = 0,02 \text{ mg/ml}$)

Hút 10 ml dung dịch trên cho vào bình định mức dung dịch 100 ml, thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

* Lập đồ thị chuẩn:

Lấy vào 3 bình định mức 100 ml lần lượt các thể tích 2 ml; 5 ml; 10 ml của dung dịch tiêu chuẩn làm việc. Thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

	2 ml	5 ml	10 ml
$\text{K}^+ (\mu\text{g/ml})$	0,4	1,0	2,0
$\text{K}_2\text{O} (\mu\text{g/ml})$	0,241	1,205	2,409

Lập đồ thị chuẩn bậc 1.

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 °C \pm 5 °C có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ.

TCVN 141 : 2008

- 5.3 Lò nung, đạt nhiệt độ $1\ 000\ ^\circ\text{C} \pm 50\ ^\circ\text{C}$ có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ.
- 5.4 Thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử hoặc thiết bị quang phổ ngọn lửa.
- 5.5 Máy so màu quang điện hoặc phổ quang kế UV-VIS, có khả năng đo mật độ quang (độ hấp thụ quang) ở bước sóng từ 380 nm đến 850 nm.
- 5.6 Máy đo pH, có độ chính xác đến 0,01.
- 5.7 Máy cất nước.
- 5.8 Bình khí nén axetylen sạch.
- 5.9 Tủ hút.
- 5.10 Chén bạch kim, dung tích 30 ml hoặc 50 ml.
- 5.11 Bếp điện, bếp cách cát, kiểm soát được ở $400\ ^\circ\text{C}$.
- 5.12 Bình hút ẩm $\Phi 140\ \text{mm}$ hoặc $\Phi 200\ \text{mm}$.
- 5.13 Bình định mức, dung tích 100 ml, 200 ml, 250 ml, 500 ml, 1000 ml.
- 5.14 Pipet dung tích 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml, 25 ml, 50 ml, 100 ml;
- 5.15 Buret 10 ml, 20 ml, 25 ml.
- 5.16 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 $20\ \mu\text{m}$).
- 5.17 Ống đong dung tích 10 ml, 20 ml, 25 ml, 50 ml, 500 ml.
- 5.18 Chày, cối bằng đồng hoặc bằng thép.
- 5.19 Chày, cối mã não.
- 5.20 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

Mẫu được lấy theo TCVN 4787 – 2001.

6.2 Chuẩn bị mẫu thử

Khối lượng mẫu thử cần thiết không ít hơn 200 g (có kích thước hạt không lớn hơn 4 mm đối với mẫu clanhke xi măng poóc lăng).

Mẫu đưa đến phòng thí nghiệm đổ trên tờ giấy láng, trải thành một lớp mỏng. Dùng nam châm để hút sắt kim loại lẫn trong xi măng. Sau đó dùng phương pháp chia tư lấy khoảng 25 g, đem nghiền trên cối mã não thành bột mịn (cỡ hạt 0,063 mm) để làm mẫu phân tích hoá học, phần mẫu còn lại được bảo quản trong lọ thuỷ tinh đậy kín.

Nếu mẫu là clanhke xi măng poóc-lăng : Trộn đều mẫu thử, 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.

Việc chuẩn bị mẫu phải được tiến hành càng nhanh càng tốt để mẫu tiếp xúc với không khí xung quanh trong thời gian nhỏ nhất.

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 mất khi nung (MKN)

7.1.1 Nguyên tắc :

Mẫu thử được nung ở $1\ 000\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi. Từ sự giảm khối lượng tính ra lượng mất khi nung.

7.1.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 1 g mẫu xi măng chính xác đến 0,0001 g đã được chuẩn bị theo điều 6, cho vào chén sứ đã được nung và cân ở nhiệt độ $1000\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 1 giờ, lấy mẫu ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân. Nung lại ở nhiệt độ trên 15 phút và cân đến khối lượng không đổi.

7.1.3 Tính kết quả

Lượng mất khi nung (MKN), 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 0,08 %.

GHI CHÚ: Đối với những mẫu xi măng poóc-lăng xỉ, hàm lượng MKN được hiệu chỉnh lại cho phù hợp dựa vào công thức tính sau:

TCVN 141 : 2008

% MKN qui đối = % MKN (thu được ở điều 7.1.3) + 1,996 x % S²⁻ (điều 7.12.3).

7.2 Xác định hàm lượng cặn không tan (CKT):

7.2.1 Nguyên tắc

Hoà tan xi măng bằng dung dịch axit clohydric loãng, lọc lấy phần cặn không tan, xử lý bằng dung dịch natri cacbonat, lọc, rửa, nung và cân.

7.2.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 1 g mẫu xi măng chính xác đến 0,0001 g đã chuẩn bị theo điều 6, cho vào cốc dung tích 100 ml, thêm 45 ml nước cất, khuấy đều, đậy mặt kính đồng hồ, cho từ từ 5 ml axit clohydric HCl đặc ($d = 1,19$), dùng đũa thuỷ tinh khuấy 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 ion Cl⁻ (thử bằng dung dịch AgNO₃ 0,5 %).

Nước lọc và nước rửa giữ lại để xác định SO₃. Chuyển giấy lọc và phần cặn trên đó vào cốc cũ. Thêm 50 ml dung dịch natri cacbonat Na₂CO₃ 5 %. Để 5 min ở nhiệt độ phòng cho nguội, đun sôi lần đầu 5 min. Lọc bằng giấy lọc không tro chảy chậm, rửa nước sôi 5 lần, rửa bằng dung dịch axit clohydric HCl 5 % đun sôi 5 lần. Sau đó lại rửa bằng nước cất đun sôi đến hết ion Cl⁻ (thử bằng dung dịch AgNO₃ 0,5 %). Giấy lọc và bã cho vào chén sứ đã nung và cân đến khối lượng không đổi. Sấy khô và đốt cháy hết giấy lọc, nung ở 1 000 °C ± 50 °C trong 45 min. Lấy ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng rồi cân, nung lại ở nhiệt độ đó 15 min và cân đến khối lượng không đổi.

