

Vật liệu chịu lửa alumosilicat – Phương pháp phân tích hoá học

Alumosilicate refractories - Methods of chemical analysis

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hoá học xác định các thành phần chủ yếu trong vật liệu chịu lửa thuộc nhóm alumosilicat theo TCVN 5441 - 1991. Tiêu chuẩn này cũng có thể áp dụng cho đất sét, cao lanh làm nguyên liệu để sản xuất vật liệu chịu lửa.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 4851 - 89 (ISO 3696:1987) Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

TCVN 5441 - 1991 Vật liệu và sản phẩm chịu lửa – Phân loại.

3 Qui định chung

3.1 Cân dùng trong quá trình phân tích có độ chính xác đến 0,000 1 gam.

3.2 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 - 89 (ISO 3696: 1987).

3.3 Hoá chất pha loãng theo tỷ lệ thể tích được đặt trong ngoặc đơn.

Ví dụ: HCl (1+2), ... là dung dịch gồm 1 thể tích HCl đậm đặc với 2 thể tích nước cất.

3.4 Khi xác định độ chuẩn của dung dịch, hệ số nóng độ (K), tỷ số nóng độ (k), thì lấy giá trị trung bình cộng của ba kết quả xác định tiến hành song song cho từng phép xác định.

TCVN 6533 : 1999

- 3.5 Các chỉ tiêu phân tích được tiến hành trên mẫu thử chuẩn bị theo điều 6.
- 3.6 Việc xây dựng lại đồ thị chuẩn (cho phương pháp so màu; quang phổ hấp thụ nguyên tử, ...) tiến hành hai tháng một lần theo cách làm đã nêu trong tiêu chuẩn này.
- 3.7 Mỗi chỉ tiêu phân tích được tiến hành song song trên hai lượng cân mẫu thử, 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.
- 3.8 Chênh lệch giữa hai kết quả phân tích song song không được lớn hơn giới hạn cho phép (được quy định riêng cho mỗi phép thử). Nếu lớn hơn phải tiến hành phân tích lại.
- 3.9 Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của hai kết quả phân tích tiến hành song song.

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 pyrosunphat ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$) hoặc kali hydrosunphat (KHSO_4).
- 4.1.5 Canxi cacbonat (CaCO_3), hàm lượng không nhỏ hơn 99,5%.
- 4.1.6 Amoni clorua (NH_4Cl), tinh thể.
- 4.1.7 Hỗn hợp nung chảy 1: trộn đều natri cacbonat (4.1.1) với kali cacbonat (4.1.2) theo tỷ lệ khối lượng 1:1, bảo quản trong bình nhựa kín.
- 4.1.8 Hỗn hợp nung chảy 2: trộn đều ba phần khối lượng natri cacbonat (4.1.1) với một phần khối lượng natri tetraborat (4.1.3), bảo quản trong bình nhựa kín.
- 4.1.9 Chỉ thị màu fluorexon 1%: dùng chày cối sứ nghiền mịn 0,1 g chỉ thị màu fluorexon với 10 gam kali clorua (KCl), bảo quản trong lọ thủy tinh màu.

4.2 Hoá chất lỏng, thuốc thử

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

4.2.2 Dung dịch axit clohydric, nồng độ 1N:

Hoà tan 80 ml HCl đậm đặc (4.2.1) vào nước, pha loãng bằng nước thành 1 000 ml và trộn đều.

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

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

4.2.5 Axit sunfuric pha loãng (1 + 1): đổ từ từ axit vào nước cất.

4.2.6 Axit nitric (HNO_3) đậm đặc, $d = 1,40 - 1,42$

4.2.7 Axit tartric ($H_2C_4H_4O_6$) hoặc muối kali (hoặc amoni) tartrat: dung dịch 10%.

4.2.8 Axit nitric pha loãng (1 + 1).

4.2.9 Axit flohydric (HF) đậm đặc, $d = 1,12$; (38 + 40%).

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

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

4.2.12 Amoni hydroxit pha loãng (1 + 1).

4.2.13 Dung dịch natri hydroxit (NaOH), 30%:

Hoà tan 300 g NaOH rắn trong nước, để nguội, pha loãng thành 1 lít, bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

4.2.14 Dung dịch natri hydroxit, 10 %.

4.2.15 Dung dịch kali hydroxit (KOH), 25 %.

4.2.16 Dung dịch che dấu kali xianua (KCN) 5%, bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

4.2.17 Dung dịch axit sunfosalic 10% và 20%.

4.2.18 Metanol (CH_3OH), $d = 0,792$ hoặc etanol (C_2H_5OH), $d = 0,789$.

TCVN 6533 : 1999

4.2.19 Dung dịch bạc nitrat (AgNO_3) 0,5%:

Hoà tan 2,5 g bạc nitrat vào 500 ml nước đã có sẵn 5 ml axit nitric đậm đặc (4.2.7) - Bảo quản trong bình thủy tinh màu tối.

4.2.20 Dung dịch phenolphthalein 0,1% - trong rượu etylic.

4.2.21 Dung dịch khử:

Hoà tan 25 g axit tartaric ($\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$) hoặc 5 g axit xitric ($\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$) và 1 g axit ascorbic vào 100 ml nước, bảo quản trong chai thủy tinh màu. Pha đủ dùng trong 2 - 3 ngày.

4.2.22 Dung dịch amoni molipdat 5%:

Hoà tan 25 g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ vào 200 ml nước đun ấm cho tan, (nếu đục thì lọc) pha loãng thành 500 ml. Bảo quản trong bình nhựa polyetylen, sau 4 tuần pha dung dịch mới.

4.2.23 Dung dịch đồng sunfat 5%:

Hoà tan 5 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ trong 100 ml nước đã có sẵn 1 ml axit sunfuric (1+1).

4.2.24 Dung dịch axit ascorbic ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) 5%. Pha đủ dùng trong vài ngày.

4.2.25 Dung dịch diantipyrimetan 2%

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

4.2.26 Dung dịch chỉ thị xylenol da cam 0,1%:

Hoà tan 0,1 g thuốc thử trong 100 ml nước.

