

CANXI CACBONAT NHẸ Phương pháp thử Calcium carbonate light	TCVN 3912-84
	Có hiệu lực từ 1-1-1985

1. QUY ĐỊNH CHUNG

1.1 Mẫu đem phân tích các chỉ tiêu hoá học, trừ chỉ tiêu độ ẩm phải được sấy khô ở nhiệt độ 105-110⁰C và đựng trong lọ thuỷ tinh nút mài.

1.2 Các phép cân phải được tiến hành với độ chính xác đến 0,0002 g đối với phép xác định chất chính và độ mịn, và 0,001 g đối với các phép xác định tạp chất.

1.3 Hoá chất dùng trong các phép phân tích phải là loại tinh khiết phân tích TKPT . Nước cất phải theo TCVN 2117-77.

1.4 Các phép xác định phải được tiến hành song song trên hai mẫu thử và kết quả cuối cùng là trung bình cộng của các lần xác định.

1.5 Khối lượng riêng của các hoá chất được đặt trong ngoặc đơn ngay sau tên hoá chất.

1.6 Nồng độ phần trăm của dung dịch được hiểu là khối lượng chất tan tính bằng gam hoà tan trong 100 gam dung dịch

1.7 Độ chính xác của phép phân tích được đánh giá theo độ lệch cho phép của hai phép xác định song song được tiến hành bởi một thí nghiệm viên trong cùng một điều kiện thí nghiệm.

1.8 Độ lệch cho phép được hiểu là trị số tuyệt đối của hiệu số giữa hai kết quả của hai phép xác định song song.

II. LẤY MẪU VÀ CHUẨN BỊ MẪU

2.1 Để kiểm tra chất lượng canxi cacbonat nhẹ xuất khẩu cần lấy mẫu từ các lô sản phẩm có khối lượng không quá 50 tấn(tương đương với 2500 bao).

2.2 Lược đồ phương pháp lấy mẫu và chuẩn bị mẫu theo TCVN 1694-75. Tùy theo độ lớn của lô sản phẩm số bao cần chọn ngẫu nhiên trong lô để lấy mẫu được quy định trong bảng sau:

Số đơn vị bao có trong lô(M)	Số bao cần chọn ngẫu nhiên để lấy mẫu
Từ 16 đến 25	11
Từ 26 đến 63	16
Từ 64 đến 160	20
- 161 - 250	22
- 251 - 400	24
- 401 - 1000	24
-1001 - 2500	25

2.3 Khối lượng mẫu lấy ở mỗi đơn vị bao gói không ít hơn 100 g và khối lượng mẫu trung bình thí nghiệm lấy từ lô sản phẩm không ít hơn 1000 g.

III. PHƯƠNG PHÁP THỬ

3.1 Xác định tổng hàm lượng cacbonat tính theo CaCO₃

3.1.1 Hoá chất và dụng cụ

Bình nút mài và ống sinh hàn không khí;

Pipet có bầu loại 50 ml

Nước cất không chứa cacbon đioxit chuẩn bị theo TCVN 1055-77;

Natri hidroxit, dung dịch 1 N chuẩn bị theo TCVN 1055-71;

Axit clohidric, dung dịch 1 N chuẩn bị theo TCVN 1057-71;

Hỗn hợp chỉ thị cromocresol xanh, metyla đỏ chuẩn bị theo TCVN 1057-71.

3.1.2 Tiến hành phân tích

Cân khoảng 2 g mẫu cho vào bình nón dung tích 250 ml, lấy chính xác 50 ml axit clohidric và thận trọng cho vào hoà tan mẫu. Lấy ống sinh hàn không khí, lắp nhẹ rồi đun sôi trong năm phút rồi để nguội. Tráng rửa ống sinh hàn và thành bình bằng nước, thêm vào 3 giọt hỗn hợp chỉ thị, lắc đều rồi chuẩn độ bằng dung dịch natri hidroxit đến khi dung dịch chuyển từ tím đỏ sang xanh.

3.1.3 Tính kết quả

Tổng lượng cacbonat (X), tính bằng phần trăm CaCO₃ theo công thức :

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,05005 \cdot 100}{m}$$

trong đó :

V- thể tích dung dịch axit clohidric đúng 1 N đã lấy để hoà tan mẫu, tính bằng ml;

V₁- thể tích dung dịch natri hidroxit 1 N đã tiêu tốn khi chuẩn độ, tính bằng ml;

0,05005- lượng gam canxi cacbonat tương ứng với 1 ml dung dịch axit clohidric đúng 1 N;

m- khối lượng mẫu, tính bằng g;

3.1.4. Độ lệch cho phép giữa các kết quả xác định song song không quá 0,3 %.

3.2 Xác định độ kiềm

3.2.1 Hoá chất và dụng cụ

Axit clohidric, dung dịch 0,01 N chuẩn bị theo TCVN 1057-71;

Nước cất không chứa cacbon đioxit chuẩn bị theo TCVN 1055-71

Fenolftalein dung dịch 1 % trong cồn;

Microburet loại 2 ml.