7.2.3 Tính kết quả

Hàm lượng cặn không tan (CKT) tính bằng % theo công thức:

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

trong đó

m_1 là khối lượng chén và cặn không tan tính bằng gam;

m_2 là khối lượng chén không 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 được lớn hơn 0,10 %.

7.3 Xác định hàm lượng silic dioxit (SiO₂) - Phương pháp nung mẫu với hỗn hợp nung chảy

7.3.1 Nguyên tắc

Phân huỷ mẫu xi măng bằng cách nung mẫu với hỗn hợp nung chảy, hoà tan khối nóng chảy bằng dung dịch axit clohydric loãng, cô cạn dung dịch để tách nước của axit silisic. Nung kết tủa ở 1.000 °C ± 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.

7.3.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 1 g mẫu xi măng chính xác đến 0,0001 g đã được chuẩn bị theo điều 6 cho vào chén bạch kim đã có sẵn từ 4 g đến 5 g hỗn hợp nung chảy (điều 4.1.16), phủ lên trên mẫu một lớp hỗn hợp nung chảy dày từ 1 cm đến 2 cm.

Nung mẫu ở nhiệt độ từ 900 °C đến 950 °C trong 30 phút. Lấy chén ra để nguội, chuyển toàn bộ khối nung chảy vào bát sứ, dùng nước đun sôi và dung dịch axit clohydric (1 + 1) rửa sạch chén bạch kim. Đậy bát sứ bằng mặt kính đồng hồ, thêm từ từ 30 ml axit clohydric đậm đặc ($d = 1,19$). Sau khi mẫu tan hết, dùng nước đun sôi tía rửa thành bát sứ và mặt kính đồng hồ, dùng thìa thủy tinh khuấy đều dung dịch.

Cô cạn dung dịch trên bếp cách cát (ở nhiệt độ từ 100 °C đến 110 °C) đến khô, dùng thìa thủy tinh dầm nhỏ các cục muối tạo thành đến cỡ hạt không lớn hơn 2 mm, tiếp tục cô mẫu ở nhiệt độ trên trong thời gian từ 1 h đến 1 h 30 min. Để nguội mẫu thử, thêm vào bát sứ 15 ml 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 trung bình. Dùng dung dịch axit clohydric 5 % đã đun nóng, rửa kết tủa và thành bát, lọc gạn 3 lần, sau đó chuyển kết tủa vào giấy lọc, dùng giấy lọc không tro trung bình để lau sạch thìa thủy tinh và thành bát. Tiếp tục rửa bằng nước cất đun sôi đến hết ion clorua (thử bằng dung dịch AgNO_3 0,5 %). Thu nước lọc và nước rửa vào bình định mức dung tích 500 ml. Chuyển giấy lọc có kết tủa axit silicic vào chén bạch kim, sấy và đốt giấy lọc trên bếp điện. Nung chén ở nhiệt độ $1000 \text{ }^\circ\text{C} \pm 50 \text{ }^\circ\text{C}$ trong 1 h 30 min. Lấy chén ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng. Nung lại ở nhiệt độ trên đến khối lượng không đổi. Ghi khối lượng chén và kết tủa thu được (m_1).

Tắm ướt kết tủa trong chén bằng vài giọt nước, thêm vào 0,5 ml dung dịch axit sunfuric H_2SO_4 (1 + 1) và 10 ml axit flohydric 40 %. 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 $1000 \text{ }^\circ\text{C} \pm 50 \text{ }^\circ\text{C}$ trong 30 min. Lấy chén ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng. Nung lại ở nhiệt độ trên đến khối lượng không đổi. Ghi khối lượng chén và cặn thu được (m_2).

Nung cặn còn lại trong chén với từ 2 g đến 3 g kali hydrosulfat KHSO_4 (hoặc có thể dùng kali pyrosulfat $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$). Hoà tan khối nóng chảy bằng nước sôi, nếu còn vẩn đục, thêm vài giọt axit sunfuric H_2SO_4 ($d = 1,84$) đến tan trong. Gộp vào phần nước lọc ở trên và thêm nước đến vạch mức tấc đều. Dung dịch này để xác định nhôm, sắt, canxi, mangiê, titan (dung dịch A).

7.3.3 Tính kết quả

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

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

TCVN 141 : 2008

trong đó

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

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 %.

7.4 Xác định hàm lượng silic đioxit (SiO_2) - Phương pháp phân huỷ mẫu bằng axit clohydric và amoni clorua

(Phương pháp này áp dụng cho clanhke xi măng poóc lăng và xi măng poóc lăng có hàm lượng CKT $\leq 1\%$).

7.4.1 Nguyên tắc

Hoà tan xi măng trong axit clohydric đậm đặc có thêm amoni clorua để phá keo, cô cạn dung dịch để tách nước của axit silicic, lọc, rửa, nung, cân silic đioxit. Nung kết tủa ở $1\,000\text{ }^\circ\text{C} \pm 50\text{ }^\circ\text{C}$, 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.

7.4.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 1 g mẫu xi măng chính xác đến 0,0001 g đã được chuẩn bị theo điều 6 vào cốc dung tích 100 ml, tẩm ướt mẫu bằng nước cất, dùng đũa thủy tinh dầm tan hết cục. Đặt cốc bằng mặt kính đồng hồ, cho từ từ 10 ml axit clohydric đậm đặc qua miệng cốc, dùng đũa thủy tinh dầm tan hết những hạt đen. Cho vào 1 g amoni clorua NH_4Cl , khuấy đều. Cô cạn dung dịch trên bếp cách cát (ở nhiệt độ từ $100\text{ }^\circ\text{C}$ đến $110\text{ }^\circ\text{C}$) đến khô, dùng đũa thủy tinh dầm nhỏ các cục muối tạo thành đến cỡ hạt không lớn hơn 2 mm, tiếp tục cô mẫu ở nhiệt độ trên trong thời gian từ 1 h đến 1 h 30 min. Để nguội mẫu thử, thêm vào bát sứ 15 ml 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 trung bình. Tiếp tục tiến hành các bước lọc, rửa, nung, cân, sau đó xử lý bằng axit HF và H_2SO_4 như điều 7.3.2 để xác định SiO_2 tinh khiết. Phần nước lọc rửa được gộp với phần dung dịch khi nung cạn còn lại (dung dịch A) để xác định nhôm, sắt, canxi, mangiê, titan trong mẫu thử.