4.2.27 Dung dịch chỉ thị eriocrom T đen (ETOO) 0,1%:

Hoà tan 0,1 g thuốc thử trong 100 ml rượu etylic 70%, thêm 2 - 3 g hydroxylamin hydrocloric ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$). Bảo quản trong chai thủy tinh màu.

4.2.28 Dung dịch đệm pH 5,5:

Hoà tan 100 ml amoni hydroxit đậm đặc vào 200 -300 ml nước, thêm tiếp vào đó 100 ml axit acetic đậm đặc rồi thêm nước thành 1 lít.

4.2.29 Dung dịch đệm pH 10,5:

Hoà tan 54 g amoni clorua vào 500 ml nước, thêm tiếp 350 ml amoni hydroxit đậm đặc và nước thành 1 lít.

4.2.30 Dung dịch tiêu chuẩn gốc - silic dioxit ($\text{SiO}_2 = 0,4 \text{ mg/ml}$):

Nung chảy 0,2 g silic dioxit tinh khiết (đã được nung ở $1\ 000^\circ\text{C}$) trong chén bạch kim với 3 - 4 g hỗn hợp nung chảy 1 trong lò, ở nhiệt độ $1\ 000^\circ\text{C} \pm 50^\circ\text{C}$ trong thời gian 30 - 40 phút.

Chuyển khối nung chảy vào cốc đã có sẵn 200 ml nước và 10 g NaOH, đun tới tan trong. Chuyển dung dịch vào bình định mức 500 ml, thêm nước tới vạch mức, lắc đều.

Bảo quản dung dịch trong bình nhựa polyetylen.

- Dung dịch tiêu chuẩn làm việc ($\text{SiO}_2 = 0,04 \text{ mg/ml}$):

Lấy 25 ml dung dịch tiêu chuẩn gốc vào bình định mức 250 ml, thêm nước tới vạch mức, lắc đều. Dung dịch pha dùng trong ngày.

4.2.31 Dung dịch tiêu chuẩn gốc - sắt (III) oxit ($\text{Fe}_2\text{O}_3 = 0,25 \text{ mg/ml}$):

Hoà tan 0,25 g sắt (III) oxit đã sấy khô ở $100^\circ\text{C} - 110^\circ\text{C}$ vào cốc đã có sẵn 50 ml axit clohydric (1+1), đun sôi nhẹ tới tan trong.

Chuyển dung dịch vào bình định mức 1 000 ml, thêm nước tới vạch mức, lắc đều.

- Dung dịch tiêu chuẩn làm việc ($\text{Fe}_2\text{O}_3 = 0,05 \text{ mg/ml}$)

Lấy 50 ml dung dịch tiêu chuẩn gốc vào bình định mức 250 ml, thêm nước cất tới vạch mức, lắc đều.

4.2.32 Dung dịch tiêu chuẩn gốc - titan dioxit ($\text{TiO}_2 = 0,1 \text{ mg/ml}$):

Cân 0,300 5 g dikali 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, 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 1 000 ml, dùng axit sunfuric 5% định mức, lắc đều.

- Dung dịch tiêu chuẩn làm việc ($\text{TiO}_2 = 0,04 \text{ mg/ml}$):

Lấy 100 ml dung dịch tiêu chuẩn gốc vào bình định mức 250 ml, thêm axit sunfuric 5% tới vạch mức, lắc đều.

4.2.33 Dung dịch tiêu chuẩn gốc - natri oxit ($\text{Na}_2\text{O} = 0,2 \text{ mg/ml}$):

Hoà tan 0,377 2 g natri clorua (NaCl), đã sấy khô ở $100^\circ\text{C} - 110^\circ\text{C}$ vào nước, chuyển vào bình định mức 1 000 ml, thêm nước tới vạch, lắc đều. Bảo quản trong bình bằng polyetylen.

- Dung dịch tiêu chuẩn làm việc ($\text{Na}_2\text{O} = 0,01 \text{ mg/ml}$):

Lấy 25 ml dung dịch tiêu chuẩn gốc vào bình định mức 500 ml, thêm nước tới vạch mức, lắc đều.

TCVN 6533 : 1999

4.2.34 Dung dịch tiêu chuẩn gốc kali oxit ($K_2O = 0,2 \text{ mg/ml}$):

Hoà tan 0,3166 g kali clorua (KCl) đã sấy khô ở $100^\circ\text{C} - 110^\circ\text{C}$ vào nước, chuyển vào bình định mức 1 000 ml, thêm nước tới vạch mức, lắc đều. Bảo quản trong bình bằng polyetylen.

- Dung dịch tiêu chuẩn làm việc ($K_2O = 0,01 \text{ mg/ml}$):

Lấy 25 ml dung dịch tiêu chuẩn gốc vào bình định mức 500 ml, thêm nước tới vạch mức, lắc đều.

4.2.35 Dung dịch canxi tiêu chuẩn 0,01 M:

Cân 1,0060 g canxi cacbonat (4.1.5) đã sấy ở 130°C trong 2 - 3 giờ vào cốc thuỷ tinh, tắm ướt bằng nước và thêm vào cốc 50 ml nước nữa. Đặt cốc bằng mặt kính đồng hồ, thêm từ từ 10 ml axit clohydric (1+1), sau khi đã tan hết, đun sôi nhẹ dung dịch 1 - 2 phút. Để nguội, chuyển vào bình định mức 1 000 ml và thêm nước đến vạch, lắc đều.

4.2.36 Dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M:

Hoà tan 3,8 - 3,9 g muối dinatri etylendiamin tetraaxetic axit dihydrat ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) vào 200 - 300 ml nước, đun ấm và khuấy đến tan trong. Để nguội, pha loãng thành 1 lít, khuấy đều. Bảo quản trong bình bằng polyetylen.

- Xác định hệ số nồng độ (K_1) của dung dịch EDTA 0,01 M pha được:

Lấy 20 ml hoặc 25 ml dung dịch canxi 0,01 M (4.2.35) vào cốc, thêm khoảng 100 ml nước, 20 ml dung dịch KOH 25%, 2 ml dung dịch KCN 5% và một ít hỗn hợp chỉ thị fluorexon 1% (4.1.9) - dung dịch có màu xanh huỳnh quang.

