

Đất sét để sản xuất gạch ngói nung – Phương pháp xác định hàm lượng canxi oxyt

Clay for production of burnt tiles and bricks - Method for determination of calcium oxide content

1. Quy định chung

Theo TCVN 4346 : 1968.

2. Phương pháp thử

2.1. Nguyên tắc

Tách canxi và magiê khỏi sắt, nhôm, titan, bằng amon hydroxyt chuẩn độ lượng canxi bằng dung dịch tiêu chuẩn EDTA ở pH lớn hơn 12 với chỉ thị là fluorexon, ở điểm tương đương dung dịch mất màu xanh huỳnh quang.

2.2. Hoá chất

Dung dịch amon hydroxyt 25%;

Dung dịch kali hydroxyt 25%;

Dung dịch kali xyanua 5%;

Dung dịch amon nitrat 2%;

Dung dịch bạc nitrat 0,5%;

Amon clorua tinh thể;

Hỗn hợp chỉ thị fluorexon 1% : nghiền mịn và trộn đều 0,1g fluorexon với 10g kali florua; bảo quản trong lọ thủy tinh màu;

Dung dịch chuẩn EDTA 0,01M.

2.3. Tiến hành thử

2.3.1. Lấy 50ml dung dịch A (mục 2.4.2 TCVN 4347 : 1986) và cốc thủy tinh, thêm vào cốc 2g amon clorua và đun dung dịch đến 70 - 80⁰, nhỏ từ từ dung dịch amon hydroxyt 25% và khuấy đều dung dịch đến xuất hiện kết tủa hydroxyt, cho dư một giọt amon hydroxyt nữa. Đun nóng dung dịch ở 70 - 80⁰C trong 30 - 40 phút để dung dịch kết tủa và loại bớt amon hydroxyt dư. Lọc dung dịch khi còn nóng qua giấy lọc vào bình định mức 250ml, dùng dung dịch amon nitrat 2% nóng (70 - 80⁰C) rửa kết tủa và giấy lọc đến hết ion clo (thử bằng dung dịch bạc nitrat 0,5%) để nguội dung dịch, định mức, lắc đều. Dung dịch này dùng để xác định canxi và magiê (dung dịch B).

2.3.2. Lấy 100ml dung dịch B và cốc, thêm vào cốc 20ml dung dịch kali hydroxyt 25%, 2ml dung dịch kali xyanua 5% và một ít hỗn hợp chỉ thị fluorexon 1%, khuấy đều dung dịch. Đặt cốc chứa dung dịch trên nền đen, dùng dung dịch chuẩn EDTA 0,01M chuẩn độ đến khi dung dịch mất hoàn toàn màu xanh huỳnh quang.

2.4. Tính kết quả

2.4.1. Hàm lượng canxi oxyt (X_4), tính bằng phần trăm, theo công thức

$$X_4 = \frac{0,00056.V_1.100}{m}$$

Trong đó:

V_1 - Thể tích dung dịch chuẩn EDTA 0,01M tiêu thụ khi chuẩn độ lượng canxi, tính bằng ml;

0,00056 - Khối lượng canxi oxyt tương ứng với 1 ml dung dịch EDTA 0,01M, tính bằng g/ml;

m - Lượng mẫu thử lấy để xác định hàm lượng canxi oxyt, tính bằng g.

2.4.2. Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,20% (tuyệt đối).