7.4.3 Tính kết quả

Hàm lượng silic đioxit SiO_2 tính bằng % 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;

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 %.

7.5 Xác định silic đioxit (SiO_2) còn lại trong dung dịch bằng phương pháp so màu

7.5.1 Nguyên tắc

Do độ hoà tan của axit silicic, nước lọc của dung dịch A có một phần SiO_2 hoà tan.

Trong môi trường axit, amoni molipdat tác dụng với silic tạo thành một phức màu. Đo độ hấp thụ quang bằng máy so màu ở bước sóng 815 nm, tính được hàm lượng silic hoà tan.

7.5.2 Cách tiến hành

Hút 20 ml dung dịch A thu được ở điều 7.3.2 hoặc 7.4.2 cho vào cốc polyetylen, thêm 20 ml nước, khuấy đều, thêm 5 giọt dung dịch axit flohydric (1 + 3), khuấy thêm một phút nữa. Thêm 15 ml axit boric H_3BO_3 bão hoà, dùng dung dịch NaOH 10 % và dung dịch axit clohydric (1 + 2) cho từng giọt, điều chỉnh cho dung dịch có pH = 1,15, kiểm tra lại trên máy đo pH. Thêm chính xác 5 ml dung dịch amoni molipdat 10 % (thời điểm 0). Điều chỉnh pH của dung dịch đến 1,6 bằng cách thêm từ dung dịch NaOH 10 % hoặc dung dịch axit clohydric (1 + 2). Chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 100 ml, sau 20 min thêm chính xác 5 ml axit xitric 10 % lắc đều và để yên 5 min. Sau đó thêm 2 ml dung dịch khử (điều 4.2.29). Thêm dung dịch axit clohydric có pH bằng 1,6 (điều 4.2.5) đến vạch mức, lắc đều. Sau khoảng thời gian 30 min (tính từ thời điểm 0) tiến hành đo trên máy so màu. Đo độ hấp thụ quang của dung dịch với bước sóng 815 nm, trong cuvet 10 mm, dùng mẫu trắng làm dung dịch so sánh. Từ đó đối chiếu với đồ thị chuẩn để xác định hàm lượng silic đioxit.

* Lập đồ thị chuẩn

Lấy từ buret thể tích dung dịch tiêu chuẩn làm việc ($\text{SiO}_2 = 0,02 \text{ mg/ml}$) (điều 4.2.46) lần lượt: 0 ml, 2 ml, 4 ml, 5 ml, 6 ml, 8 ml, 10 ml, 15 ml, 20 ml vào các cốc polyetylen dung tích 100 ml có số thứ tự từ 1 đến 9. Khuấy đều, thêm 5 giọt dung dịch axit flohydric HF (1 + 3), khuấy đều ít nhất 1 min, thêm 15 ml dung dịch axit boric bão hoà vào dung dịch trên ... tiếp tục thực hiện các thao tác như trên. Sau 30 min kể từ khi thêm amoni molipdat, đo độ hấp thụ quang bằng máy so màu với bước sóng 815 nm. Từ lượng silic đioxit có trong mỗi bình và giá trị độ hấp thụ quang tương ứng xây dựng đồ thị chuẩn.

7.5.3 Tính kết quả:

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

$$\% \text{ SiO}_2 (\text{hoà tan}) = \frac{m_1}{m_2} \times 100$$

trong đó

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

TCVN 141 : 2008

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 %.

7.6 Xác định hàm lượng SiO_2 tổng

Hàm lượng SiO_2 tổng là tổng hàm lượng SiO_2 xác định theo điều 7.3 hoặc điều 7.4 và hàm lượng SiO_2 còn lại trong dung dịch xác định theo điều 7.5.

7.7 Xác định hàm lượng sắt oxit (Fe_2O_3)

7.7.1 Nguyên tắc

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

7.7.2 Cách tiến hành

Lấy 25 ml dung dịch A (điều 7.3.2 hoặc điều 7.4.2) cho vào cốc dung tích 250 ml, thêm vào 1 ml dung dịch hydro peroxit H_2O_2 30 %. Đun sôi nhẹ, thêm 2 ml dung dịch axit sunfosalixylic 10 %, thêm nước cất đến khoảng 100 ml. Dùng dung dịch axit clohydric (1 + 1) và dung dịch natri hydroxit 10 % nhỏ từ từ từng giọt để điều chỉnh pH đến 1,5 – 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.

7.7.3 Tính kết quả

Hàm lượng sắt oxit (Fe_2O_3) 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 Fe_2O_3 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 phân tích, tính bằng gam.

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

7.8 Xác định hàm lượng nhôm oxit (Al_2O_3)

7.8.1 Nguyên tắc

Loại canxi và magiê có trong dung dịch bằng cách dùng dung dịch amoni hydroxit NH_4OH 25 % kết tủa nhôm sau đó hoà tan lại kết tủa bằng axit clohydric HCl (1 + 1). Tách nhôm khỏi các nguyên tố ảnh hưởng như sắt, titan ... bằng kiểm mạnh. Tạo phức giữa nhôm với EDTA dư ở pH = 5,5. Chuẩn độ lượng dư EDTA bằng dung dịch kẽm axetat chỉ thị xilenol da cam. Dùng natri florua giải phóng EDTA khỏi phức complexonat nhôm, dùng dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ 0,01 M chuẩn độ lượng EDTA được giải phóng, từ đó tính ra hàm lượng nhôm.