3.2.2 Tiến hành phân tích

Cân khoảng 5 g mẫu vào bình nón dung tích 150 ml. Thêm vào chính xác 50 ml nước. Cẩn thận lắc khoảng 5 phút, đun sôi rồi lọc qua giấy lọc không tro đã được thấm ướt bằng nước cất đun sôi. Bỏ đi phần nước lọc đầu. Hút chính xác 25 ml dung dịch lọc vào bình nón dung tích 150 ml, thêm 2 giọt chỉ thị fenolftalein và chuẩn độ bằng dung dịch axit clohidric 0,01 N đến khi mất màu hồng của dung dịch.

3.2.3 Tính kết quả

Độ kiềm(X₁), tính ra CaO bằng phần trăm theo công thức:

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,00028 \cdot 50 \cdot 100}{m \cdot 25}$$

trong đó :

V-thể tích dung dịch axit clohidric đúng 0,01 N đã tiêu tốn khi chuẩn độ, tính bằng ml;

m- khối lượng mẫu, tính bằng g;

0,00028- lượng gam CaO tương ứng với 1 ml dung dịch axit clohidric đúng 0,01 N

Độ lệch cho phép giữa các kết quả song song không được vượt quá 0,02 %.

3.3 Xác định độ ẩm

3.3.1 Dụng cụ

Bình hút ẩm;

Chén cân thuỷ tinh nút mài loại 50; 30 ml.

3.3.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 5 g mẫu vào chén cân đã biết trước khối lượng. Mở nắp, sấy ở nhiệt độ 105-110 °C trong 2 giờ. Đậy nắp, để nguội trong bình hút ẩm 30 phút rồi cân. Lặp lại quá trình trên đến khối lượng không đổi. Các lần sau chỉ tiến hành sấy mỗi lần một giờ.

3.3.3 Tính kết quả

Độ ẩm (X₂), tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}$$

trong đó:

m- khối lượng mẫu, tính bằng g;

m₁- khối lượng chén cân và mẫu trước khi sấy, tính bằng g;

m₂- khối lượng chén cân và mẫu sau khi sấy, tính bằng g;

Độ lệch cho phép giữa các kết quả xác định song song không được vượt quá 0,02 %.

3.4 Xác định hàm lượng chất không tan trong axit clohidric

3.4.1 Hoá chất và dụng cụ

Axit clohydric, dung dịch 25 ;

Nước cất;

Bạc Nitrat, dung dịch 0,1 N

Bơm chân không

Chén lọc xốp C₄.

3.4.2 Tiến hành phân tích

Cân khoảng 10 g mẫu, cho vào cốc dung tích 400 ml, thấm ướt mẫu bằng nước (khoảng 15 ml). Cần thận thêm vào từng lượng nhỏ axit clohidric cho đến khi hết 50 ml. Đậy kín bằng nắp kính đồng hồ, lắc nhẹ rồi đun sôi và để trên bếp cách cát khoảng 1 giờ, lọc qua chén lọc đã biết trước khối lượng. Rửa cặn không tan và chén bằng nước cho hết ion clo (thử bằng bạc nitrat). Sấy chén và cặn không tan đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ 105-110 °C.

3.4.3 Tính kết quả

Hàm lượng chất không tan trong axit clohidric (X₃), tính bằng phần trăm theo công thức :

$$X_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \cdot 100$$

Trong đó :

m_1 - khối lượng chén tính bằng g

m_2 – khối lượng chén và cặn không tan, tính bằng g;

m - khối lượng mẫu, tính bằng g;

Độ lệch cho phép giữa các kết quả xác định song song không được vượt quá 0,03 %.

3.5 Xác định độ mịn qua sàng

3.5.1 Dụng cụ

Sàng, kích thước lỗ 0,125 mm theo TCVN 2230-77; đường kính 180 mm, chiều cao 40 mm; khối lượng sàng không quá 150 g;

Chổi lông bèn trong môi trường pH = 8-10

Cốc thuỷ tinh , dung tích 600 ml.

3.5.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 50 g mẫu cho vào cốc 500 ml, thêm vào 300 ml nước, khuấy đều rồi từ từ đổ lên mặt sàng đã biết khối lượng và đã được lãg ướt bằng nước. Dùng chổi lông và nước rửa sạch cốc và rửa nhẹ trên mặt sàng. Khi nước lãt qua sàng đã trong, quá trình rửa kết thúc. Sấy khô sàng ở nhiệt độ 105-110 °C trong 3 giờ. Để nguội trong bình hút ẩm 30 phút và cân

3.5.3 Tính kết quả

Độ mịn hay độ lãt qua sàng (X_4), tính bằng phần trăm theo công thức :

$$X_4 = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100$$

trong đó :

m - khối lượng mẫu, tính bằng g;

m_1 - khối lượng mẫu còn lại trên sàng, tính bằng g.

Độ lệch giữa hai kết quả xác định song song không được vượt quá 0,5%.