

TCVN 7947 : 2008

Xuất bản lần 1

**XI MĂNG ALUMIN –
PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH HOÁ HỌC**

Alumina cement – Methods of chemical analysis

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 7947 : 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 alumin – Phương pháp phân tích hoá học

Alumina cement – Methods of chemical analysis

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hoá học cho xi măng Alumin. Tiêu chuẩn này không áp dụng cho xi măng Alumin 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 141 : 2008 Xi măng poóc lăng - Phương pháp phân tích hoá học.

TCVN 7569 : 2007 Xi măng alumin.

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).

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

TCVN 7947 : 2008

3.3 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.

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

3.5 Khi xác định độ chuẩn hệ số nồng độ (K) của dung dịch, thì lấy kết quả trung bình cộng của ba kết quả xác định tiến hành song song cho từng phép xác định.

3.6 Việc xây dựng lại đồ thị chuẩn (cho phương pháp so màu; quang phổ hấp thụ nguyên tử...) tiến hành định kỳ theo khuyến cáo của nhà sản xuất thiết bị theo cách làm nêu trong tiêu chuẩn này.

3.7 Các chỉ tiêu phân tích được tiến hành trên mẫu thử được chuẩn bị theo điều 6.

3.8 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 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 quá giới hạn cho phép (được quy định riêng cho từng chỉ tiêu thử). Nếu nằm ngoài giới hạn cho phép thì phải tiến hành phân tích lại.

3.9 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.

4 Hoá chất – Thuốc thử

4.1 Hoá chất rắn, thuốc thử

4.1.1 Natri cacbonat (Na_2CO_3), khan.

4.1.2 Kali cacbonat (K_2CO_3), khan.

4.1.3 Natri tetraborat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) khan.

4.1.4 Kali pyrosunfat ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$) hoặc kali hydrosunfat (KHSO_4)

4.1.5 Hỗn hợp nung chảy 1: Trộn đều Na_2CO_3 (4.1.1) với $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ (4.1.3) theo tỷ lệ khối lượng 2 : 1, bảo quản trong bình nhựa kín.

4.1.6 Hỗn hợp nung chảy 2: Trộn đều Na_2CO_3 (4.1.1) với K_2CO_3 (4.1.2) và $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ (4.1.3) theo tỷ lệ khối lượng 1 : 1 : 1, bảo quản trong bình nhựa kín.

4.1.7 Amoni clorua (NH_4Cl) tinh thể.

4.1.8 Chỉ thị màu fluorexon 1 %:

Nghiền mịn và trộn đều 0,1 g fluorexon với 10 g kali clorua (KCl); bảo quản trong lọ thuỷ tinh 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 flohydric (HF), đậm đặc $d = 1,12$.
- 4.2.4** Axit sunfuric (H_2SO_4), đậm đặc $d = 1,84$.
- 4.2.5** Axit sunfuric (H_2SO_4), pha loãng (1+1).
- 4.2.6** Axit sunfuric (H_2SO_4), pha loãng (1+20).
- 4.2.7** Axit sunfuric (H_2SO_4), pha loãng (1+250).
- 4.2.8** Axit phosphoric (H_3PO_4) đậm đặc, $d = 1,71 \div 1,75$.
- 4.2.9** Axit axetic (CH_3COOH) đậm đặc, $d = 1,05 \div 1,06$.
- 4.2.10** Amoni hydroxit (NH_4OH) đậm đặc, $d = 0,88$.
- 4.2.11** Amoni hydroxit (NH_4OH), pha loãng (1+1).
- 4.2.12** Metanol (CH_3OH), $d = 0,792$ hoặc etanol (C_2H_5OH) $d = 0,789$.
- 4.2.13** Amoni molipdat ($(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 24H_2O$), dung dịch 5%: Hoà tan 25 g amoni molipdat vào 200 ml nước, đun nóng cho tan (nếu dung dịch đục thì phải lọc), thêm nước thành 500 ml. Thời hạn sử dụng không quá 28 ngày kể từ ngày pha chế.
- 4.2.14** Dung dịch khử: Hoà tan 15 g axit tatric ($H_2C_4H_4O_6$) và 1 g ascobic ($C_6H_8O_6$) trong 100 ml nước. Bảo quản trong bình thuỷ tinh màu. Dung dịch chỉ sử dụng trong 2 ngày đến 3 ngày.
- 4.2.15** Thiếc clorua ($SnCl_2$): Hoà tan 1 g thiếc hạt kim loại vào 50 ml axit clohydric đậm đặc, đun sôi nhẹ đến tan hết. Dung dịch sử dụng được trong 2 ngày đến 3 ngày.
- 4.2.16** Thuỷ ngân (II) clorua ($HgCl_2$), dung dịch 5 %.
- 4.2.17** Urotropin (hexametylen tetramin)($C_6H_{12}N_4$), dung dịch 30 %.
- 4.2.18** Urotropin (hexametylen tetramin)($C_6H_{12}N_4$), dung dịch 10%.
- 4.2.19** Natri florua (NaF), dung dịch 3 %.
- 4.2.20** Kali hydroxit (KOH), dung dịch 25 %.
- 4.2.21** Natri hydroxit (NaOH), dung dịch 30 %.
- 4.2.22** Natri hydroxit (NaOH), dung dịch 10 %.
- 4.2.23** Kali xyanua (KCN), dung dịch 5 %.
- 4.2.24** Axit sunfosalixylic, dung dịch 10 %.
- 4.2.25** Diantipyril metan, dung dịch 2 % :

TCVN 7947 : 2008

Hoà tan 20 g thuốc thử vào 300 ml nước đã có sẵn 25 ml axit sunfuric đậm đặc, thêm tiếp 2 g đến 3 g ascorbic ($C_6H_8O_6$), pha loãng thành 1 000 ml. Bảo quản trong chai thủy tinh màu.