7.8.2 Cách tiến hành

Lấy 100 ml dung dịch A (điều 7.3.2 hoặc điều 7.4.2) cho vào cốc thuỷ tinh dung tích 250 ml, thêm vào 1 g + 2 g amoni clorua NH_4Cl , khuấy đều, đun nóng dung dịch, nhỏ vào cốc 1 giọt + 2 giọt chỉ thị metyl đỏ. Nhỏ từ từ dung dịch amoni hydroxit NH_4OH 25 % và khuấy đều đến khi dung dịch trong cốc vừa chuyển sang màu vàng, sau đó cho dư tiếp 1 giọt NH_4OH . Đun sôi nhẹ dung dịch, lọc dung dịch khi còn nóng qua giấy lọc thô, rửa kết tủa và cốc thuỷ tinh 2 lần đến 3 lần bằng nước cất nóng.

Dùng axit clohydric HCl (1 + 1) hoà tan kết tủa trên giấy lọc trở lại cốc, dùng dung dịch axit HCl (1 + 19) đã đun nóng để rửa sạch thành phần, tiếp tục rửa bằng nước cất nóng đến hết ion Cl^- (thử bằng dung dịch $AgNO_3$, 0,5 %). Thêm vào cốc 30 ml dung dịch natri hydroxit NaOH 30 %, khuấy đều, đun sôi dung dịch 1 + 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.

Lấy 100 ml dung dịch lọc ở trên vào cốc thuỷ tinh dung tích 250 ml, thêm 20 ml dung dịch EDTA 0,01 M, thêm tiếp 1 + 2 giọt chỉ thị phenolphthalein 0,1 %. Dùng dung dịch axit clohydric HCl (1 + 1) và dung dịch natri hydroxit NaOH 10 % điều chỉnh dung dịch tới trung tính (vừa mất màu hồng), thêm 15 ml dung dịch đệm pH = 5,5.

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

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

7.8.3 Tính kết quả

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

$$\% Al_2O_3 = \frac{0,0005098 \times V_{Zn} \times K}{m} \times 100$$

trong đó

V_{Zn} là thể tích dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ, tính bằng mililit;

0,0005098 là khối lượng Al_2O_3 tương ứng với 1 ml dung dịch kẽm axetat 0,01 M, tính bằng gam;

K là hệ số nồng độ giữa dung dịch kẽm axetat 0,01 M và dung dịch EDTA tiêu chuẩn 0.01 M;

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

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

7.9 Xác định hàm lượng canxi oxit (CaO)

7.9.1 Nguyên tắc

TCVN 141 : 2008

Sắt, nhôm, titan và các ion cản trở khác được tách khỏi canxi và magiê bằng amoni hydroxit. Chuẩn độ canxi 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.

7.9.2 Cách tiến hành

Lấy 100 ml dung dịch A (điều 7.3.2 hoặc điều 7.4.2) vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml, thêm 1 g amoni clorua, đun dung dịch đến 60 °C - 70 °C, nhỏ từ từ dung dịch amoni hydroxit NH₄OH 25 % 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 đông 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, 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).

Lấy vào cốc 25 ml dung dịch B, thêm 80 ml nước, 20 ml dung dịch kali hydroxit 25 %, 2 ml dung dịch kali xianua 5 % và một ít chỉ thị fluorexon 1 %, đặt cốc trên nền mẫu đen, dùng dung dịch EDTA tiêu chuẩn 0,01 M, chuẩn độ cho đến khi dung dịch chuyển từ màu xanh huỳnh quang sang hồng. Ghi thể tích EDTA 0,01 M tiêu thụ (V₁).

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 (V₀).

7.9.3 Tính kết quả

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

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

trong đó

V₀ là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit;

V₁ 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 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 0,43 %

7.10 Xác định hàm lượng magiê oxit (MgO)

7.10.1 Nguyên tắc

Chuẩn độ tổng lượng canxi và magiê trong mẫu bằng dung dịch EDTA tiêu chuẩn theo chỉ thị eriocrom T đen ở pH = 10,5. Xác định hàm lượng magiê oxit theo hiệu số thể tích EDTA tiêu thụ.

7.10.2 Cách tiến hành

Lấy 25 ml dung dịch B (điều 7.9.2) thêm 80 ml nước cất, 15 ml dung dịch đệm pH = 10,5 và 2 ml dung dịch kali xyanua 5 % cùng với vài giọt eriocrom T đen 0,1 %, chuẩn độ tổng lượng canxi và magiê bằng dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M đến khi dung dịch chuyển từ màu đỏ rượu nho sang xanh nước biển. Ghi thể tích EDTA 0,01 M tiêu thụ (V_2).

Làm song song một thí nghiệm trắng để hiệu chỉnh tổng lượng canxi và magiê có trong các thuốc thử. Ghi thể tích EDTA 0,01 M tiêu thụ (V_{02}).

7.10.3 Tính kết quả

Hàm lượng magiê oxit (MgO) 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 %.

7.11 Xác định hàm lượng anhydric sunfuric (SO₃)

7.11.1 Nguyên tắc

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

7.11.2 Cách tiến hành

TCVN 141 : 2008

Lấy dung dịch lọc ở điều 7.2 (xác định hàm lượng cặn không tan), đun sôi dung dịch này đồng thời đun sôi dung dịch bari clorua 10 %. Cho từ từ 10 ml dung dịch bari clorua 10 % khuấy đều, tiếp tục đun nhẹ trong 5 phút. Để yên kết tủa nơi ấm (40 °C đến 50 °C) từ 4 giờ đến 8 giờ để kết tủa lắng xuống.

Lọc kết tủa qua giấy lọc không tro chảy chậm, rửa kết tủa và giấy lọc 5 lần bằng dung dịch axit clohydric 5 % đã đun nóng. Tiếp tục rửa với nước cất đun sôi cho đến hết ion Cl⁻ (thử bằng dung dịch AgNO₃ 0,5 %). Cho kết tủa và giấy lọc vào chén sứ đã nung đến khối lượng không đổi. Sấy và đốt cháy giấy lọc, nung ở nhiệt độ từ 800 °C đến 850 °C trong 60 phút.