Đặt cốc lên trên một nền màu đen, dùng dung dịch EDTA pha được (4.2.36), chuẩn độ dung dịch đến khi màu đổi từ xanh huỳnh quang sang hồng; ghi thể tích EDTA tiêu thụ (V_1).

Tính hệ số nồng độ K_1 theo công thức sau:

$$K_1 = \frac{V_{Ca}}{V_1}$$

trong đó

V_{Ca} là thể tích dung dịch canxi 0,01 M (4.2.35), tính bằng mililit;

V_1 là thể tích dung dịch EDTA (4.2.36) tiêu thụ, tính bằng mililit.

Tiến hành song song một thí nghiệm trắng, với tất cả các thuốc thử (ngoại trừ dung dịch canxi tiêu chuẩn) để hiệu chỉnh kết quả.

4.2.37 Dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,025 M:

Hoà tan 9,5 - 9,7 g muối dinatri etylendiamin tetra acetic axit dihydrat ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) vào

200 - 300 ml nước, đun ấm và khuấy đến tan trong. Để nguội, pha loãng thành 1 lít, khuấy đều. Bảo quản trong bình bằng polyetylen.

- Xác định hệ số nồng độ (K_2) của dung dịch EDTA 0,025 M pha được:

Lấy 50 ml dung dịch canxi 0,01 M (4.2.35) vào cốc, thêm khoảng 100 ml nước, 20 ml dung dịch KOH 25%,

2 ml dung dịch KCN 5% và một ít hỗn hợp chỉ thị fluorexon 1% - dung dịch có màu xanh huỳnh quang.

Đặt cốc lên trên một nền màu đen, dùng dung dịch EDTA pha được (4.2.37), chuẩn độ dung dịch đến khi màu đổi từ xanh huỳnh quang sang hồng; ghi thể tích EDTA tiêu thụ (V_1').

Tính hệ số nồng độ K_2 theo công thức sau:

$$K_2 = \frac{0,4 \times V_{Ca}}{V_1'}$$

trong đó

0,4 là tỷ số nồng độ giữa dung dịch canxi (0,01 M) và dung dịch EDTA (0,025 M);

V_{Ca} là thể tích dung dịch canxi 0,01 M (4.2.35), tính bằng mililit;

V_1' là thể tích dung dịch EDTA (4.2.37) tiêu thụ, tính bằng mililit.

Tiến hành song song một thí nghiệm trắng, với tất cả các thuốc thử (ngoại trừ dung dịch canxi) để hiệu chỉnh kết quả.

4.2.38 Dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat 0,025 M:

Hoà tan 5,65 - 5,75 g $[Zn(CH_3OOH)_2] \cdot 2H_2O$ vào 200 ml nước đã có sẵn 2 ml axit acetic đậm đặc, đun đến tan trong. Pha loãng bằng nước thành 1 lít, khuấy đều.

- Xác định tỷ số nồng độ (k_3) giữa dung dịch EDTA 0,025 M (4.2.37) và dung dịch kẽm acetat 0,025 M:

Lấy 20 ml dung dịch EDTA 0,025 M (4.2.37) vào cốc, thêm vào cốc 100 ml nước và 20 ml dung dịch đệm pH 5,5, thêm 2 - 3 giọt chỉ thị xylonon da cam (4.2.26). Dùng dung dịch kẽm acetat pha được (4.2.38) chuẩn độ dung dịch trong cốc đến khi chuyển màu từ vàng sang hồng; ghi thể tích dung dịch kẽm acetat tiêu thụ (V_{Zn}).

Tính tỷ số nồng độ k_3 theo công thức sau:

$$K_3 = \frac{20}{V_{Zn}}$$

trong đó

20 là thể tích dung dịch EDTA 0,025 M (4.2.37) lấy để chuẩn độ, tính bằng mililit;

V_{Zn} là thể tích dung dịch kẽm acetat (4.2.38) tiêu thụ khi chuẩn độ, tính bằng mililit.

5 Thiết bị dụng cụ

- 5.1 Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,000 1 g.
- 5.2 Lò nung có bộ phận tự động điều chỉnh nhiệt độ; nhiệt độ nung đạt $1\ 000\ ^\circ\text{C} \pm 50^\circ\text{C}$.
- 5.3 Chày cối nghiền mẫu bằng mã não.
- 5.4 Chén bạch kim, dung tích 30 ml và 50 ml.
- 5.5 Máy so màu quang điện hoặc phổ quang kế UV – VIS, có khả năng đo mật độ quang (độ hấp thụ ở bước sóng từ 380 -850 nm).
- 5.6 Máy quang phổ ngọn lửa hoặc máy quang phổ hấp thụ nguyên tử, có trang bị thích hợp để đo kali và natri.
- 5.7 Giấy lọc định lượng không tro các loại:
 - loại chảy nhanh, đường kính lỗ trung bình khoảng 20 μm ;
 - loại chảy trung bình, đường kính lỗ trung bình khoảng 7 μm ;
 - loại chảy chậm, đường kính lỗ trung bình khoảng 2 μm .

6 Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu thử dùng cho phân tích hoá học được lấy theo các quy định về lấy và chuẩn bị mẫu theo các tiêu chuẩn tương ứng về nguyên vật liệu và sản phẩm chịu lửa.

Mẫu thử đưa tới phòng phân tích hoá học có khối lượng không ít hơn 300 g, kích thước hạt không lớn hơn 5 mm.

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. Dùng phương pháp chia tư lấy khoảng từ 12 - 15 g làm mẫu phân tích hoá học, phần còn lại bảo quản làm mẫu lưu.

Kiểm gia công mẫu thử, nếu sử dụng dụng cụ bằng thép, phải dùng nam châm để loại sắt lẫn vào mẫu, sau đó mới nghiền mịn mẫu phân tích hoá học trên cối mã não, đến lọt qua sàng 0063.

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

7 Phương pháp thử

Quá trình phân tích hoá học được tiến hành theo sơ đồ hình 1.

7.1 Xác định hàm lượng mất khi nung

7.1.1 Nguyên tắc

Nung mẫu thử ở nhiệt độ $1\ 000^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$, từ sự giảm khối lượng tính ra hàm lượng mất khi nung trong mẫu thử.

