

Đất sét để sản xuất gạch ngói nung - Phương pháp xác định hàm lượng silic dioxyt

Clay for production of burnt tiles and bricks. - Method for determination of silic dioxide content

1. Quy định chung

Theo TCVN 4346: 1986.

2. Phương pháp thử

2.1. Nguyên tắc

Phân giải mẫu đất bằng cách nung chảy với hỗn hợp kali cacbonat, natri cacbonat, hoà tan khối nung chảy bằng axit clohydric, cô cạn dung dịch (2 lần) để tách nước của axit silicic; nung kết tủa axit silicic ở 1000°C và xử lý bằng axit flohydric để tách silic ở dạng silic tetraflorua.

2.2. Thiết bị và hoá chất

Lò nung điện, nhiệt độ nung t⁰ max 1000°C;

Bếp cách cát hoặc cách thuỷ tinh;

Chén nung bằng bạch kim dung tích khoảng 30ml;

Bát sứ đáy bằng hoặc cốc thuỷ tinh chịu nhiệt dung tích 300ml;

Giấy lọc không tro, băng vàng;

Axit clohydric theo TCVN 2298 - 1978 và pha loãng (1 + 1);

Axit sunfuric theo TCVN 2718 - 1978 và pha loãng (1 + 1);

Axit flohydric 38 – 40%.

Dung dịch bạc nitrat 0,5%;

Hỗn hợp kali cacbonat và natri cacbonat khan tỷ lệ 1:1;

Kali pyrosunfat;

2.3. Chuẩn bị thử

Mẫu sau khi đã lấy theo TCVN 4344: 1986, trước khi phân tích hoá được chuẩn bị như sau: Sàng mẫu qua sàng có kích thước lỗ 2mm. Cân khoảng 200g phân lọt qua sàng, dùng phương pháp chia tư để rút gọn được 100g rồi nghiền đến cỡ hạt không lớn hơn 0,5mm. Tiếp tục dùng phương pháp chia tư lấy khoảng 60g và lại nghiền đến cỡ hạt 0,2mm. Sau đó lại rút gọn mẫu theo phương pháp chia tư để có khoảng 30g. Lượng mẫu này được nghiền mịn trên cối mã nã đến cỡ hạt 0,063 mm để làm mẫu phân tích hoá học. Phần mẫu còn lại dùng làm mẫu lưu.

Trước khi tiến hành phân tích hoá học, mẫu được sấy ở nhiệt độ 105 ± 5°C đến khối lượng không đổi, rồi trộn đều trước khi cân mẫu.

2.4. Tiến hành thử

- 2.4.1. Cân 0,5g mẫu đã được chuẩn bị theo điều 2.3 vào chén bạch kim đã lót sẵn 5- 6g hỗn hợp nung chảy kali, natri cacbonat và trộn đều, phủ lên trên một lớp hỗn hợp nung chảy dày 2 - 3mm. Nung mẫu ở nhiệt độ 950°C trong 30 - 40 phút, để nguội và chuyển toàn bộ khối nung chảy sang bát sứ (hoặc cốc thuỷ tinh chịu nhiệt) dùng

nước đun sôi và dung dịch axit clohydric (1 + 1) rửa sạch chén bạch kim. Đậy bát sứ bằng mặt kính đồng hồ và thêm từ từ 30ml axit clohydric đậm đặc ($d = 1,19$) sau khi mẫu đã tan hết, dùng nước đun sôi rửa sạch thành bát và mặt kính đồng hồ, dùng đũa thủy tinh khuấy đều dung dịch.

Cô cạn dung dịch trên bếp cách thủy hoặc cách cát (ở nhiệt độ 100- 110⁰C) đến hồ, dầm nhỏ các hạt muối tạo thành đến cỡ hạt 2 - 3mm, tiếp tục cô mẫu ở nhiệt độ trên từ 1 giờ đến 1 giờ 30 phút nữa. Để nguội mẫu thử, thêm vào bát 10ml axit clohydric đậm đặc, để yên 10 phút, thêm tiếp vào bát sứ 100ml nước đun sôi và khuấy đều cho tan muối. Lọc dung dịch khi còn nóng qua giấy lọc băng vàng, dùng nước đun sôi rửa kết tủa và giấy lọc đến hết ion clo trong nước rửa (thử bằng dung dịch bạc nitrat 0,5%) .

Chuyển dung dịch lọc và nước rửa trở lại bát sứ, lập lại quá trình cô cạn như lần đầu. Sau khi mẫu đã khô kiệt, để nguội bát sứ rồi thêm vào bát 10ml axit clohydric đậm đặc, 80ml nước đun sôi, khuấy đều cho tan muối. Lọc dung dịch khi còn nóng qua một giấy lọc băng vàng khác, dùng nước sôi chuyển toàn bộ kết tủa dính ở bát sang giấy lọc, rửa kết tủa và giấy lọc đến hết ion clo trong nước rửa (thử bằng dung dịch bạc nitrat 0,5%) .

Dung dịch lọc rửa chứa trong bình định mức 250ml.

Gộp chung giấy lọc có kết tủa axit silicic (Sau 2 lần cô cạn) vào chén bạch kim đốt giấy lọc thành than trên bếp điện. Đưa chén bạch kim vào lò nung, tăng nhiệt độ đến 1000⁰C và giữ ở nhiệt độ này 1 giờ, làm nguội chén trong bình chống ẩm đến nhiệt độ phòng rồi cân. Lập lại quá trình nung ở 1000⁰C trong 15 phút, làm nguội và cân đến khi thu được khối lượng không đổi.

Thấm ướt kết tủa trong chén bạch kim bằng vài giọt nước, thêm vào chén 0,5ml dung dịch axit sunfuric (1 + 1) và 10ml axit flohydric (40%) làm bay hơi các chất chứa trong chén trên bếp điện đến khô, thêm tiếp vào chén 3 - 4ml axit flohydric và cho bay hơi đến khi ngừng bốc khói trắng.

Nung chén bạch kim ở nhiệt độ 100⁰C trong 15 phút, làm nguội trong bình chống ẩm và cân.

- 2.4.2. Nung chảy cặn còn lại trong chén với 3 - 4g kali pyrosunfat đến tan và trong. Hoà tan khối nung chảy bằng nước cất có mặt 2 - 3 ml axit clohydric đậm đặc, đun cho tan trong, gộp chung dung dịch này với dung dịch nước lọc rửa trong bình định mức 250ml định mức và lắc đều:

Dung dịch trong bình định mức 250ml này dùng để xác định nhôm, sắt, canxi, magiê (dung dịch A).

3. Tính kết quả

- 3.1. Hàm lượng silic đioxyt (X_1), tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{M} \cdot 100$$

Trong đó:

- m_1 - Khối lượng chén bạch kim và kết tủa trước khi xử lí bằng axit flohydric, tính bằng g;
- m_2 - Khối lượng chén bạch kim và cặn còn lại sau khi xử lí bằng axit flohydric, tính bằng g;

- M- Là lượng mẫu thử, lấy đem xác định hàm lượng silic đioxit, tính bằng g
- 3.2. Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,06% (tuyệt đối).