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

7.11.3 Tính kết quả

Hàm lượng anhydric sunfuric (SO₃) 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 BaSO₄ sang SO₃.

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

7.12 Xác định hàm lượng sunfit (S²⁻)

7.12.1 Nguyên tắc

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

7.12.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 2 g mẫu xi măng chính xác đến 0,0001 g đã chuẩn bị theo điều 6 vào cốc dung tích 250 ml, thấm ướt bằng vài mililit nước. Thêm vào cốc từ 70 ml đến 80 ml nước brom, khuấy đều, để yên từ 2 giờ đến 3 h. Sau đó thêm từ từ 20 ml dung dịch axit clohydric đậm đặc và khuấy, sau từ 10 min đến 15 min chuyển toàn bộ dung dịch sang bát sứ, cho bốc hơi đến khô để tách silic, lấy lại bằng axit clohydric đặc ($d = 1,19$) và nước. Đun sôi, lọc, rửa sạch ion Cl⁻ (thử bằng dung dịch AgNO₃ 0,5 %). Dùng dung dịch lọc để xác định lưu huỳnh tổng số bằng phương pháp kết tủa dưới dạng bari sunfat theo điều 7.11.

7.12.3 Tính kết quả

Hàm lượng sunfit (S^{2-}) tính bằng phần trăm, theo công thức:

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

trong đó:

- A là khối lượng $BaSO_4$ tương ứng với lưu huỳnh tổng số xác định theo 7.12, tính bằng gam;
- B là khối lượng $BaSO_4$ tương ứng với lưu huỳnh dạng sunfit xác định theo 7.11, tính bằng gam;
- 0,1373 là hệ số chuyển từ $BaSO_4$ sang S^{2-} ;
- 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 %.

7.13 Xác định hàm lượng clorua (Cl)

7.13.1 Nguyên tắc

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

7.13.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 1 g mẫu xi măng chính xác đến 0,0001 g trên cân có phân tích đã chuẩn bị theo điều 6 vào bình tam giác dung tích 500 ml, thêm vào 50 ml nước cất và 20 ml dung dịch axit nitric HNO_3 (1 + 4), đun nóng để hoà tan. Làm nguội, pha loãng với 200 ml nước. Thêm chính xác 5 ml dung dịch bạc nitrat $AgNO_3$ 0,1 N và 2 ml đến 3 ml dung dịch amoni sắt (III) sunfat $NH_4Fe(SO_4)_2$ và chuẩn độ lượng bạc nitrat dư bằng dung dịch amoni sunfoxyanua NH_4SCN tiêu chuẩn 0,1 N cho đến khi dung dịch xuất hiện màu nâu đỏ. Ghi thể tích sunfoxyanua 0,1 N tiêu thụ (V).

Làm song song một thí nghiệm trắng để hiệu chỉnh lượng ion clo có trong thuốc thử. Ghi thể tích sunfoxyanua 0,1 N tiêu thụ (V_0).

7.13.3 Tính kết quả

Hàm lượng clorua (Cl) tính bằng phần trăm, theo công thức:

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

trong đó

- V_0 là thể tích dung dịch tiêu chuẩn NH_4SCN 0,1 N tiêu thụ khi chuẩn mẫu trắng, tính bằng mililit;
- V là thể tích dung dịch tiêu chuẩn NH_4SCN 0,1 N tiêu thụ khi chuẩn mẫu thử, tính bằng mililit;
- 0,003546 là khối lượng clo (Cl) tương ứng với 1 ml dung dịch NH_4SCN 0,1 N, tính bằng gam;
- m là khối lượng mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam.

TCVN 141 : 2008

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

7.14 Xác định hàm lượng canxi oxit tự do

7.14.1 Nguyên tắc

Hoà tan vôi tự do trong xi măng bằng glycerin tạo thành canxi glyxerat. Chuẩn độ canxi glyxerat này bằng axit benzoic 0,1 N.

7.14.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 1 g mẫu xi măng chính xác đến 0,0001 g đã chuẩn bị theo điều 6 vào bình tam giác dung tích 250 ml đã được sấy khô, thêm vào 30 ml dung dịch rượu glycerin (điều 4.2.48) lắc đều. Nối bình với ống làm lạnh hồi lưu, đun sôi lăn tăn trên bếp điện, cho đến khi xuất hiện mầu hồng. Tháo bình ra và chuẩn độ ngay dung dịch nóng bằng dung dịch axit benzoic 0,1 N (điều 4.2.48) trong rượu cho đến khi mất mầu hồng. Lại lắp vào ống làm lạnh hồi lưu, đun sôi và sau đó chuẩn độ đến khi mầu hồng không xuất hiện lại sau từ 15 phút đến 20 phút đun sôi. Ghi thể tích axit benzoic 0,1 N tiêu thụ (V).

7.14.3 Tính kết quả

Hàm lượng canxi oxit tự do (CaO tự do) tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$\% \text{ CaO tự do} = \frac{V \times T}{m} \times 100$$

trong đó

V là thể tích dung dịch axit benzoic 0,1 N đã chuẩn độ, tính bằng mililit;

T là khối lượng CaO tương ứng với 1 ml dung dịch axit benzoic 0,1 N, 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 %.

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

7.15.1 Nguyên tắc

Mẫu sau khi phân huỷ thành dung dịch bằng hỗn hợp axit flohydric - axit sunfuric được phun vào ngọn lửa axetylen - không khí. Lần lượt đo cường độ vạch phổ hấp thụ nguyên tử tự do của nguyên tử kali ở bước sóng 768 nm và natri ở bước sóng 589 nm để từ đó tính ra hàm lượng nguyên tố theo phương pháp đồ thị chuẩn.