7.1.2 Cách tiến hành

Cân $1\ \text{g} \pm 0,05\ \text{g}$ chính xác đến $0,0001\ \text{g}$ mẫu (chuẩn bị theo điều 6); chuyển vào chén sứ đã nung ở nhiệt độ $1\ 000^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi. Nung chén có mẫu ở nhiệt độ trên khoảng 1 - 1,5 giờ, để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng rồi cân. Lặp lại quá trình nung ở nhiệt độ trên trong 15 phút, làm nguội và cân đến khi được khối lượng không đổi.

7.1.3 Tính kết quả

Hàm 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 cân, tính bằng gam.

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

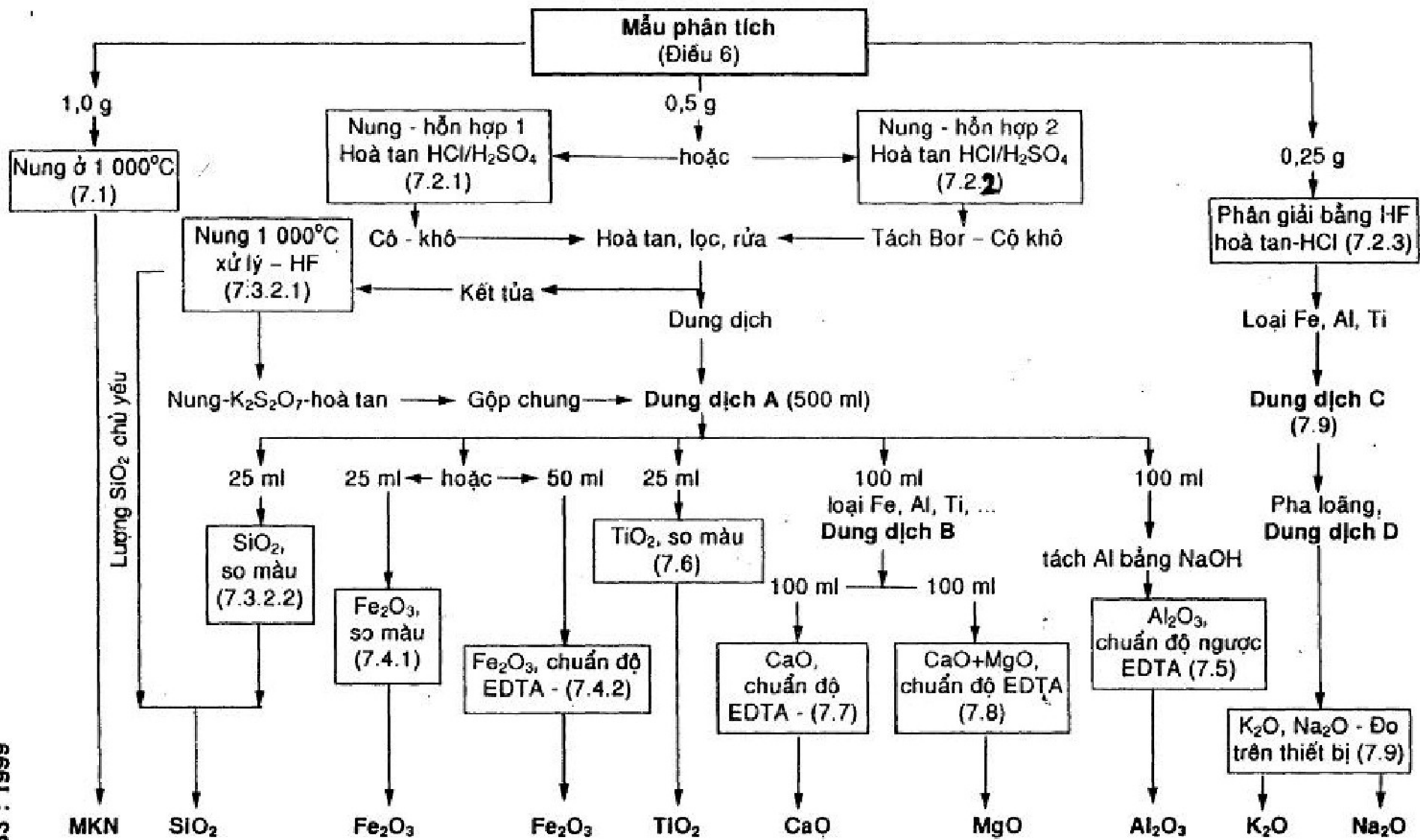
7.2 Phân giải mẫu thử

Mẫu thử được phân giải tạo thành dung dịch để phân tích các thành phần trong mẫu, theo một trong các phương pháp dưới đây:

7.2.1 Phân giải mẫu bằng hỗn hợp kiềm cacbonat

Phương pháp này áp dụng cho mẫu có hàm lượng Al_2O_3 không lớn hơn 45% và mẫu nguyên liệu.

Cân $0,5000\ \text{g}$ mẫu thử (điều 6), chuyển vào chén bạch kim đã có sẵn từ 2 - 3 g hỗn hợp nung chảy 1 (4.1.7), trộn đều, phủ lên trên một lớp mỏng hỗn hợp nung chảy nữa (khoảng 2 mm).



Hình 1 - Sơ đồ phân tích

Nung mẫu trong lò ở nhiệt độ khoảng 1 000°C trong thời gian từ 45 - 60 phút đến tan trong. Lấy chén ra khỏi lò, để nguội.

Chuyển toàn bộ các chất chứa trong chén sang bát sứ có mẫu bằng nước cất nóng và axit clohydric (1+1), tráng rửa sạch chén bạch kim.

Đặt bát sứ bằng mặt kính đồng hồ, thêm từ từ 20 ml axit clohydric đậm đặc vào bát sứ. Sau khi mẫu tan hết, ngừng sôi bọt, dùng bình tia nước nóng tráng rửa thành bát, mặt kính; thêm vào bát sứ 1 ml axit sunfuric (1+1), khuấy đều.

7.2.2 Phân giải mẫu bằng hỗn hợp kiềm cacbonat và natri borat

Phương pháp này áp dụng cho mẫu có hàm lượng Al_2O_3 lớn hơn 45% hoặc mẫu không tan hoàn toàn theo phương pháp qui định trong điều 7.2.1.

