

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

Nhóm II

CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM	CÁT XÂY DỰNG PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SUNFAT, SUNFIT	TCVN 346 - 86
ỦY BAN KHOA HỌC VÀ KỸ THUẬT NHÀ NƯỚC		Có hiệu lực từ 1-1-1988

(Ban hành theo quyết định số 1043/QĐ ngày 31-12-1986)

Tiêu chuẩn này ban hành để thay thế TCVN 346-70, xác định hàm lượng sunfat, sunfit tính ra SO_3 .

1. THIẾT BỊ VÀ THUỐC THỬ

Cân kỹ thuật;
Lưới sàng (4900 lỗ/cm²);
Cân phân tích;
Bình hút ẩm;
Tủ sấy;
Cốc nung (dung tích 500ml);
Máy khuấy;
Bếp điện;
Lò nung;
Máy lắc;
Bình đong (dung tích 1000ml).
Thuốc thử (chất chỉ thị bari clorua);
Metyl đỏ.

2. CHUẨN BỊ MẪU THỬ

2.1. Lấy mẫu theo TCVN 337-86.

2.2. Sàng mẫu qua lưới sàng có kích thước mắt sàng 5mm để loại bỏ những hạt sỏi ra. Lấy 400g cát đem nghiền nhỏ cho lọt qua lưới sàng (4900 lỗ/cm²). Từ đó lấy 200g cát đã nghiền nhỏ chia làm 2 phần để tiến hành thử 2 lần song song. Số cát đã nghiền còn dư lại dùng để thăm dò SO_3 trước khi định lượng.

3. TIẾN HÀNH THỬ

3.1. Thủ thăm dò : Đổ 40-50g cát đã nghiền vào cốc 500ml cho thêm vào 250ml nước cát khuấy đều trong thời gian trên 4 giờ sau đó nhò 2-3 giọt axit clohydrich và 5ml bariClorua 10% vào cốc, đun tới 50°C rồi để yên trong 4 giờ. Khi trong cốc đó lắng chất màu trắng tức là trong cát có chứa các muối gốc sunfat sunfit. Lúc đó cần tiến hành thử để xác định hàm lượng SO₃.

3.2. Lấy 100g cát đã sấy khô đến khối lượng không đổi và đã nghiền nhỏ cho lọt qua lưới sàng (4900 lỗ/cm²). Đổ mẫu thử vào bình có 500ml nước cát, đút nút kín, bọc sáp bên ngoài và lắc đều trong thời gian không ít hơn 4 giờ. Sau đó lại quay đều và lọc qua giấy lọc. Lấy 100ml dung dịch đã lọc, cho vào cốc nung có chứa 250ml nước cát, nhò 4-5 giọt chất chỉ thị màu vào đó để cho dung dịch biến màu. Nhò axit clohydrich (HCl) vào cốc cho đến khi dung dịch có màu đỏ thì lại nhò 4-5 giọt chất chỉ thị màu vào đó. Đun dung dịch đến gần sôi, đổ 15ml bariClorua (BaCl₂) 10% vào cốc rồi trộn đều lên. Muốn cho bari sunfat (BaSO₄) kết tinh nhiều thì đem đun dung dịch tới 60-70°C trong 2 giờ rồi để yên trong vài giờ hoặc để cách đệm.

Lọc dung dịch qua giấy lọc không tro đá nhúng nước, tráng cốc bằng nước lọc và cũng đổ lên giấy lọc cho cặn dạng bột trên giấy lọc.

Bỏ giấy lọc cặn vào chén nung đã rửa sạch và cân sẵn. Đặt chén nung vào lò nung có nhiệt độ 700-800°C trong 15-20 phút. Lấy chén ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng rồi đem cân bằng cân phân tích, chính xác đến 0,0001g.

4. TÍNH KẾT QUẢ

4.1. Hàm lượng SO₃ chứa trong mẫu thử (P) tính bằng phần trăm (%) chính xác đến 0,01% theo công thức:

$$P = 5 \frac{(m_1 - m_0)}{m} \cdot 100 \cdot 0,343$$

Trong đó:

m₁ - Khối lượng chén chứa cặn, tính bằng g

m₀ - Khối lượng chén không chứa cặn, tính bằng g.

m - Khối lượng mẫu thử, tính bằng g.

0,343 - Hệ số chuyển BaSO₄ thành SO₃.