7.15.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 0,2 g mẫu xi măng chính xác đến 0,0001 g đã chuẩn bị theo điều 6 cho vào chén bạch kim. Thấm ướt mẫu bằng một ít nước, sau đó thêm lần lượt 2 ml dung dịch axit sunfuric (1 + 1), 10 ml dung dịch axit flohydric 40 %. Đun trên bếp điện đến thoát khí SO₃, lại thêm 5 ml dung dịch axit flohydric 40 %, lặp lại quá trình đun cho đến khi ngừng thoát khí SO₃.

Hòa tan mẫu vào trong cốc dung tích 100 ml bằng dung dịch axit clohydric (1 + 1) và nước cất, đun cho tan trong. Khuấy đều dung dịch và nhỏ từ từ dung dịch amoni hydroxit 25 % đến khi lọc mùi amoniác, đun đến 70 °C để đồng tụ kết tủa hydroxit. Chuyển kết tủa vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều.

Lọc dung dịch qua giấy lọc không tro chảy trung bình, phểu khô vào bình tam giác khô.

Lấy 10 ml dung dịch lọc cho vào bình định mức dung tích 100 ml thêm nước cất đến vạch mức lắc đều. Đo mật độ quang trên máy hấp thụ nguyên tử với nguồn bức xạ đơn sắc ở bước sóng 768 nm (cho kali) và 589 nm (cho natri). Tiến hành đồng thời với mẫu trắng.

7.15.3 Tính kết quả

Hàm lượng kali oxit (K_2O) hoặc natri oxit (Na_2O) trong mẫu, tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$K_2O \text{ (hoặc } Na_2O) = C_{vc} \times \frac{D_x \times V_{dm} \times K}{D_{vc} \times m} \times 10^{-4}$$

trong đó

C_{vc} là nồng độ nguyên tố phân tích tính theo oxit trong dung dịch chuẩn theo điều 4.2.49 và 4.2.51 tính bằng $\mu\text{g/ml}$;

D_{vc} là mật độ quang của dung dịch chuẩn tương ứng;

D_x là độ hấp thụ của dung dịch mẫu;

V_{dm} là thể tích định mức của dung dịch mẫu, tính bằng mililit;

K là hệ số pha loãng của dung dịch mẫu;

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 0,10 %.

7.16 Xác định hàm lượng kali oxit (K_2O) và natri oxit (Na_2O) hoà tan

7.16.1 Nguyên tắc

Hoà tan mẫu bằng axit clohydric loãng (chỉ có kali và natri có trong thành phần khoáng của xi măng trong trong axit clohydric loãng. Kali và natri có trong phụ gia không hoà tan trong axit clohydric loãng). Dung dịch được phun vào ngọn lửa axetylen – không khí, lần lượt đo cường độ vạch phổ hấp thụ của nguyên tử tự do của kali ở bước sóng 768 nm và natri ở bước sóng 589 nm ở trạng thái hơi, từ đó tính ra hàm lượng nguyên tố theo phương pháp đồ thị chuẩn.

7.16.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 0,2 g mẫu xi măng chính xác đến 0,0001 g đã chuẩn bị theo điều 6 cho vào cốc dung tích 100 ml, thêm 40 ml axit clohydric 10 %, khuấy đều, đậy mặt kính đồng hồ, đun sôi nhẹ trên bếp cách

TCVN 141 : 2008

cát trong 30 phút. Khuấy đều dung dịch và nhỏ từ từ dung dịch amoni hydroxit. Chuyển kết tủa vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều.

Lọc dung dịch qua giấy lọc không tro chảy trung bình, phểu khô vào bình tam giác khô.

Lấy 10 ml dung dịch lọc cho vào bình định mức dung tích 100 ml thêm nước cất đến vạch mức lắc đều. Đo độ hấp thụ trên máy hấp thụ nguyên tử ở bước sóng 768 nm (cho kali) và 589 nm (cho natri).

7.16.3 Tính kết quả

Theo điều 7.15.3.

Nếu không có máy hấp thụ nguyên tử có thể dùng máy quang phổ ngọn lửa theo Phụ lục A.

7.17 Xác định hàm lượng titan dioxit (TiO_2)

7.17.1 Nguyên tắc

Trong môi trường axit mạnh, titan IV tạo phức với diantipyrilmetan một phức chất màu vàng. Xác định hàm lượng titan dioxit bằng phương pháp so mẫu ở bước sóng khoảng 400 nm.

7.17.2 Cách tiến hành

Lấy 25 ml dung dịch A (điều 7.3.2 hoặc điều 7.4.2) cho vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm 10 ml axit ascorbic 5 % thêm tiếp 15 ml dung dịch HCl (1 + 1) lắc đều, để yên dung dịch khoảng 30 min.

Thêm vào bình 15 ml dung dịch thuốc thử diantipyrilmetan 2 %, thêm nước tới vạch định mức, lắc đều.

Sau 60 min đo độ hấp thụ quang của dung dịch ở bước sóng 390 nm đến 400 nm. Từ giá trị độ hấp thụ quang đo được, dựa vào đồ thị chuẩn tìm được hàm lượng titan dioxit có trong bình.

Làm song song một thí nghiệm trắng để hiệu chỉnh kết quả.

*** Lập đồ thị chuẩn**

Lấy 8 bình định mức dung tích 100 ml, lần lượt cho vào mỗi bình một thể tích dung dịch tiêu chuẩn titan làm việc ($\text{TiO}_2 = 0,05 \text{ mg/ml}$) theo thứ tự sau: 0 ml ; 2 ml; 4 ml; 6 ml; 8 ml; 10 ml; 12 ml và 14 ml, thêm 10 ml axit ascorbic 5 %, thêm tiếp 15 ml dung dịch HCl (1 + 1) lắc đều, để yên dung dịch khoảng 30 min.

Thêm vào bình 15 ml dung dịch thuốc thử diantipyrilmetan 2 %, thêm nước tới vạch định mức, lắc đều.