Cân 0,500 0 g mẫu thử (điều 6), chuyển vào chén bạch kim đã có sẵn từ 2 - 3 g hỗn hợp nung chảy 2 (4.1.8), trộn đều; phủ lên trên một lớp mỏng hỗn hợp nung chảy nữa (khoảng 2 mm).

Nung mẫu trong lò ở nhiệt độ khoảng 1 000°C trong thời gian từ 20 - 30 phút, đến tan trong. Lấy chén khỏi lò, khi hỗn hợp còn chảy lỏng, nghiêng thành chén và xoay tròn nhẹ chén, để hỗn hợp còn lỏng bám thành một lớp mỏng trên thành chén, để nguội.

Cho chén vào bát sứ đã có sẵn 40 ml axit clohydric (1+1), đặt nghiêng chén bạch kim để ngấm mẫu trong axit 15 phút. Đun ấm dung dịch trong bát sứ để làm tan mẫu; sau khi mẫu tan hết, dùng nước nóng HCl (1+1) rửa sạch chén bạch kim. Thêm vào bát sứ 15 ml axit clohydric đậm đặc (4.2.1) và 1 ml axit sunfuric (1+1), khuấy đều.

7.2.3 Phân giải mẫu bằng hỗn hợp axit flohydric và axit sunfuric

Phương pháp phân giải này sử dụng khi phân tích kim loại kiềm.

Cân 0,2500 g mẫu thử (điều 6), chuyển vào chén bạch kim, tẩm ướt bằng vài giọt nước, thêm tiếp vào chén 0,5 ml axit sunfuric (1+1) và 15 ml axit flohydric (4.2.10), làm bay hơi từ từ trên bếp điện đến khô.

Thêm vào chén từ 8 - 10 ml axit flohydric nữa và làm bay hơi đến khô kiệt, sau khi chén ngừng bốc khói trắng. Làm nguội chén, dùng nước cất nóng và axit clohydric (1+1) chuyển các chất chứa trong chén bạch kim vào cốc thủy tinh 150 ml. Thêm vào cốc 5 ml axit clohydric (1+1) và đun sôi nhẹ từ 5 - 10 phút.

7.3 Xác định hàm lượng silic dioxit (SiO₂)

7.3.1 Nguyên tắc

Cô cạn dung dịch mẫu thử để tách 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 dịch axit flohydric để tách silic ở dạng chất dễ bay hơi silic tetraflorua; xác định được "lượng silic dioxit chủ yếu" có trong mẫu thử.

Nếu mẫu được nung chảy bằng hỗn hợp nung chảy 2, cần tiến hành loại ion bo bằng metanol (hoặc etanol) ở dạng metyl borac (hoặc etyl borac), trước khi tiến hành cô cạn.

Lượng silic còn lại trong dung dịch được xác định theo phương pháp trắc quang; cho hiện màu với amon molipdat có mặt chất khử, tạo ra chất màu xanh silic molipdat, so màu ở bước sóng từ 800 nm đến 820 nm.

7.3.2 Cách tiến hành

7.3.2.1 Xác định silic dioxit ở dạng chất không tan trong axit (phương pháp khối lượng)

Làm bay hơi dung dịch (7.2.1) trong bát sứ trên bếp cách thủy hoặc cách cát, đến khô. Đối với mẫu phân giải bằng hỗn hợp nung chảy 2 (7.2.2), thêm vào bát sứ 20 ml metanol khuấy đều rồi đặt lên bếp cô, khi mẫu còn sền sệt, thêm vào bát 5 ml 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 thủy tinh dầm nát các hạt muối mới tạo ra. Sau khi mẫu khô, tiếp tục cô mẫu thêm khoảng 1 - 1,5 giờ đến khô kiệt.

Làm nguội bát sứ, thêm vào đó 15 ml axit clohydric đậm đặc, để yên 10 phút. Thêm vào bát sứ 80 ml nước đun sôi, khuấy cho tan muối.

Lọc dung dịch qua giấy lọc chảy trung bình, nước lọc rửa thu vào bình định mức 500 ml, dùng nước cất nóng rửa sạch bát sứ và giấy lọc, đến hết ion clo trong nước rửa (thử bằng dung dịch AgNO₃ 0,5 %).

Cho giấy lọc có kết tủa vào chén bạch kim rồi đốt cháy giấy lọc trên bếp điện. Đưa chén bạch kim vào lò nung, tăng nhiệt độ đến $1\ 000\ ^\circ\text{C} \pm 50\ ^\circ\text{C}$, giữ mẫu ở nhiệt độ này khoảng từ 1 - 1,5 giờ. Làm nguội chén bạch kim trong bình hút ẩm và cân. Lặp lại quá trình nung ở nhiệt độ trên khoảng 15 phút, làm nguội trong bình hút ẩm 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 5 giọt dung dịch axit sunfuric H₂SO₄ (1 + 1) và 10 ml axit flohydric 40 %, làm bay hơi chất chứa trong chén trên bếp điện đến khô. Thêm tiếp

vào chén từ 3 - 4 ml axit flohydric, làm bay hơi trên bếp điện đến ngừng bốc khói trắng. Nung chén bạch kim và cân ở nhiệt độ $1\ 000\ ^\circ\text{C} \pm 50\ ^\circ\text{C}$ trong 30 phút. Lấy chén ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng, cân đến khối lượng không đổi (m_2).

Tắm ướt kết tủa trong chén bạch kim bằng vài giọt nước, thêm tiếp từ 5 - 6 giọt axit sunfuric (1+1) và 10 ml axit flohydric đậm đặc rồi làm bay hơi trên bếp điện đến khô. Thêm tiếp vào chén 10 ml axit flohydric nữa, cho bay hơi trên bếp điện đến khô kiệt và ngừng bốc khói trắng.

Cho chén vào lò, nung ở $1\ 000\ ^\circ\text{C} \pm 50\ ^\circ\text{C}$ trong từ 20 - 30 phút, làm nguội trong bình chống ẩm đến nhiệt độ phòng và cân. Lập lại quá trình nung 10 phút, làm nguội trong bình chống ẩm và cân, đến khi thu được khối lượng không đổi (m_3).