4.2.26 Dung dịch đệm pH = 5,5: Hoà tan 100 ml axit axetic (4.2.9) vào 500 ml nước, khuấy cho tan. Thêm vào 100 ml amoni hydroxit (NH_4OH) đậm đặc (4.2.10), thêm nước thành 1 000 ml.

4.2.27 Hỗn hợp axit ($H_2SO_4 + H_3PO_4$): Hoà tan từ từ 150 ml axit sunfuric đậm đặc (4.2.4) vào 700 ml nước, để nguội rồi thêm vào 150 ml axit phosphoric (4.2.8), khuấy đều.

4.2.28 Dung dịch chỉ thị bari diphenylamin sunfonat 0,1%: Hoà tan 0,1 g thuốc thử bari diphenylamin sunfonat trong 100 ml nước.

4.2.29 Dung dịch chỉ thị phenolphthalein 0,1 % : Hoà tan 0,1 g chỉ thị trong 100 ml etanol.

4.2.30 Dung dịch chỉ thị xylenol da cam 0,1 %: Hoà tan 0,1 g thuốc thử xylenol da cam trong 100 ml nước.

4.2.31 Dung dịch EDTA 0,01 %: Hoà tan 10 g muối dinatri etylen diamin tetra axetic axit dihydrat ($Na_2H_{14}C_{10}O_8N_2 \cdot 2H_2O$) trong 200 ml đến 300 ml nước, đun nhẹ và khuấy đến tan trong. Để nguội và thêm nước thành 1 000 ml.

4.2.32 Dung dịch EDTA tiêu chuẩn 0,01M: Pha từ ống fixanal.

4.2.33 Dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat $Zn(CH_3COO)_2$ 0,015M:

Hoà tan khoảng 3,4g đến 3,5 g $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ vào 200 ml nước, thêm vào 2 ml axit axetic đậm đặc, đun đến tan trong, để nguội, chuyển vào bình định mức dung tích 1 000 ml, thêm nước đến vạch, lắc đều.

* Xác định hệ số nồng độ (K) của dung dịch kẽm axetat 0,015M:

Lấy 20 ml dung dịch EDTA 0,01M (4.2.32) vào cốc dung tích 100 ml, thêm nước đến thể tích khoảng 50 ml rồi thêm vào 10 ml dung dịch đệm pH= 5,5 (4.2.26) và 1 đến 2 giọt chỉ thị xylenol da cam (4.2.30). Đun nóng dung dịch đến khoảng 60 °C – 70 °C. Dùng dung dịch kẽm axetat pha được chuẩn độ dung dịch trong cốc đến khi dung dịch chuyển từ màu vàng sang màu hồng. Ghi thể tích dung dịch kẽm axetat tiêu thụ (V_{Zn}).

Hệ số K được tính theo công thức:

$$K = \frac{1,5 \times V_{EDTA}}{V_{ZN}}$$

trong đó

V_{EDTA} là thể tích dung dịch EDTA 0,01M lấy để chuẩn độ, tính bằng mililit;

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

4.2.34 Dung dịch tiêu chuẩn $K_2Cr_2O_7$ 0,05N: pha từ ống fixanal.

4.2.35 Dung dịch tiêu chuẩn gốc - silic dioxit (SiO_2 = 0,400 mg/ml):

Nung chảy 0,2 g silic dioxit (đã được nung ở $1\,000\,^{\circ}\text{C} \pm 50\,^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi) trong chén bạch kim với 3 đến 4 g hỗn hợp nung chảy 1 trong lò ở nhiệt độ $950\,^{\circ}\text{C} \pm 50\,^{\circ}\text{C}$ trong thời gian 30 min đến 40 min. Để nguội, chuyển khối nung chảy vào cốc đã có sẵn 200 ml nước và 10 g natri hydroxit, đun tới tan trong. Để nguội, chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức dung tích 500 ml, thêm nước tới vạch mức, lắc đều. Bảo quản dung dịch trong bình nhựa kín.

Dung dịch tiêu chuẩn làm việc ($\text{SiO}_2 = 0,020\text{ mg/ml}$): Lấy 25 ml dung dịch tiêu chuẩn gốc vào bình định mức dung tích 500 ml, thêm nước tới vạch mức, lắc đều. Dung dịch chỉ sử dụng trong ngày.

* Xây dựng đồ thị chuẩn:

Lấy 11 bình định mức dung tích 100 ml, cho vào mỗi bình lần lượt 0 ml; 1,0 ml; 2,0 ml; 4,0 ml; 6,0 ml; 8,0 ml; 10,0 ml; 12,0 ml; 16,0 ml; 20,0 ml; 25,0 ml dung dịch silic dioxit làm việc ($\text{SiO}_2 = 0,020\text{ mg/ml}$). Dùng ống đong thêm vào các bình khoảng 40 ml dung dịch axit sunfuric (1+250) (4.2.7). Sau đó thêm vào 10 ml dung dịch amoni molipdat 5 % (4.2.13), lắc đều (thời điểm 0). Sau 20 min thêm 5ml dung dịch khử (4.2.14) và dùng dung dịch axit sunfuric (1+ 250) (4.2.7) định mức thành 100 ml, lắc đều. Sau 30 min, tiến hành đo mật độ quang của các dung dịch mẫu ở bước sóng $\lambda = 800\text{ nm} - 820\text{ nm}$, dung dịch so sánh là mẫu trắng.