Sau 60 min đo độ hấp thụ quang của dung dịch ở bước sóng 390 nm đến 400 nm, dung dịch so sánh là dung dịch mẫu trắng (lấy từ thí nghiệm trắng).

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

7.17.3 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 trên đồ thị chuẩn, tính bằng gam;

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 0,04 %.

7.18 Xác định hàm lượng mangan oxit (MnO)

7.18.1 Nguyên tắc

Oxy hoá Mn^{2+} không mẫu thành MnO_4^- mẫu tím hồng bằng kali peiodat (KIO_4) hoặc axit peiodic (HIO_4), loại trừ ảnh hưởng của ion sắt (III) bằng axit photphoric. Xác định mangan oxit bằng phương pháp so màu ở bước sóng khoảng 525 nm.

7.18.2 Cách tiến hành

Hút 50 ml dung dịch A (điều 7.3.2 hoặc điều 7.4.2) cho vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm 10 ml axit photphoric (1 + 1) và 1,5 g kali peiodat (KIO_4). Đun sôi trên bếp cách thủy đến khi mẫu tím xuất hiện (nếu mẫu tím không xuất hiện, giảm nồng độ axit bằng cách thêm từ từ từng giọt amoni hydroxit (NH_4OH) 25 %). Tiếp tục đun sôi khoảng 30 min, để nguội đến nhiệt độ phòng, thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Đo độ hấp thụ quang của dung dịch ở bước sóng 525 nm trong cu vet 10 mm.

Làm song song một thí nghiệm trắng để hiệu chỉnh kết quả.

• Lập đồ thị chuẩn:

Lấy những lượng dung dịch tương ứng từ 1 đến 5 mg MnO cho vào bình định mức dung tích 100 ml; thêm 10 ml axit photphoric (1 + 1) và 1,5 g kali peiodat (KIO_4) ... tiến hành như trên. Đo độ hấp thụ quang của dung dịch ở bước sóng 525 nm. Dung dịch so sánh là dung dịch mẫu trắng (lấy từ thí nghiệm trắng).

7.18.3 Tính kết quả

Hàm lượng mangan oxit (MnO), tính bằng phần trăm, theo công thức:

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

trong đó

m_1 là lượng mangan oxit tìm được trên đồ thị chuẩn, tính bằng gam;

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

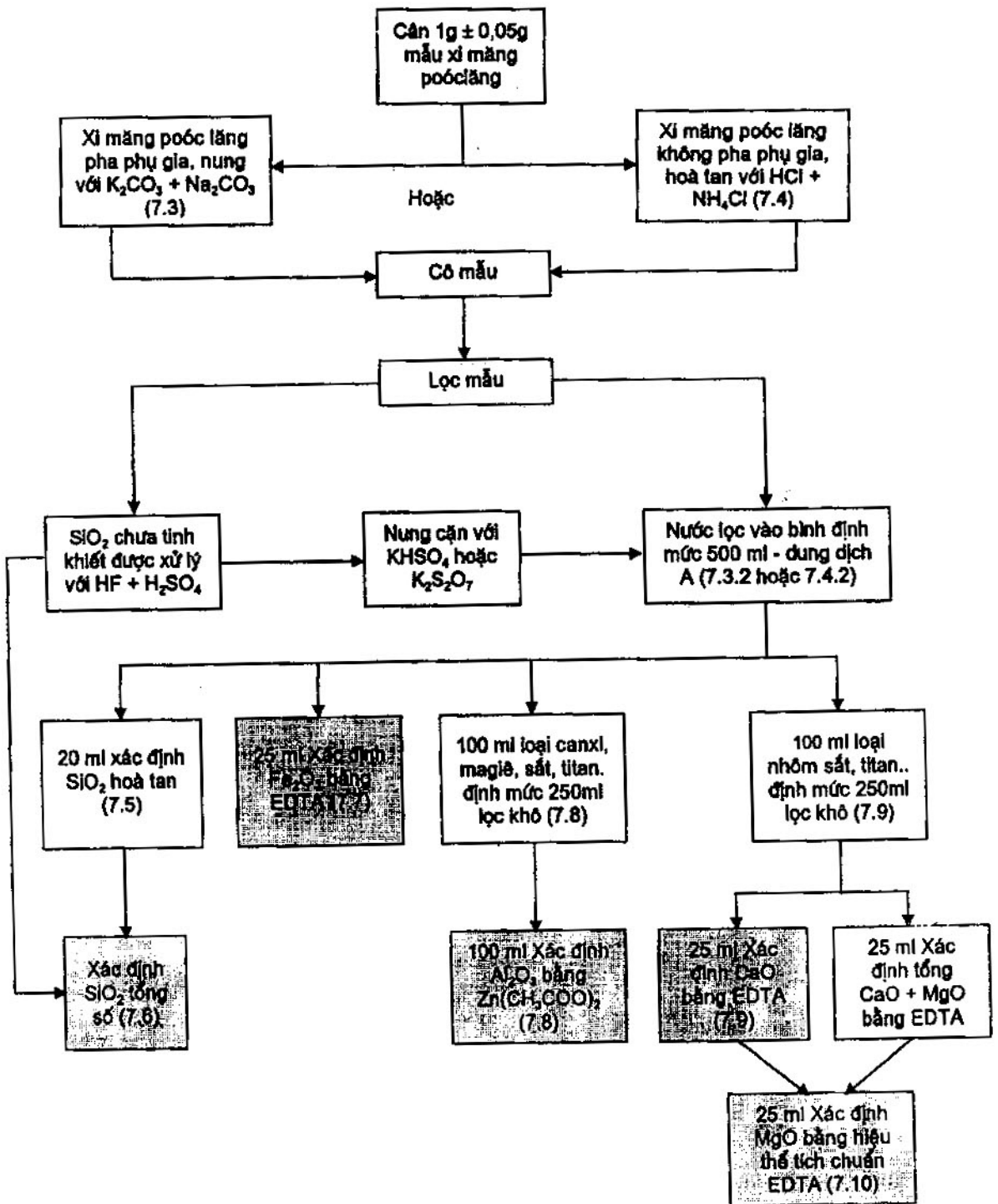
Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,04 %.

