

BỘ XÂY DỰNG
Số: 03/2004/QĐ-BXD

CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM
Độc lập - Tự do - Hạnh phúc
Hà Nội, ngày 10 tháng 3 năm 2004

QUYẾT ĐỊNH CỦA BỘ TRƯỞNG BỘ XÂY DỰNG

Về việc ban hành Tiêu chuẩn xây dựng Việt Nam TCXD VN 312: 2004

Đá vôi - Phương pháp phân tích hoá học

BỘ TRƯỞNG BỘ XÂY DỰNG

Căn cứ Nghị định số 36/ 2003/ NĐ - CP ngày 04 / 04 / 2003 của Chính Phủ quy định chức năng, nhiệm vụ, quyền hạn và cơ cấu tổ chức của Bộ Xây dựng.

Căn cứ biên bản ngày 29/ 9 / 2003 của Hội đồng Khoa học kỹ thuật chuyên ngành nghiệm thu tiêu chuẩn " Đá vôi - Phương pháp phân tích hoá học."

Xét đề nghị của Vụ trưởng Vụ Khoa học Công nghệ và Viện trưởng Viện Vật liệu xây dựng.

QUYẾT ĐỊNH:

Điều 1: Ban hành kèm theo quyết định này 01 Tiêu chuẩn Xây dựng Việt Nam TCXD VN 312: 2004 " Đá vôi - Phương pháp phân tích hoá học. "

Điều 2: Quyết định này có hiệu lực sau 15 ngày kể từ ngày đăng công báo .

Điều 3: Các Ông: Chánh Văn phòng Bộ, Vụ trưởng Vụ Khoa học Công nghệ, Viện trưởng Viện Vật liệu xây dựng và Thủ trưởng các đơn vị có liên quan chịu trách nhiệm thi hành Quyết định này ./.

Bộ xây dựng

Viện vật liệu xây dựng

Báo cáo dự thảo tiêu chuẩn

Đá vôi - Phương pháp phân tích hoá học

Hà nội - 2003

Bộ xây dựng

Viện vật liệu xây dựng

Báo cáo dự thảo tiêu chuẩn

Đá vôi - Phương pháp phân tích hoá học

TCXDVN2003

Mã số:

TCXDVN

Tiêu chuẩn xây dựng Việt Nam

CXDVN: 2003

Đá vôi - Phương pháp phân tích hoá học

Limestone - Methods of chemical analysis

Hà nội - 2003

Lời nói đầu

TCXDVN...:2003 do Viện Vật liệu xây dựng – Bộ Xây dựng biên soạn, Vụ Khoa học công nghệ – Bộ Xây dựng đề nghị, Bộ Xây dựng ban hành.

Mục lục Trang

Phạm vi áp dụng 3

Tiêu chuẩn viện dẫn 3

Qui định chung 3

Hoá chất, thuốc thử 4

Thiết bị, dụng cụ 7

Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu 8

Phương pháp thử 8

Xác định hàm lượng mất khi nung (MKN) 8

Xác định hàm lượng cặn không tan (CKT) 11

Xác định hàm lượng silic đioxit (SiO₂) 12

Xác định hàm lượng sắt oxit (Fe₂O₃) 14

Xác định hàm lượng nhôm oxit (Al₂O₃) 15

7.5.1 Xác định hàm lượng nhôm oxit (Al₂O₃) bằng phương pháp so màu 15

7.5.2 Xác định hàm lượng nhôm oxit (Al₂O₃) bằng phương pháp chuẩn độ phức chất 16

Xác định hàm lượng canxi oxit (CaO)	17
Xác định hàm lượng magiê oxit (MgO)	18
Xác định hàm lượng titan đioxit	19
Xác định hàm lượng lưu huỳnh trioxit (SO ₃)	20
Xác định hàm lượng clorua (Cl ⁻)	21
Xác định hàm lượng kali oxit (K ₂ O) và natri oxit (Na ₂ O)	22
Báo cáo kết quả thử nghiệm	22

TCXDVN

Tiêu chuẩn xây dựng Việt Nam

Đá vôi - Phương pháp phân tích hoá học

Limestone - Methods of chemical analysis

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hoá học để xác định các thành phần chủ yếu trong đá vôi.

Tiêu chuẩn này có thể áp dụng đối với các nguyên liệu có thành phần tương tự đá vôi (Vôi sống, vôi hydrat và đolômít).

2. Tiêu chuẩn viện dẫn

TCVN 4851-1989 (ISO 3696 : 1987) Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm - yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

TCVN 141: 1998 Xi măng - phương pháp phân tích hoá học

3. Qui định chung:

3.1. Hoá chất dùng trong phân tích có độ tinh khiết không thấp hơn tinh khiết phân tích (TKPT).

3.2. Nước dùng trong quá trình phân tích theo TCVN 4851-89 (ISO 3696 : 1987) hoặc nước có độ tinh khiết tương đương (sau đây gọi là "nước").

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.

3.4. Khối lượng riêng (d) của thuốc thử đậm đặc được tính bằng g/cm³

3.5. Các đồ thị chuẩn cho phương pháp so màu, quang phổ,... sau hai tháng phải kiểm tra lại. Nếu có sai lệch thì phải thiết lập lại đồ thị chuẩn theo đúng quy trình đã nêu trong tiêu chuẩn.

3.6. Mỗi chỉ tiêu phân tích được tiến hành song song trên hai lượng mẫu cân và 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.