Từ hàm lượng SiO_2 trong từng bình và giá trị độ hấp thụ quang tương ứng, xây dựng đồ thị chuẩn.

4.2.36 Dung dịch tiêu chuẩn gốc sắt (III) oxit ($\text{Fe}_2\text{O}_3 = 0,250\text{ mg/ml}$):

Hoà tan 0,25 g sắt (III) oxit sấy khô ở nhiệt độ $105\,^{\circ}\text{C} \pm 5\,^{\circ}\text{C}$ vào cốc đã có sẵn 50 ml axit clohydric (1+1), đun nhẹ đến tan trong. Để nguội và chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức dung tích 1 000 ml, thêm nước tới vạch mức, lắc đều.

Dung dịch tiêu chuẩn làm việc ($\text{Fe}_2\text{O}_3 = 0,050\text{ mg/ml}$): Lấy 50 ml dung dịch tiêu chuẩn gốc vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm nước tới vạch mức, lắc đều.

* Xây dựng đồ thị chuẩn:

Lấy 11 bình định mức dung tích 100 ml, cho vào mỗi bình lần lượt 0,0 ml; 1,0 ml; 2,0 ml; 4,0 ml; 6,0 ml; 8,0 ml; 10,0 ml; 12,0 ml; 16,0 ml; 20,0 ml; 25,0 ml dung dịch sắt (III) oxit làm việc ($\text{Fe}_2\text{O}_3 = 0,050\text{ mg/ml}$). Thêm nước đến thể tích khoảng 50 ml, thêm tiếp 10 ml dung dịch axit sunfosalixylic 10 % , sau đó thêm từng giọt amoniac (1+1) cho đến khi dung dịch chuyển sang màu vàng, cho dư thêm khoảng 1ml nữa. Thêm nước đến vạch định mức, lắc đều.

Sau khoảng 15 min đến 20 min tiến hành đo độ hấp thụ quang của dung dịch ở bước sóng $\lambda = 420\text{ nm} - 430\text{ nm}$. Dung dịch so sánh là mẫu trắng.

Xây dựng đồ thị chuẩn từ lượng sắt (III) oxit có trong mỗi bình và giá trị độ hấp thụ quang tương ứng.

4.2.37 Dung dịch tiêu chuẩn gốc - titan dioxit ($\text{TiO}_2 = 0,100\text{ mg/ml}$):

TCVN 7947 : 2008

Cân 0,3005 g dikali hexafluorotitan (K_2TiF_6) đã sấy khô ở nhiệt độ $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ vào chén bạch kim, thêm từ 10 ml đến 15 ml dung dịch axit sunfuric (1+1) (4.2.6) làm bay hơi trên bếp đến khô, thêm tiếp 5 ml axit sunfuric (1+1) (4.2.6) 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 (1+20), thêm vào cốc 5 ml axit sunfuric (1+1) nữa và đun tới sôi. Chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1 000 ml, dùng axit sunfuric (1+20) định mức, lắc đều.

Dung dịch tiêu chuẩn làm việc ($TiO_2 = 0,040\text{ mg/ml}$): Lấy 100 ml dung dịch tiêu chuẩn gốc vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm axit sunfuric (1+20) tới vạch mức, lắc đều.

4.2.38 Dung dịch tiêu chuẩn gốc – Natri oxit ($Na_2O = 0,200\text{ mg/ml}$):

Hoà tan 0,3772 g natri clorua (NaCl) đã sấy khô ở nhiệt độ $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ vào nước, chuyển vào bình định mức dung tích 1 000 ml, thêm nước tới vạch mức, lắc đều. Bảo quản trong bình polyetylen.

Dung dịch tiêu chuẩn làm việc ($Na_2O = 0,010\text{ mg/ml}$): Lấy 25 ml dung dịch tiêu chuẩn gốc vào bình định mức dung tích 500 ml, thêm nước tới vạch mức, lắc đều.

4.2.39 Dung dịch tiêu chuẩn gốc – Kali oxit ($K_2O = 0,200\text{ mg/ml}$):

Hoà tan 0,3166 g kali clorua (KCl) đã sấy khô ở nhiệt độ $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ vào nước, chuyển vào bình định mức dung tích 1 000 ml, thêm nước tới vạch mức, lắc đều. Bảo quản trong bình polyetylen.

Dung dịch tiêu chuẩn làm việc ($K_2O = 0,010\text{ mg/ml}$): Lấy 25 ml dung dịch tiêu chuẩn gốc vào bình định mức dung tích 500 ml, thêm nước tới vạch mức, lắc đều.

4.2.40 Dung dịch tiêu chuẩn gốc – Magiê oxit ($MgO = 1\text{ }000\text{ }\mu\text{g/ml}$):

Hoà tan 1,000 0g magiê oxit (MgO) (đã được nung ở nhiệt độ $1\text{ }000\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi) vào cốc đã có sẵn 40 ml axit clohydric (1+1), đun nhẹ đến tan trong. Để nguội và chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức dung tích 1 000 ml, thêm nước tới vạch mức, lắc đều.

Dung dịch tiêu chuẩn làm việc ($MgO = 10\text{ }\mu\text{g/ml}$): Lấy 5 ml dung dịch tiêu chuẩn gốc vào bình định mức dung tích 500 ml, thêm nước tới vạch mức, lắc đều.