Nung cân còn lại trong chén bạch kim với từ 2 - 3 g kali pyrosunfat (4.1.4) ở nhiệt độ $750\ ^\circ\text{C} \pm 50\ ^\circ\text{C}$ đến an trong.

Làm nguội chén bạch kim và hoà tan khối nung chảy trong cốc thuỷ tinh đã có 50 ml nước cất và 5 ml axit clohydric (1+1), đun tới tan trong; gộp dung dịch này vào dung dịch trong bình định mức 500 ml, thêm nước cất tới vạch mức, lắc đều; thu được "dung dịch A". Dung dịch này dùng để xác định các phần silic dioxit còn lại trong dung dịch, sắt, nhôm, titan, canxi, magie trong mẫu.

3.2.2 Xác định hàm lượng silic dioxit hoà tan trong dung dịch (theo phương pháp so màu)

Lấy 25 ml "dung dịch A" vào bình định mức 100 ml, thêm nước đến khoảng 50 ml và 10 ml dung dịch amoni molipdat 5% (4.2.22), lắc đều. Sau 20 phút thêm vào bình 15 ml axit clohydric (1+1), lắc đều. Sau 10 phút nữa thêm tiếp vào bình 5 ml dung dịch khử (4.2.21), thêm nước tới vạch mức, lắc đều.

Khi thêm dung dịch khử 30 phút, đo mật độ quang (hoặc độ hấp thụ) của dung dịch mẫu ở bước sóng từ 800 - 820 nm; dung dịch so sánh là mẫu trắng. Từ trị số mật độ quang đo được, dựa vào đồ thị chuẩn tìm ra lượng silic dioxit có trong 25 ml dung dịch A (m).

Xây dựng đồ thị chuẩn:

Lấy 6 bình định mức 100 ml, cho vào từng bình lần lượt một thể tích dung dịch tiêu chuẩn làm việc silic dioxit ($\text{SiO}_2 = 0,04\ \text{mg/ml}$) theo thứ tự sau: 0 ; 1 ; 2 ; 4 ; 6 và 7 ml. Thêm nước cất vào từng bình đến khoảng 50 ml, nhỏ một giọt phenolphthalein 0,1% và dùng axit clohydric (1+1) nhỏ giọt đến mất màu tổng, thêm dư 2 ml axit nữa. Thêm tiếp vào bình 10 ml amoni molipdat 5% (4.2.22), lắc đều, tiếp tục lặp lại thao tác trên.

Dựa vào hàm lượng SiO_2 trong từng bình và giá trị mật độ quang tương ứng, xây dựng đồ thị chuẩn.

TCVN 6533 : 1999

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

$$\text{SiO}_2 = \frac{m_1 - m_2 + 20 m_3}{m} \times 100$$

trong đó

m_1 là khối lượng chén bạch kim và kết tủa trước khi xử lý bằng axit flohydric (7.3.2.1), tính bằng gam;

m_2 là khối lượng chén bạch kim và kết tủa sau khi xử lý bằng axit flohydric (7.3.2.1), tính bằng gam;

m_3 là khối lượng silic dioxit còn lại trong 25 ml "dung dịch A" - tìm được trên đồ thị chuẩn (7.3.2.2), tính bằng gam;

m là khối lượng mẫu cân, tính bằng gam.

Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,40 %.

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

7.4.1 Xác định hàm lượng sắt (III) oxit theo phương pháp so màu

Phương pháp này áp dụng khi hàm lượng Fe_2O_3 nhỏ hơn 2,0%

7.4.1.1 Nguyên tắc

Trong môi trường kiềm amoniac, ion sắt (III) tạo với thuốc thử axit sunfosalixylic một phức chất màu vàng; cường độ màu tỷ lệ với nồng độ sắt có trong dung dịch. Đo mật độ quang của dung dịch ở bước sóng khoảng từ 420 - 430 nm.

7.4.1.2 Cách tiến hành

Lấy 25 ml "dung dịch A" vào bình định mức 100 ml, thêm nước đến khoảng 50 ml, thêm tiếp 5 ml dung dịch amoni tartrat 10% (4.2.7) và 20 ml dung dịch axit sunfosalixylic 20 % (4.2.17). Vừa lắc đều bình vừa nhỏ giọt amoni hydroxit đậm đặc đến khi dung dịch xuất hiện màu vàng, cho dư từ 3 - 4 ml amoni hydroxit nữa, thêm nước tới vạch mức, lắc đều.

Đo mật độ quang của dung dịch mẫu ở bước sóng từ 420 - 430 nm, dung dịch so sánh là dung dịch mẫu trắng. Từ trị số mật độ quang đo được, dựa vào đồ thị chuẩn tìm ra lượng sắt oxit có trong 25 ml dung dịch A (m)

Xây dựng đồ thị chuẩn:

Lấy 6 bình định mức 100 ml, lần lượt thêm vào mỗi bình một thể tích dung dịch tiêu chuẩn làm việc

sắt oxit ($\text{Fe}_2\text{O}_3 = 0,05 \text{ mg/ml}$) theo thứ tự sau: 0, 1, 2, 4, 8 và 10 ml, thêm nước cất đến khoảng 50 ml, thêm tiếp 5 ml dung dịch amoni tartrat 10%, tiếp tục thực hiện thao tác trên.

Từ hàm lượng sắt oxit trong mỗi bình và trị số mật độ quang tương ứng xây dựng đồ thị chuẩn.

7.4.1.3 Tính kết quả

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

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

trong đó

m là khối lượng sắt oxit tìm được từ đồ thị chuẩn, tính bằng gam;

m_x là khối lượng mẫu có trong 25 ml "dung dịch A" lấy đem xác định sắt, tính bằng gam.

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

7.4.2 Xác định hàm lượng sắt oxit theo phương pháp chuẩn độ phức chất.

Phương pháp này áp dụng khi hàm lượng Fe_2O_3 lớn hơn 1,5%.

7.4.2.1 Nguyên tắc

Chuẩn độ ion sắt (III) bằng dung dịch EDTA ở môi trường pH khoảng 1,5 với chỉ thị màu là axit sunfosalisilic, kết thúc chuẩn độ khi dung dịch mất màu tím đỏ.