3.7. Độ lặp lại của phép thử:

Chênh lệch tuyệt đối giữa kết quả của hai phép thử đơn độc lập nhận được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên những mẫu thử giống hệt nhau, trong cùng một phòng thí nghiệm, do cùng một người thao tác, sử dụng cùng một thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không lớn hơn trong không quá 5% các trường hợp.

3.8. Kết quả cuối cùng là giá trị trung bình cộng của hai kết quả phân tích tiến hành song song tính bằng phần trăm (%).

3.9. Xác định khối lượng không đổi

Xác định khối lượng không đổi bằng cách: nung mẫu đến nhiệt độ xác định và giữ ở nhiệt độ đó 15 phút, để nguội mẫu trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân. Quá trình được lặp lại cho đến khi độ chênh lệch giữa hai lần cân liên tiếp không vượt quá 0,0005g.

4. Hoá chất, thuốc thử

4.1 Natri cacbonat (Na_2CO_3) khan.

4.2 Kali cacbonat (K_2CO_3) khan.

4.3 Amoni clorua (NH_4Cl) tinh thể.

4.4 Axít clohydric (HCl) đậm đặc, $d = 1,19$; dung dịch (1+1); dung dịch (5+95); dung dịch (1+9).

4.5 Axít flohydric (HF) đậm đặc, $d = 1,12$ (38 % ÷ 40 %).

4.6 Axít sunfuric (H_2SO_4) đậm đặc, $d = 1,84$.

4.7 Axít nitric (HNO_3), dung dịch 10 %.

4.8 Axít acetic (CH_3COOH) đậm đặc, $d = 1,05 \div 1,06$.

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

4.10 Natri hydroxit (NaOH), dung dịch 10 %; dung dịch 30 %. Bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

4.11 Kali hydroxit (KOH), dung dịch 25 %. Bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

4.12 Kali xianua (KCN), dung dịch 5 %. Bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

4.13 Bari clorua (BaCl_2), dung dịch 10 %.

4.14 Axít sunfosalisilic, dung dịch 10 %.

4.15 Bạc nitrat (AgNO_3), dung dịch 0,5 %. Bảo quản trong bình thủy tinh màu.

4.16 Diantipyrin metan, dung dịch 2 %.

Khuấy đều 25ml axít sunfuric đậm đặc trong 300ml nước, thêm 20 g thuốc thử diantipyrin metan, khuấy đều cho tan hết thuốc thử, pha loãng thành 1 lít. Bảo quản trong chai thủy tinh màu.

4.17 Chất chỉ thị fluorexon 1 %.

Dùng cối chày thuỷ tinh nghiền mịn 0,1 g chỉ thị màu fluorexon với 10 g kali clorua, bảo quản trong lọ thuỷ tinh màu.

4.18 Chỉ thị Erio crom T đen (ETOO), dung dịch 0,1 %

Hoà tan 0,1 g chỉ thị ETOO trong 100ml rượu etylic 90 %, thêm 3 g hydroxylamin hydroclorua, khuấy đều. Bảo quản trong chai thuỷ tinh tối màu.

4.19 Chỉ thị amoni sắt III sunphát $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2$, dung dịch bão hoà.

4.20 Thioure, dung dịch 5 %. Hoà tan thuốc thử trong nước.

4.21 Chỉ thị xylenol da cam, dung dịch 0,1 %

Hoà tan 0,1gam thuốc thử xylenol da cam trong 100 ml nước.

4.22 Chỉ thị phenolphtalein, dung dịch 0,1 %

Hoà tan 0,1gam phenolphtalein trong 100ml rượu etylic 90 %

4.23 Dung dịch đệm pH = 4,2

Hoà 60ml axit axetic vào 300 ÷ 400 ml nước, thêm 100 ml NaOH 10 %, thêm nước thành 1 lít, khuấy đều.

4.24 Dung dịch đệm pH = 5,5

Hoà tan 100 ml amoni hydroxit đậm đặc vào 300 đến 400 ml nước, thêm 100 ml axit axetic, thêm nước thành 1 lít, khuấy đều.

4.25 Dung dịch đệm pH = 10,5

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

4.26 Dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M

Pha chế từ ống chuẩn (fixanal) EDTA 0,01 M

4.27 Dung dịch tiêu chuẩn bạc nitrat (AgNO_3) 0,1 N

Pha từ ống chuẩn (fixanal) AgNO_3 0,1 N. Bảo quản trong chai thuỷ tinh tối màu.

4.28 Dung dịch tiêu chuẩn amoni sunfoxianua (NH_4SCN) 0,1 N

Pha chế từ ống chuẩn (fixanal) amoni sunfoxianua 0,1 N.

4.29 Dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat 0,01 M

Hoà tan 2,2÷2,3 gam $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ vào 200 ml nước, thêm 2ml axit axetic đậm đặc, đun đến tan trong, pha loãng thành 1 lít.

* Xác định tỷ số nồng độ K giữa dung dịch EDTA 0,01 M và dung dịch kẽm axetat 0,01M

Lấy 20 ml dung dịch EDTA 0,01M (4.30) vào cốc dung tích 250 ml, thêm 100 ml nước và 20 ml dung dịch đệm pH = 5,5, thêm 2 đến 3 giọt chỉ thị xylenol da cam 0,1 %. Đun tới nhiệt độ 70 đến 80⁰C, chuẩn