* Xây dựng đồ thị chuẩn:

Lấy 11 bình định mức dung tích 100 ml, lần lượt thêm các thể tích dung dịch tiêu chuẩn magiê oxit làm việc ($MgO = 10\text{ }\mu\text{g/ml}$) (4.2.41) theo thứ tự: 0,0 ml; 1,0 ml; 2,0 ml; 3,0 ml; 4,0 ml; 6,0 ml; 8,0 ml; 10,0 ml; 12,0 ml; 14,0 ml; 16,0 ml. Lượng magiê oxit trong các bình này lần lượt là 0 μg ; 10 μg ; 20 μg ; 30 μg ; 40 μg ; 60 μg ; 80 μg ; 100 μg ; 120 μg ; 140 μg và 160 μg , thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

Thực hiện thao tác đo magiê trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử như đã thực hiện ở phần trên, dùng dung dịch trong bình không chứa magiê làm dung dịch so sánh. Ghi giá trị đo của từng bình. Từ lượng magiê oxit trong mỗi bình và giá trị đo được trên máy tương ứng, xây dựng đồ thị chuẩn.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

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

5.3 Lò nung đạt nhiệt độ $1\ 000\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ.

5.4 Chén bạch kim dung tích 30 ml hoặc 50 ml.

5.5 Bình hút ẩm dùng cho phân tích

5.6 Giấy lọc định lượng không tro các loại :

- loại chảy nhanh (đường kính lỗ trung bình khoảng $20\text{ }\mu\text{m}$).
- loại chảy trung bình (đường kính lỗ trung bình khoảng $7\text{ }\mu\text{m}$).
- loại chảy chậm (đường kính lỗ trung bình khoảng $2\text{ }\mu\text{m}$).

5.7 Giấy pH

5.8 Chày, cối bằng mã não.

5.9 Máy cất nước.

5.10 Tủ hút hơi độc.

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

5.12 Bình định mức, dung tích 25 ml, 100 ml, 200 ml, 250 ml, 500 ml, 1 000 ml.

5.13 Pipet, dung tích 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml, 25 ml, 50 ml.

5.14 Buret 10 ml và 25 ml, có vạch chia chính xác đến 0,05 ml hoặc 0,1 ml.

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

5.16 Cốc, bình tam giác các loại bằng thủy tinh

5.17 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.

5.18 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử có trang bị thích hợp để xác định kali, natri và magiê.

6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

6.1 Lấy mẫu

Mẫu thử dùng cho phân tích hoá học được lấy theo các quy định về lấy và chuẩn bị mẫu theo TCVN 4787 : 2001.

TCVN 7947 : 2008

6.2 Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu thử đưa tới phòng thí nghiệm được đổ trên tờ giấy láng, trải thành lớp mỏng. Dùng phương pháp chia tư lấy khoảng 25 g, nghiền nhỏ trên cối mã não thành bột mịn (cỡ hạt 0,063 mm) để 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.

Sấy mẫu phân tích ở nhiệt độ $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi.

7 Phương pháp thử

7.1 Xác định hàm lượng mất khi nung

Thực hiện theo điều 7.1 của TCVN 141 : 2008.

7.2 Phân giải mẫu

Các phép phân tích được thực hiện sau khi mẫu xi măng đã được phân huỷ hoàn toàn.

7.2.1 Với mẫu có hàm lượng Al_2O_3 không nhỏ hơn 68,0 % và hàm lượng SiO_2 không lớn hơn 2,0 %

Cân 0,2 g mẫu chính xác đến 0,0001 g cho vào chén bạch kim, đã có sẵn 3 g đến 4 g hỗn hợp nung chảy 1 (4.1.5). Phủ lên trên thêm một lớp hỗn hợp nung chảy nữa (khoảng 2 g) rồi nung phân huỷ mẫu ở nhiệt độ $1\,000^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$. Sau khoảng 30 đến 40 min lấy chén ra, lắc nhẹ khối chảy trong chén chừng 1 min rồi cho lại chén vào lò và nung tiếp 15 min nữa. Lấy chén khỏi lò khi hỗn hợp còn chảy lỏng, nghiêng thành chén và xoay tròn nhẹ chén để hỗn hợp chảy bám thành một lớp mỏng trên thành chén, để nguội. Cho chén vào cốc thuỷ tinh dung tích 250 ml đã có sẵn 100 ml axit sunfuric (1+20) (4.2.6), nghiêng chén bạch kim để ngâm mẫu trong axit 15 min. Đun nhẹ dung dịch trong cốc để làm tan mẫu, sau khi mẫu tan hết, dùng HCl (1+1) (4.2.2) rửa sạch chén bạch kim. Làm nguội dung dịch và chuyển vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm nước đến vạch, lắc đều (Dung dịch A).

Dung dịch này dùng để xác định các thành phần silic dioxit, sắt (III) oxit, nhôm oxit, canxi oxit, magiê oxit và titan dioxit có trong mẫu có hàm lượng Al_2O_3 không nhỏ hơn 68,0 % và hàm lượng SiO_2 không lớn hơn 1,0 %. (Sơ đồ 1)

7.2.2 Với mẫu có hàm lượng Al_2O_3 từ 32,0 % đến 68,0 %

Cân 0,5 g mẫu chính xác đến 0,0001 g cho vào chén bạch kim, đã có sẵn từ 3 g đến 4 g hỗn hợp nung chảy 2 (4.1.6). Phủ lên trên thêm một lớp hỗn hợp nung chảy nữa (khoảng 2 g) rồi nung phân huỷ mẫu ở nhiệt độ $1\,000^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$. Sau khoảng 30 đến 40 min lấy chén ra, lắc nhẹ khối chảy trong chén chừng 1 min rồi cho lại chén vào lò và nung tiếp 15 min nữa. Lấy chén ra để nguội, dùng dung dịch axit HCl (1+1) (4.2.2) để chuyển toàn bộ khối nung chảy vào bát sứ và rửa sạch chén bạch kim. Hoà tan khối chảy bằng 20 ml axit clohydric đậm đặc (4.2.1). Sau khi hoà tan khối chảy bằng axit clohydric,

thành phần silic dioxit và tạp chất sẽ được xử lý bằng axit flohydric và axit sunfuric để chuyển silic về dạng dễ bay hơi. Nung phần cặn còn lại với kali pyrosunfat, hoà tan thành dung dịch trong suốt và gộp với nước lọc tách silic, định mức thành 500 ml. Sử dụng phần nước lọc này để định lượng phần silic dioxit hoà tan, sắt (III) oxit, titan dioxit, nhôm oxit, canxi oxit và magiê oxit. (Sơ đồ 2).