7.4.2.2 Cách tiến hành

Lấy 50 ml "dung dịch A" vào cốc thủy tinh, thêm vào đó 60 ml nước và từ 2 - 3 ml dung dịch axit sunfosalisilic 10% (4.2.17); dùng amoni hydroxit (1+1) điều chỉnh dung dịch đến chuyển màu từ đỏ sang vàng. Thêm vào cốc 10 ml dung dịch axit clohydric 1 N (4.2.2), đun nóng dung dịch đến khoảng 70°C.

Chuẩn độ từ từ dung dịch khi còn nóng bằng EDTA 0,01 M đến khi dung dịch mất màu tím đỏ, ghi thể tích EDTA 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:

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{0,0007985 \times K_1 \times V}{m_x} \times 100$$

trong đó

0,0007985 là khối lượng Fe_2O_3 tương ứng với 1 ml dung dịch EDTA 0,01 M, tính bằng gam;

K_1 là hệ số nồng độ EDTA 0,01 M (4.2.36);

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

m_x là khối lượng mẫu có trong 50 ml "dung dịch A" lấy đem xác định sắt oxit, tính bằng gam.

TCVN 6533 : 1999

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 (Al_2O_3)

7.5.1 Nguyên tắc

Tách nhôm khỏi các thành phần khác bằng kiềm mạnh. Tạo phức giữa nhôm với EDTA dư ở pH 5,5; chuẩn độ lượng dư EDTA bằng dung dịch kẽm acetat theo chỉ thị xylenon da cam, từ đó tính ra hàm lượng nhôm oxit.

7.5.2 Cách tiến hành

Thêm từ từ 100 ml "dung dịch A" vào cốc đã chứa sẵn 30 ml dung dịch natri hydroxit 30% và 1 g natri cacbonat (4.1.1), khuấy đều. Đun sôi dung dịch 5 phút, làm nguội, chuyển vào bình định mức 250 ml, thêm nước tới vạch mức, lắc đều. Lọc dung dịch qua giấy lọc chày nhanh khô, phễu khô, vào bình nón khô; "dung dịch lọc" này dùng để xác định nhôm.

Lấy 100 ml dung dịch lọc vào cốc, thêm tiếp vào cốc:

- 25 ml dung dịch EDTA 0,025 M (4.2.37) khi hàm lượng $Al_2O_3 \leq 45\%$;
- 40 ml dung dịch EDTA 0,025 M (4.2.37) khi hàm lượng $Al_2O_3 > 45\%$.

Thêm tiếp vào cốc 1 giọt chỉ thị phenolphthalein 0,1%, dùng axit clohydric (1+1) và natri hydroxit 10% điều chỉnh dung dịch đến hết màu hồng. Thêm vào cốc từ 20 - 25 ml dung dịch đệm pH 5,5 và đun sôi dung dịch từ 3 - 5 phút.

Lấy cốc khỏi bếp đun, để nguội, thêm vào cốc vài giọt chỉ thị xylenon da cam, chuẩn độ dung dịch trong cốc bằng dung dịch kẽm acetat 0,025 M (4.2.38), đến khi dung dịch chuyển từ màu vàng sang hồng; ghi thể tích dung dịch kẽm acetat tiêu thụ (V_{Zn}).

7.5.3 Tính kết quả

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

$$Al_2O_3 = \frac{0,001\ 274\ 5 \cdot K_2 \cdot (V - k_3 \cdot V_{Zn})}{m_x} \times 100$$

trong đó

0,001 274 5 là số gam nhôm oxit tương ứng với 1 ml EDTA 0,025 M;

K_2 là hệ số nồng độ dung dịch EDTA 0,025 M (4.2.37);

V là thể tích dung dịch EDTA 0,025 M (4.2.37) đã lấy để tạo phức với nhôm, tính bằng mililit;

k_3 là tỷ số nồng độ giữa dung dịch $Zn(CH_3COO)_2$ 0,025 M và dung dịch EDTA 0,025M;

7.6.3 Tính kết quả

Hàm lượng titan dioxit (TiO_2) tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$Ti_2O = \frac{m}{m_x} \times 100$$

trong đó

m là lượng titan dioxit tìm được từ đồ thị chuẩn, tính bằng gam;

m_x là khối lượng mẫu có trong 25 ml "dung dịch A" lấy đem xác định titan, tính bằng gam.

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

7.7 Xác định hàm lượng canxi oxit (CaO)

7.7.1 Nguyên tắc

Loại sắt, nhôm, titan, ... khỏi dung dịch chứa canxi và magie bằng amoni hydroxyt; chuẩn độ lượng canxi bằng EDTA theo chỉ thị fluorexon trong môi trường kiềm của kali hydroxit.

7.7.2 Cách tiến hành

Lấy 100 ml "dung dịch A" vào cốc, thêm khoảng 2 g amoni clorua (4.1.6), đun nóng dung dịch đến 70 - 80 °C, nhỏ giọt dung dịch amoni hydroxit (1+1) đến khi bắt đầu xuất hiện kết tủa hydroxit, cho dư từ 1 - 2 giọt nữa.

Đun nóng dung dịch ở nhiệt độ trên khoảng từ 10 - 15 phút. Lọc dung dịch qua giấy lọc chày nhanh vào bình định mức 250 ml, rửa kết tủa và cốc bằng dung dịch amoni nitrat (NH_4NO_3) 2% nóng từ 3 - 4 lần, sau đó rửa bằng nước cất nóng đến hết ion clorua trong nước rửa; thêm nước tới vạch mức, lắc đều, được "dung dịch B" dùng để xác định canxi và magie.

Lấy 100 ml "dung dịch B" vào cốc, thêm 20 ml dung dịch kali hydroxit 25 %, 2 ml dung dịch kali xianua 5 % và một ít hỗn hợp chỉ thị fluorexon 1 % (4.1.9), dung dịch có màu vàng xanh huỳnh quang. Đặt cốc trên một nền màu đen, dùng dung dịch EDTA 0,01 M (4.2.36) chuẩn độ dung dịch trong cốc đến khi dung dịch chuyển màu từ xanh huỳnh quang sang hồng; ghi thể tích EDTA tiêu thụ (V_1).