8. Báo cáo kết quả thử nghiệm

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

- tên tiêu chuẩn áp dụng;
- 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.

SƠ ĐỒ PHÂN TÍCH THÀNH PHẦN CHÍNH TRONG MẪU XI MĂNG POỐC LĂNG



Phụ lục A

(tham khảo)

Xác định hàm lượng kali oxit (K_2O), natri oxit (Na_2O) bằng máy quang phổ ngọn lửa

A.1 Nguyên tắc

Phân huỷ mẫu xi măng bằng hỗn hợp axit flohydric và axit sunfuric. Loại sắt, nhôm, titan, canxi, magiê bằng amoni hydroxit và amoni oxalat. Xác định kali và natri bằng máy quang phổ ngọn lửa ở bước sóng 598 nm (cho natri) và 758 nm (cho kali).

A.2 Thiết bị thử

Máy quang phổ ngọn lửa

A.3 Chuẩn bị thử

a/ Dung dịch natri tiêu chuẩn ($Na_2O = 1 \text{ mg/ml}$) (dung dịch A)

Hoà tan vào nước 1,8858 g muối natri clorua đã sấy ở nhiệt độ 110°C , chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1000 ml, thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Bảo quản trong bình nhựa.

* Dung dịch tiêu chuẩn làm việc Na_2O :

Lấy vào một loạt bình định mức dung tích 100 ml lần lượt các thể tích 2 ml; 4 ml; 6 ml; 8 ml; 10 ml; 12 ml; 14 ml và 16 ml của dung dịch A. Thêm nước đến vạch, lắc đều, thu được dung dịch chuẩn để làm việc có nồng độ tương ứng 0,002 mg/ml; 0,004 mg/ml; 0,006 mg/ml; 0,008 mg/ml; 0,010 mg/ml; 0,012 mg/ml; 0,014 mg/ml; 0,016 mg/ml của natri oxit tương ứng.

b/ Dung dịch kali tiêu chuẩn ($K_2O = 1 \text{ mg/ml}$) (dung dịch B)

Hoà tan vào nước 1,5835 g muối kali clorua đã sấy ở nhiệt độ 110°C , chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1 000 ml, thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Bảo quản trong bình nhựa.

* Dung dịch tiêu chuẩn làm việc K_2O :

Được tiến hành như dung dịch tiêu chuẩn làm việc Na_2O .

A.4 Cách tiến hành

Cân khoảng 0,25 g mẫu xi măng chính xác đến 0,0001 g đã chuẩn bị theo điều 6 vào chén bạch kim. Tẩm ướt mẫu bằng nước cất, thêm vào chén 1 ml axit sunfuric (1 + 1) và 10 ml axit flohydric 40 %. Đặt chén lên bếp điện cho bay hơi đến khô. Thêm tiếp vào chén 5 ml axit flohydric 40 % vào cho bay hơi đến ngừng bốc khói trắng.

Chuyển cặn còn lại trong chén bạch kim vào cốc thủy tinh bằng axit clohydric (1 + 1) và nước nóng, đun cho tan trong. Khuấy đều dung dịch và nhỏ từ từ amoni hydroxit 25 % đến có mùi amoniác, đun đến 70 °C để đông tụ kết tủa hydroxit. Lọc kết tủa hydroxit qua giấy lọc thô, rửa kết tủa từ 8 lần đến 10 lần bằng nước đun sôi, thu lấy nước lọc và nước rửa. Đun nước lọc, nước rửa rồi thêm vào đó từ 15 ml đến 20 ml dung dịch amoni oxalat bão hòa và từ 2 giọt đến 3 giọt amoni hydroxit 25 %. Để ấm dung dịch từ 3 đến 4 h, để nguội dung dịch, chuyển vào bình định mức 250 ml, thêm nước đến vạch, lắc đều. Lọc dung dịch qua giấy lọc không tro chảy trung bình, phểu khô vào bình tam giác khô.

Tiến hành xác định hàm lượng oxit kim loại trên máy quang phổ ngọn lửa theo phương pháp "Các dung dịch giới hạn". Đầu tiên xác định chỉ số điện kế dung dịch mẫu, sau đó xác định chỉ số điện kế của hai dung dịch chuẩn để phân tích trong đó một dung dịch có chỉ số điện kế lớn hơn, một dung dịch có chỉ số điện kế nhỏ hơn chỉ số điện kế của dung dịch mẫu (của từng oxit kim loại kiểm riêng biệt).

Khi xác định theo phương pháp "Đường chuẩn" cần phải tiến hành phân tích trong cùng điều kiện với đường chuẩn (đường chuẩn được thiết lập từ các dung dịch tiêu chuẩn làm việc của từng oxit kim loại kiểm riêng biệt).

Trước khi phân tích hàng loạt mẫu, cần kiểm tra lại một vài điểm trên đồ thị chuẩn bằng dung dịch chuẩn phân tích.

7.16.3 Tính kết quả

Hàm lượng kali oxit (K_2O) hoặc natri oxit (Na_2O), tính bằng phần trăm theo công thức:

$$\% K_2O \text{ (hoặc } Na_2O) = \frac{C \times V}{m} \times 100$$

trong đó

V là thể tích của bình định mức dùng để định mức dung dịch mẫu đem đo trên máy, tính bằng mililit;

C là nồng độ kali oxit hoặc natri oxit trong dung dịch mẫu đem đo trên máy, tính bằng mg/ml;

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

Giá trị C được tính bằng cách lập đồ thị theo các giá trị tương ứng của hai dung dịch chuẩn để phân tích (trong phương pháp các dung dịch giới hạn) trực tiếp là chỉ số điện kế, trực hoành là nồng độ dung dịch. Từ chỉ số điện kế của dung dịch mẫu xác định được giá trị C.

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