7.3 Xác định hàm lượng silic dioxit

7.3.1 Xác định hàm lượng silic dioxit bằng phương pháp so màu

Phương pháp này áp dụng cho mẫu có hàm lượng SiO_2 không lớn hơn 2 %.

7.3.1.1 Nguyên tắc

Trong môi trường axit sunfuric ($\text{pH} = 1,0 - 1,5$), Si^{4+} tác dụng với amoni molipdat tạo thành phức màu vàng (hợp chất của Mo^{6+}). Dùng axit ascorbic khử phức này về dạng màu xanh (hợp chất của Mo^{5+}). Đo độ hấp thụ quang của dung dịch phức màu xanh ở bước sóng $\lambda = 800 \text{ nm} - 820 \text{ nm}$ hay dùng kính lọc màu đỏ.

7.3.1.2 Cách tiến hành

Lấy 20 ml dung dịch A (7.2.1) vào bình định mức dung tích 100 ml, dùng ống đong khoảng 40ml dung dịch axit sunfuric (1+ 250) (4.2.7). Sau đó thêm vào 10 ml dung dịch amoni molipdat 5 % (4.2.13), lắc đều (thời điểm 0). Sau 20 min thêm tiếp 5 ml dung dịch khử (4.2.14) và dùng dung dịch axit sunfuric (1+ 250) (4.2.7) định mức thành 100 ml, lắc đều. Sau 30 min, tiến hành đo mật độ quang của dung dịch mẫu ở bước sóng $\lambda = 800 \text{ nm} - 820 \text{ nm}$, dung dịch so sánh là mẫu trắng. Ghi giá trị mật độ quang đo được. Từ đồ thị chuẩn (4.2.35), tìm số gam SiO_2 tương ứng.

7.3.1.3 Tính kết quả

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

$$\text{SiO}_2 = \frac{m \times 100}{m_x}$$

trong đó

m là khối lượng SiO_2 tìm được trên đồ thị chuẩn, tính bằng gam;

m_x là khối lượng mẫu có trong dung dịch lấy đem xác định silic dioxit, tính bằng gam.

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

7.3.2 Xác định hàm lượng silic dioxit tổng số

Phương pháp này áp dụng cho mẫu có hàm lượng SiO_2 lớn hơn 2,0 %.

7.3.2.1 Nguyên tắc

TCVN 7947 : 2008

- Tách loại ion Bo bằng metanol (hoặc etanol) ở dạng metyl borac (hoặc etyl borac) và cô cạn dung dịch mẫu thử để tách loại silic ở dạng không tan trong axit vô cơ; nung kết tủa ở nhiệt độ $1\ 000\ ^\circ\text{C} \pm 50\ ^\circ\text{C}$ rồi xử lý bằng dung dịch axit flohydric để loại silic ở dạng chất dễ bay hơi (silic tetraflorua), xác định được “lượng silic dioxit chủ yếu” có trong mẫu.
- Lượng silic dioxit còn lại trong dung dịch được xác định theo phương pháp so màu.
- Lượng silic dioxit có trong mẫu là tổng số lượng silic dioxit xác định theo cả hai cách.

7.3.2.2 Cách tiến hành

7.3.2.2.1 Xác định “lượng silic dioxit chủ yếu” có trong mẫu bằng phương pháp khối lượng

Thêm khoảng 20 ml metanol (4.2.12) vào bát sứ có chứa dung dịch mẫu đã phân huỷ (7.2.2), khuấy đều và cô lên bếp cách thuỷ hoặc cách cát. Khi mẫu hơi sền sệt, thêm vào bát 5ml axit clohydric đậm đặc và 20 ml metanol nữa, khuấy đều và cô đến khô.

Khi các chất trong bát sứ gần khô kiệt, dùng đũa thuỷ tinh dầm nát các hạt muối mới tạo thành. Sau khi mẫu khô, tiếp tục cô mẫu thêm khoảng 1 h đến 1,5 h đến khô kiệt.

Làm nguội bát sứ, thêm vào 15 ml axit clohydric đậm đặc, để 10 min cho ngấm. Thêm tiếp khoảng 80 ml nước, đun sôi và khuấy cho tan muối.

Lọc dung dịch qua giấy lọc chảy trung bình, phần nước lọc thu vào bình định mức dung tích 500 ml. Dùng nước cất nóng rửa sạch bát sứ và giấy lọc đến hết axit (thử bằng giấy pH). Cho giấy lọc có chứa kết tủa vào chén bạch kim rồi đốt cháy giấy lọc trên bếp điện. Nung chén và kết tủa ở nhiệt độ $1\ 000\ ^\circ\text{C} \pm 50\ ^\circ\text{C}$ trong khoảng 1 h đến 1,5 h. Làm nguội chén bạch kim trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân. Lặp lại quá trình nung ở nhiệt độ trên khoảng 15 min, làm nguội và cân đến khi thu được khối lượng không đổi (m_1).

