

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9911:2013

**ĐẤT, ĐÁ QUẶNG NHÓM SILICAT - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG
SILIC OXIT - PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG**

Soils, rocks and ores of silicate group - Determination of silica content - Volumetric method

HÀ NỘI - 2013

Lời nói đầu

TCVN 9911 : 2013 do Tổng Cục Địa chất và Khoáng sản biên soạn, Bộ Tài nguyên và Môi trường đề nghị Tổng Cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Đất, đá, quặng nhóm Silicat -

xác định hàm lượng silic oxit - Phương pháp khối lượng

Soils, rocks and ores of silicate group - Determination of silica content - Volumetric Method

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích khối lượng xác định hàm lượng silic oxit (SiO_2) từ 20% trở lên trong các đất đá có silicat phục vụ cho công tác điều tra cơ bản địa chất về khoáng sản, thăm dò khoáng sản.

2. Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu ghi năm công bố thì áp dụng phiên 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 các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 4851 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

TCVN 7151 (ISO 648), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet một mức*

TCVN 7153 (ISO 1042), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Bình định mức*

TCVN 9924:2013, *Đất, đá, quặng – Quy trình gia công mẫu sử dụng cho các phương pháp phân tích hóa học, hóa lý, ronghen, nhiệt.*

3. Nguyên tắc

Mẫu đem phân tích phải có cỡ hạt không lớn hơn 0,074mm và được sấy khô trước đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ 105°C đến 110°C.

Tùy theo đặc điểm thành phần, mẫu được phá huỷ thành dung dịch bằng cách nung chảy với natri cacbonat hoặc kali hidroxit. Sau đó, hòa tan khối chảy bằng axit clohidric. Silic tách ra ở dạng axit silicic có mặt chất đông tụ keo là gelatin và được xác định bằng phương pháp khối lượng sau khi xử lý oxit silic thu được bằng axit flohidric.

4. Hóa chất, thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước phù hợp với loại 2 của TCVN 4851 (ISO 3696).

4.1 Axit clohidric, $d=1,19$, các dung dịch (1+1) và 2%.

TCVN 9911:2013

4.2 Axit sunfuric, $d = 1,84$. dung dịch (1+1).

4.3 Axit flohidric, 40%.

4.4 Gelatin, dung dịch 1% mới pha. Hòa tan 1 gam gelatin trong 100 ml nước khi đun nóng đến 70°C.

4.5 Natri cacbonat khan.

4.6 Kali hidroxit.

4.7 Kali pyrosunfat

5. Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị, dụng cụ phòng thử nghiệm thông thường, bao gồm pipet một mức, bình định mức phù hợp với các quy định trong TCVN 7151 (ISO 648) và TCVN 7153 (ISO 1042), (trừ khi có quy định khác), và các thiết bị, dụng cụ sau.

5.1 Cân phân tích, độ chính xác $2 \cdot 10^{-4}$ g.

5.2 Lò nung, có điều khiển nhiệt độ 1000°C

5.3 Chén bạch kim, có dung tích 30 ml.

5.4 Chén niken, có dung tích 30-50 ml.

5.5 Cốc thủy tinh chịu nhiệt, có dung tích 250 ml.

5.6 Bình hút ẩm, Φ 25 cm.

5.7 Bình định mức, có dung tích 250 ml.

6. Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị và gia công mẫu thử theo TCVN 9924:2013, Đất, đá, quặng – Quy trình gia công mẫu sử dụng cho các phương pháp phân tích hóa học, hóa lý, rơnghen, nhiệt

7. Cách tiến hành

7.1. Phân hủy phần mẫu thử

7.1.1. Phân hủy bằng cách nung chảy với natri cacbonat

Cân 0,5000 gam mẫu, trộn đều với 3 gam natri cacbonat trong chén bạch kim, phủ lên trên mẫu một lớp natri cacbonat nữa. Tiến hành nung chảy trong lò từ nhiệt độ thấp đến khoảng 900-980°C và giữ ở nhiệt độ này trong 20-25 phút. Khi mẫu chảy thành một khối linh động đồng nhất, lấy chén ra khỏi lò. Rửa thành ngoài và đáy chén bằng nước. Đặt chén vào cốc chịu nhiệt 250 ml, cẩn thận rót vào cốc 30-35 ml dung dịch axit clohidric (1+1) để lấy khối chảy ra khỏi chén. Rửa sạch chén bằng axit clohidric (1+1), sau đó bằng nước.

7.1.2. Phân hủy bằng cách nung chảy với kali hidroxit

Cân 0,5000 gam mẫu cho vào chén niken đã có sẵn 4 +5 gam kali hidroxit đã làm mất nước trên bếp điện hoặc trong lò nung ở nhiệt độ 200-300°C. Tiến hành nung chảy trong lò ở nhiệt độ thấp đến khoảng 600- 650°C và giữ ở nhiệt độ này trong 10-15 phút.