7.7.3 Tính kết quả

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

$$\text{CaO} = \frac{0,000\ 56 \times K_1 \times V_1}{m_x} \times 100$$

trong đó

0,000 56 là khối lượng canxi oxit tương ứng với 1 ml dung dịch EDTA 0,01 M, tính bằng gam;

K_1 là hệ số nồng độ dung dịch EDTA 0,01 M (4.2.36);

V_1 là thể tích dung dịch EDTA 0,01 M tiêu thụ để chuẩn độ lượng canxi, tính bằng mililit;

m_x là khối lượng mẫu có trong 100 ml "dung dịch B" lấy đem xác định canxi, tính bằng gam.

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

7.8 Xác định hàm lượng magiê oxit (MgO)

7.8.1 Nguyên tắc

Xác định tổng hàm lượng canxi và magiê oxit trong "dung dịch B" bằng EDTA ở pH 10,5 theo chỉ thị màu eriocrom T đen (ET00), tính lượng magiê từ hiệu số lượng EDTA đã tiêu thụ để chuẩn độ tổng lượng canxi - magiê và chỉ riêng lượng canxi.

7.8.2 Cách tiến hành

Lấy 100 ml "dung dịch B" vào cốc, thêm 20 ml dung dịch đệm pH 10,5, 2 ml dung dịch kali xianua 5 % và vài giọt dung dịch chỉ thị màu eriocrom T đen 1 % (4.2.27).

Chuẩn độ dung dịch bằng dung dịch EDTA 0,01 M, đến khi màu chuyển từ tím đỏ sang xanh nước biển, ghi thể tích EDTA tiêu thụ (V_2).

7.8.3 Tính kết quả

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

$$\text{MgO} = \frac{0,000\ 403 \times K_1 \times (V_2 - V_1)}{m_x} \times 100$$

trong đó

0,000 403 là khối lượng magiê oxit tương ứng với 1 ml dung dịch EDTA 0,01 M, tính bằng gam;

K_1 là hệ số nồng độ dung dịch EDTA 0,01 M (4.2.36);

V_2 là thể tích dung dịch EDTA 0,01 M tiêu thụ để chuẩn độ tổng lượng canxi và magiê, tính bằng mililit;

V_1 là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ để chuẩn độ riêng lượng canxi (7.7.2), tính bằng mililit;

m_x là khối lượng mẫu có trong 100 ml "dung dịch B" lấy để xác định magiê, tính bằng gam.

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

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

7.9.1 Nguyên tắc

Hoà tan mẫu thử thành dung dịch và loại bớt các nguyên tố cản trở (sắt, nhôm, titan, ...) bằng cách kết tủa trong môi trường kiềm amoniac, thu lấy dung dịch lọc. Xác định hàm lượng các oxit kim loại kiềm có trong dung dịch lọc bằng một trong hai loại thiết bị sau:

- quang phổ hấp thụ nguyên tử với các nguồn bức xạ đơn sắc ứng với bước sóng 766,5 nm (cho kali) và 589,0 nm (cho natri);
- quang phổ ngọn lửa với các kính lọc sáng ứng với bước sóng 768 nm (cho kali) và bước sóng 589 nm (cho natri).

7.9.2 Cách tiến hành

Đun dung dịch mẫu thử được phân giải bằng axit flohydric (7.2.3) đến khoảng 70°C; nhỏ giọt amoni hydroxit (1+1) đến xuất hiện kết tủa, cho dư từ 1 giọt đến 2 giọt amoni hydroxit nữa, đun dung dịch tới sôi.

Lọc dung dịch khi còn nóng qua giấy lọc chày nhanh vào bình định mức 250 ml, dùng nước cất rửa sạch cốc và kết tủa đến hết ion clo trong nước rửa (thử bằng dung dịch bạc nitrat 0,5%); để nguội, thêm nước tới vạch mức, lắc đều thu được "dung dịch C".

Lấy 25 ml "dung dịch C" vào bình định mức 250 ml, thêm nước tới vạch mức, lắc đều; thu được dung dịch pha loãng 10 lần: "dung dịch D".

1 ml dung dịch D chứa: 0,000 1 g mẫu (0,1 mg/ml).

Thực hiện thao tác đo kali trong "dung dịch D" trên máy quang phổ ngọn lửa (hoặc máy quang phổ hấp thụ nguyên tử) theo đúng hướng dẫn sử dụng của nhà sản xuất thiết bị, dùng dung dịch mẫu trắng làm dung dịch so sánh. Ghi lại giá trị đo được (trị số điện kế hoặc độ hấp thụ, ...). Dựa vào đồ thị chuẩn tìm ra nồng độ K_2O trong dung dịch mẫu thử (C_m).

Xây dựng đồ thị chuẩn

Lấy 6 bình định mức 100 ml, lần lượt thêm một thể tích dung dịch tiêu chuẩn kali oxit làm việc ($K_2O = 0,01$ mg/ml) theo thứ tự sau: 0 ; 2 ; 5 ; 10 ; 15 và 20 ml , thêm nước cất tới vạch mức và lắc đều. Nồng độ kali oxit trong các bình này lần lượt là: 0,0000 ; 0,0002 ; 0,0005 ; 0,0010 ; 0,0015 ; 0,0020 mg/ml.

Thực hiện thao tác đo kali trong từng bình trên máy quang phổ ngọn lửa (hoặc máy quang phổ hấp thụ nguyên tử) như đã thực hiện ở phần trên, dùng dung dịch trong bình không chứa kali làm dung dịch so

sánh. Ghi lại giá trị đo (trị số điện kế hoặc độ hấp thụ; ...) của từng bình. Từ nồng độ kali oxit trong mỗi bình và giá trị đo được trên máy tương ứng, xây dựng đồ thị chuẩn.

-Tiến hành tương tự để phân tích natri oxit từ "dung dịch D" và xây dựng đường chuẩn để xác định hàm lượng natri oxit.

7.9.3 Tính kết quả

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

$$K_2O \text{ (hoặc } Na_2O) = \frac{C_m}{C} \times 100$$

trong đó

C là nồng độ mẫu thử trong "dung dịch D" đem đo trên máy, tính bằng mg/ml;

C_m là nồng độ kali oxit (hoặc natri oxit) tìm được trên đường chuẩn, tính bằng mg/ml.

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