Tắm ướt kết tủa trong chén bằng vài giọt nước, thêm vào chén 3 giọt đến 4 giọt axit sunfuric (1+1) (4.2.5) và 10 ml axit flohydric đậm đặc (4.2.3), làm bay hơi chất chứa trong chén trên bếp điện đến khô. Thêm tiếp vào chén 3 ml đến 4 ml axit flohydric nữa, tiếp tục làm bay hơi trên bếp điện đến khi không còn khói trắng. Nung lại chén bạch kim và cạn ở nhiệt độ $1\ 000\ ^\circ\text{C} \pm 50\ ^\circ\text{C}$ trong khoảng 30 min đến khối lượng không đổi. Lấy chén ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân (m_2).

Nung cạn còn lại trong chén bạch kim với khoảng 2 g đến 3 g kali pyrosunfat (4.1.4) ở nhiệt độ $750\ ^\circ\text{C} \pm 50\ ^\circ\text{C}$ đến tan trong. Làm nguội chén bạch kim và hoà tan khối chảy trong cốc thuỷ tinh đã có 50 ml nước và 10 ml axit clohydric đậm đặc, đun tới tan trong rồi làm nguội và gộp dung dịch này với phần nước lọc có trong bình định mức dung tích 500 ml ở trên, thêm nước đến vạch mức, lắc đều, thu được dung dịch B. Dung dịch này dùng để xác định các thành phần silic dioxit hoà tan, sắt (III) oxit, nhôm oxit, canxi oxit, magiê oxit và titan dioxit có trong mẫu xi măng alumin có hàm lượng Al_2O_3 trong khoảng 32,0 % đến 68,0 %.

7.3.2.2.2 Xác định lượng silic dioxit còn lại trong dung dịch bằng phương pháp so màu

Lấy 20 ml dung dịch B (7.3.2.2.1) và tiến hành xác định lượng silic dioxit hoà tan trong dung dịch bằng phương pháp so màu như ở điều 7.3.1.1.

7.3.2.3 Tính kết quả

7.3.2.3.1 Hàm lượng silic dioxit (SiO_2) chủ yếu có trong mẫu, 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 và kết tủa trước khi xử lý bằng axit flohydric (HF), tính bằng gam;

m_2 là khối lượng chén và kết tủa sau khi xử lý bằng axit flohydric (HF), tính bằng gam;

m là khối lượng mẫu có trong dung dịch lấy để phân tích, tính bằng gam.

7.3.2.3.2 Hàm lượng silic dioxit (SiO_2) hoà tan (còn lại) có trong dung dịch tính theo công thức điều 7.3.1.3 của tiêu chuẩn này.

7.3.2.3.3 Hàm lượng silic dioxit tổng số bằng tổng các hàm lượng tính toán được trong các điều 7.3.2.3.1 và 7.3.2.3.2 của tiêu chuẩn này.

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

7.4 Xác định hàm lượng sắt (III) oxit**7.4.1 Xác định hàm lượng sắt (III) oxit bằng phương pháp so màu**

Phương pháp này áp dụng cho mẫu có hàm lượng Fe_2O_3 không lớn hơn 2,5 %.

7.4.1.1 Nguyên tắc

Trong môi trường amoniac, ion Fe^{3+} tạo với thuốc thử axit sunfosalixylic phức chất màu vàng, có cực đại hấp thụ tại bước sóng $\lambda = 420 \text{ nm} - 430 \text{ nm}$, cường độ màu của phức tỷ lệ với nồng độ Fe^{3+} có trong dung dịch.

7.4.1.2 Cách tiến hành

Tuỳ thuộc vào lượng Fe^{3+} có trong dung dịch, lấy một thể tích xác định (25 ml; 20 ml hoặc 10 ml) của dung dịch A (7.2.2.1) hoặc dung dịch B (7.3.2.2) vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm nước đến thể tích khoảng 50 ml, thêm tiếp 10 ml axit sunfosalixylic 10 % (4.2.24), sau đó thêm từng giọt amoniac (1+1) (4.2.11) cho đến khi dung dịch chuyển sang màu vàng, cho dư thêm khoảng 1 ml nữa. Thêm nước đến vạch định mức, lắc đều.

TCVN 7947 : 2008

Sau khoảng 15 min đến 20 min tiến hành đo mật độ quang của dung dịch ở bước sóng $\lambda = 420 \text{ nm} - 430 \text{ nm}$. Từ giá trị độ hấp thụ quang đo được, dựa vào đồ thị chuẩn (4.2.38), tìm được lượng sắt (III) oxit có trong bình.

7.4.1.3 Tính kết quả

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

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

trong đó

m_x là khối lượng Fe_2O_3 tìm được trên đường chuẩn, tính bằng gam;

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

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

7.4.2 Xác định hàm lượng sắt (III) oxit bằng phương pháp chuẩn độ oxi hoá khử

Phương pháp này áp dụng cho mẫu có hàm lượng Fe_2O_3 lớn hơn 2,5 %.

7.4.2.1 Nguyên tắc

Khử sắt Fe^{+3} trong dung dịch đến sắt Fe^{+2} bằng Sn^{+2} . Sau đó chuẩn độ Fe^{+2} bằng dung dịch kalidicromat tiêu chuẩn với chỉ thị bari diphenylamin sunfonat, kết thúc chuẩn độ khi dung dịch chuyển sang màu tím xanh.