Khi mẫu chảy thành một khối linh động đồng nhất, lấy chén ra khỏi lò. Rửa thành ngoài và đáy chén bằng dung dịch axit clohidric 2%. Đặt chén vào cốc chịu nhiệt 250 ml, cẩn thận rót vào cốc 30-50 ml nước nóng để lấy khối chảy ra khỏi chén. Rửa sạch chén bằng axit clohidric (1+1), sau đó bằng nước nóng. Hòa tan khối chảy bằng 20 + 25 ml axit clohidric d=1,19.

7.2. Tách axit silicic và xác định silic dioxit

Dung dịch thu được bằng một trong hai cách phân hủy mẫu ở trên đem đun nóng và làm bay hơi trên bếp cách thủy hoặc cách cát. Thỉnh thoảng dùng đũa thủy tinh khuấy dung dịch và làm toai kết tủa. Cho dung dịch đến dạng muối ẩm. Sau đó thêm 10 ml dung dịch axit clohidric d=1,19. Tia nước rửa thành cốc rồi đun nóng để hoà tan muối. Cho 10 ml dung dịch gelatin 1%, khuấy kỹ dung dịch 2-3 phút. Thêm 30 ml nước nóng. Để yên trên bếp cách thủy 10 phút.

Lọc dung dịch vào bình định mức 250 ml qua giấy lọc băng xanh (Φ 11 cm). Rửa kết tủa 3-4 lần bằng axit clohidric 2% và sau đó rửa 8-10 lần bằng nước nóng đến sạch ion Cl⁻ (thử bằng dung dịch bạc nitrat).

Chuyển kết tủa vào chén bạch kim đã được nung trước ở 900°C đến khối lượng không đổi. Tro hoá giấy lọc và nung kết tủa ở 950°C trong 1,5 - 2 giờ. Lấy chén ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và đem cân. Nếu cần, tiếp tục nung đến khi khối lượng cân được không thay đổi. Cho vào kết tủa vài giọt axit sunfuric (1+1); 5-6 ml axit flohidric 40%. Đun nóng đến thoát khí anhidrit sunfurơ và bốc khô.

Phần bã còn lại trong chén sau khi xử lí với axit flohidric ở trên đem nung ở 950°C trong 10 phút. Lấy ra, để nguội trong bình hút ẩm rồi cân lại khối lượng.

Hiệu số khối lượng trước và sau khi xử lí bằng axit là lượng silic dioxit.

Bã trong chén sau khi cân đem nung chảy với 1 gam kali pyrosuntat ở nhiệt độ 400 - 450°C trong 10 phút. Hoà tan khối chảy bằng nước nóng để axit hoá bằng vài giọt axit clohidric. Dung dịch thu được đem nhập với phần nước lọc tách silic trong bình định mức 250 ml ở trên. Định mức đến vạch bằng nước. Lắc đều dung dịch (dung dịch I) Dung dịch này dùng để xác định các nguyên tố tiếp theo (nhôm, sắt, titan, canxi, magie v.v.).

8.1. Tính hàm lượng silic dioxit

Hàm lượng silic dioxit được tính theo công thức:

$$\%SiO_2 = \frac{G_1 - G_2 - G_0}{G} \times 100$$

TCVN 9911:2013

trong đó:

- G₁: Khối lượng chén và tủa silic dioxit trước khi xử lí bằng axit flohidric, g;
- G₂: Khối lượng chén và bã sau khi xử lí bằng axit flohidric, g;
- G₀: Khối lượng tạp chất trong mẫu trắng sau khi xử lí bằng axit flohidric, g;
- G: Khối lượng phần mẫu thử, g.

8.2. Sai số phân tích

Sai lệch lớn nhất của hai kết quả xác định song song hoặc đối song không vượt quá giá trị Δ trong bảng sau:

Số TT	Cấp hàm lượng (% SiO ₂)	Sai lệch tuyệt đối (Δ) (%)
1	20,0 + <30	0,4
2	30,0 + <40	0,5
3	40,0 + <50	0,6
4	50,0 + <60	0,7
5	60,0 + <70	0,8
6	>70	0,9

9. Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm các thông tin sau:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Nhận dạng mẫu thử;
- c) Tên và địa chỉ phòng thử nghiệm;
- d) Ngày tiến hành thử nghiệm;
- e) Ngày báo cáo kết quả thử;
- f) Bất kỳ các đặc điểm đã ghi nhận trong quá trình xác định, các thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này có thể ảnh hưởng đến kết quả của mẫu thử.

Thư mục tài liệu tham khảo

Tiêu chuẩn ngành – Phương pháp khối lượng xác định hàm lượng silic trong quặng silicat (ký hiệu T.C.N. 01-1 PTH/94).