7.4.2.2 Cách tiến hành

Lấy 200 ml dung dịch B (7.3.2.2.1) vào cốc thuỷ tinh dung tích 250 ml. Cô cạn dung dịch trên bếp điện hay bếp cách cát đến thể tích khoảng 25 ml đến 30 ml. Nhỏ từ từ từng giọt SnCl_2 (4.2.15) vào dung dịch đang nóng cho đến khi dung dịch hết màu vàng, cho dư thêm 1 giọt nữa. Pha loãng ngay dung dịch bằng nước đến thể tích khoảng 100 ml, thêm tiếp 5 ml thủy ngân (II) clorua 5 % (4.2.16), dung dịch có kết tủa trắng vân lụa. (Nếu trường hợp dung dịch không có kết tủa trắng vân lụa, hoặc kết tủa vón màu xám thì phải tiến hành lại). Thêm vào 15 ml hỗn hợp axit ($\text{H}_3\text{PO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$) (4.2.27) và 4 - 5 giọt chỉ thị bari diphenylamin sunfonat (4.2.28)

Chuẩn độ dung dịch bằng $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,05N đến khi dung dịch có màu tím xanh bền trong 30 s. Ghi thể tích dung dịch $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ tiêu thụ (V) .

7.4.2.3 Tính kết quả

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

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{0,0039925 \times V}{m} \times 100$$

trong đó

0,0039925 là số gam Fe_2O_3 ứng với 1 ml dung dịch $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,05N;

V là thể tích dung dịch $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,05 N tiêu thụ, tính bằng mililit;

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

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

7.5 Xác định hàm lượng nhôm oxit

7.5.1 Nguyên tắc

Tách nhôm khỏi các thành phần khác rồi cho Al^{3+} tạo phức với EDTA dư ở pH = 5,5. Chuẩn độ lượng dư EDTA bằng dung dịch kẽm axetat với chỉ thị xylenol da cam (lần thứ nhất). Cho natri

florua (NaF) tác dụng với phức chất của nhôm để đẩy ra một lượng EDTA tương ứng với nhôm. Chuẩn độ (lần thứ hai) lượng EDTA bị đẩy ra bằng dung dịch kẽm axetat tiêu chuẩn, từ đó tính ra hàm lượng nhôm oxit có trong mẫu.

7.5.2 Cách tiến hành

7.5.2.1 Với mẫu có hàm lượng Fe_2O_3 không lớn hơn 2,5 %.

Lấy 20 ml dung dịch A (7.2.1) hoặc 25 ml dung dịch B (7.3.2.2.1) vào cốc thuỷ tinh dung tích 250 ml, thêm khoảng 1 g - 2 g amoni clorua (4.1.7), đun nóng dung dịch, trung hoà bằng amoni hydroxit (1+1) (4.2.11) đến khi bắt đầu xuất hiện kết tủa hydroxit, hoà tan kết tủa trở lại bằng 1 - 2 giọt axit clohydric (1+1) (4.2.2). Thêm từ từ 30 ml dung dịch urotropin 30 % (4.2.17) rồi đun nóng dung dịch đến gần sôi. Lọc nóng dung dịch chứa kết tủa qua giấy lọc chảy nhanh, rửa cốc và kết tủa khoảng 5 - 7 lần bằng dung dịch urotropin 10% (4.2.18). Hoà tan trở lại kết tủa có trên phễu lọc bằng axit clohydric (1+1) vào cốc, rửa bằng nước nóng đến hết phản ứng axit (thử bằng giấy pH).

Thêm vào phần nước lọc thu được khoảng 20 ml dung dịch EDTA 0,01 % (4.2.31), thêm tiếp khoảng 1 đến 2 giọt chỉ thị phenolphthalein 0,1% (4.2.29). Dùng dung dịch natri hydroxit 10 % (4.2.22) và dung dịch axit clohydric (1+1) điều chỉnh dung dịch tới môi trường trung tính (dung dịch mất màu hồng), thêm tiếp khoảng 15 ml dung dịch đệm pH = 5,5 (4.2.26).

Đun nóng dung dịch đến khoảng 60 °C – 70 °C, thêm vài giọt chỉ thị xylenol da cam (4.2.30) và dùng dung dịch kẽm axetat tiêu chuẩn 0,015M (4.2.33) chuẩn độ đến khi dung dịch chuyển từ màu vàng sang hồng (lần thứ nhất).

Thêm tiếp vào cốc khoảng 15 ml dung dịch NaF 3 % (4.2.19), đun sôi dung dịch khoảng 3 min, để nguội tới khoảng 60 °C – 70 °C rồi chuẩn độ lại (lần thứ hai) bằng dung dịch kẽm axetat tiêu chuẩn 0,015 M đến khi dung dịch chuyển từ màu vàng sang màu hồng. Ghi thể tích dung dịch tiêu thụ khi chuẩn độ lần thứ hai (V_{Zn}).

TCVN 7947 : 2008

7.5.2.2 Với mẫu có hàm lượng Fe_2O_3 lớn hơn 2,5 %

Lấy 50 ml dung dịch B (7.3.2.2.1) và tiến hành tách loại $\text{Me}(\text{OH})_3$ bằng urotropin rồi hoà tan các kết tủa $\text{Me}(\text{OH})_3$ bằng HCl (1+1) trở lại cốc như đã nêu trong (7.5.2.1).

Thêm vào phần nước lọc thu được khoảng 50 ml natri hydroxit 30 % (4.7.21), đun sôi dung dịch 5 min. Làm nguội và chuyển 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 khô; dung dịch lọc này dùng để xác định nhôm theo cách tiến hành sau:

Lấy 100 ml dung dịch vào cốc thuỷ tinh dung tích 250 ml, thêm khoảng 20 ml dung dịch EDTA 0,01 % (4.2.31) rồi điều chỉnh môi trường và tiến hành chuẩn độ xác định hàm lượng nhôm oxit ở $\text{pH} = 5,5$ như các thao tác sau khi thêm EDTA 0,01 % của điều 7.5.2.1.

7.5.2.3 Tính kết quả

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

$$\text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{0,0007647 \times V_{\text{Zn}} \times K}{m} \times 100$$

trong đó

0,0007647 là số gam Al_2O_3 ứng với 1 ml dung dịch kẽm axetat 0,015M;

V_{Zn} là thể tích dung dịch kẽm axetat 0,015M tiêu thụ khi chuẩn độ lần thứ hai, tính bằng mililit;

K là hệ số nồng độ dung dịch kẽm axetat 0,015M (4.2.33);

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

Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả xác định song song:

- không lớn hơn 0,35 % khi hàm lượng $\text{Al}_2\text{O}_3 \leq 45$ %;
- không lớn hơn 0,50 % khi hàm lượng $\text{Al}_2\text{O}_3 > 45$ %.

7.6 Xác định hàm lượng canxi oxit

7.6.1 Nguyên tắc

Loại Fe^{3+} , Al^{3+} , Ti^{4+} ... khỏi dung dịch chứa Ca^{2+} và Mg^{2+} bằng amoni hydroxit; chuẩn độ lượng Ca^{2+} bằng dung dịch EDTA tiêu chuẩn với chỉ thị fluorexon trong môi trường kiềm kali hydroxit ($\text{pH} > 12$).

7.6.2 Cách tiến hành

Lấy 100 ml dung dịch A (7.2.1) hoặc 100 ml dung dịch B (7.3.2.2.1) vào cốc thuỷ tinh dung tích 250 ml, thêm khoảng 2 g amoni clorua (4.1.7), đun nóng dung dịch đến $70^\circ\text{C} - 80^\circ\text{C}$, nhỏ từng giọt amoni hydroxit (1+1) (4.2.11) đến khi bắt đầu xuất hiện kết tủa hydroxit, cho dư từ 1 đến 2 giọt nữa.

Đun nóng dung dịch ở nhiệt độ trên khoảng 20 min đến 30 min. Làm nguội dung dịch và chuyển toàn bộ dung dịch và kết tủa vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Lọc dung dịch qua giấy lọc qua giấy lọc chảy nhanh khô, phễu khô, vào bình nón khô; dung dịch lọc này dùng để xác định canxi oxit và manhê oxit.

Lấy 100 ml dung dịch lọc vào cốc thuỷ tinh dung tích 250 ml, thêm tiếp 20 ml dung dịch kali hydroxit 25 % (4.2.20), thêm 2 ml dung dịch kali xyanua 5 % (4.2.23) và một ít hỗn hợp chỉ thị fluorexon 1 % (4.1.6) – dung dịch có màu xanh huỳnh quang.

Đặt cốc lên trên nền đen, dùng dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01M (4.2.32) chuẩn độ đến khi dung dịch chuyển từ màu xanh huỳnh quang sang hồng. Ghi thể tích EDTA tiêu thụ (V), tiến hành song song một thí nghiệm trắng để hiệu chỉnh kết quả.

7.6.3 Tính kết quả

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

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

trong đó

0,00056 là số gam CaO ứng với 1 ml dung dịch EDTA 0,01M;

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

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

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

Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả xác định song song:

- không lớn hơn 0,20 % (khi hàm lượng CaO ≤ 30 %);
- không lớn hơn 0,40 % (khi hàm lượng CaO > 30 %).

7.7 Xác định hàm lượng magiê oxit

7.7.1 Nguyên tắc

Sau khi phân giải mẫu thành dạng dung dịch, tách loại Al³⁺, Fe³⁺, Ti⁴⁺...và tiến hành xác định hàm lượng magiê oxit trong mẫu bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ứng với nguồn bức xạ đơn sắc có bước sóng 285,2 nm.

7.7.2 Cách tiến hành

Lấy 25 ml dung dịch lọc (7.6.2) sau khi tách loại Al³⁺, Fe³⁺, Ti⁴⁺...vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Thực hiện thao tác đo magiê trong bình trên máy quang phổ hấp thụ

TCVN 7947 : 2008

nguyên tử theo đúng hướng dẫn sử dụng thiết bị của nhà sản xuất. Từ giá trị (độ hấp thụ) đo được, dựa vào đồ thị chuẩn (4.2.40) tìm ra nồng độ MgO trong dung dịch mẫu thử (C_m).

7.7.3 Tính kết quả

Hàm lượng magiê oxit (MgO) trong mẫu, tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$\%MgO = \frac{10^{-6} \times C_m}{m} \times 100$$

trong đó

C_m là lượng magiê oxit tìm được trên đường chuẩn, tính bằng microgam;

m là lượng mẫu tương ứng đem phân tích, tính bằng gam.

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

7.8 Xác định hàm lượng anhydric sunfuric (SO_3)

Thực hiện theo điều 7.11 trong TCVN 141 : 2008.

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

Thực hiện theo điều 7.15 hoặc 7.16 hoặc Phụ lục A trong TCVN 141 : 2008.

7.10 Xác định hàm lượng titan dioxit (TiO_2)

Lấy 25 ml dung dịch A (7.2.2.1) hoặc 50 ml dung dịch B (7.3.2.2.1) và thực hiện theo điều 7.17 trong TCVN 141 : 2008.

8 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;
 - các bước tiến hành thử khác với quy định của tiêu chuẩn này (ghi rõ tài liệu viện dẫn);
 - các kết quả thử;
 - ngày, tháng, năm tiến hành thử nghiệm.
-