

TCVN 8654:xxx

Xuất bản lần 1

**THẠCH CAO VÀ CÁC SẢN PHẨM THẠCH CAO – PHƯƠNG PHÁP
PHÂN TÍCH HOÁ HỌC**

Standard test method for Chemical Analysis of Gypsum and Gypsum Products

HÀ NỘI - 2023

TCVN xxx:xxx

Mục lục	Trang
Lời nói đầu	4
1 Phạm vi áp dụng	5
2 Tài liệu viện dẫn	5
3 Thuật ngữ và định nghĩa	5
4 Chuẩn bị mẫu	6
5 Thiết bị, dụng cụ	7
6 Hóa chất	8
7 Xác định hàm lượng nước tự do	9
8 Xác định hàm lượng nước liên kết	11
9 Xác định hàm lượng carbon dioxide	13
10 Xác định hàm lượng silicon dioxide và các chất không hòa tan trong axit	15
11 Xác định hàm lượng iron oxide và oxide alumium	16
12 Hàm lượng calcium oxide	17
13 Xác định hàm lượng magnesium oxide	17
14 Xác định hàm lượng sunfua trioxide	18
15 Xác định hàm lượng chloride	19
16 Báo cáo kết quả	20
17 Quy trình thay thế xác định hàm lượng nước tự do trong thạch cao sử dụng cân độ ẩm	21
18 Quy trình thay thế xác định hàm lượng nước liên kết trong thạch cao sử dụng cân độ ẩm	23
19 Quy trình thay thế xác định hàm lượng hợp chất hữu cơ và carbon dioxide trong thạch cao bằng khối lượng hao hụt ở nhiệt độ cao	25
20 Quy trình thay thế xác định hàm lượng calcuim sulfate bằng phương pháp amonium acetate	27
21 Quy trình thay thế xác định hàm lượng sodium chloride bằng phương pháp Coulometric	29
22 Xác định hàm lượng cát trong vữa thạch cao đóng rắn	31
23 Hàm lượng sợi gỗ trong vữa thạch cao sợi gỗ	33
24 Xác định hàm lượng sodium bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử (phương pháp tùy chọn)	34
25 Xác định hàm lượng sodium bằng phương pháp quang kế ngọn lửa (phương pháp tùy chọn)	35
26 Xác định hàm lượng orthorhombic cyclooctasulfur (S8) trong tấm thạch cao	38
27 Xác định orthorhombic cyclooctasulfur (S8) trong các sản phẩm tấm thạch cao bằng sắc ký khí khối phổ (GC/MS).	39
28 Xác định orthorhombic cyclooctasulfur S8 trong sản phẩm thạch cao bằng sắc ký khí detector cộng kết điện tử (GC/ECD)	40
29 Xác định orthorhombic cyclooctasulfur (S8) trong lõi tấm thạch cao bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao và detector quang phổ UV (HPLC/UV).	42

Lời nói đầu

TCVN 8654:xxx thay thế TCVN 8654:2011

TCVN 8654:xxx xây dựng dựa trên ASTM C471M-20a *Standard Test Methods for Chemical Analysis of Gypsum and Gypsum Products (Metric)*

TCVN 8654:xxx do Viện Vật liệu xây dựng biên soạn, Bộ Xây dựng đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thạch cao và các sản phẩm thạch cao – Phương pháp phân tích hoá học

Standard test methods for Chemical Analysis of Gypsum and Gypsum Products

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này bao gồm các phân tích hoá học thạch cao và các sản phẩm tấm thạch cao, kể cả vữa thạch cao trộn sẵn, vữa thạch cao sợi gỗ và bê tông thạch cao.

1.2 Nội dung tham khảo các chú thích của phương pháp thử. Các chú thích (không bao gồm trong bảng và hình) không được coi là yêu cầu của tiêu chuẩn.

1.3 Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các vấn đề liên quan đến an toàn khi sử dụng. Người sử dụng tiêu chuẩn này có trách nhiệm tự thiết lập các nguyên tắc về an toàn và bảo vệ sức khỏe cũng như khả năng áp dụng phù hợp với các giới hạn quy định trước khi đưa vào sử dụng.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng 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 6910-1 (ISO 5725-1), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo - Phần 1: Nguyên tắc và định nghĩa chung*.

ASTM C11, *Terminology relating to gypsum and related building materials and systems (Thuật ngữ về thạch cao và các vật liệu xây dựng và hệ kết cấu liên quan)*.

ASTM C22/C22M, *Specification for Gypsum (Yêu cầu kỹ thuật đối với thạch cao)*.

ASTM C28/C28M, *Specification for Gypsum Plaster (Yêu cầu kỹ thuật đối với vữa thạch cao)*.

ASTM C59, *Specification for Gypsum Casting Plaster and Gypsum Molding Plaster (Yêu cầu kỹ thuật đối với Vữa thạch cao tạo hình và vữa thạch cao đúc khuôn)*.

ASTM C61, *Specification for Gypsum Keene's Cement (Yêu cầu kỹ thuật đối với xi măng thạch cao Keene)*.

TCVN xxx:xxx

ASTM C317/C317M Specification for Gypsum Concrete (Yêu cầu kỹ thuật đối với bê tông thạch cao).

ASTM C778, Standard Specification for Standard Sand (Yêu cầu kỹ thuật đối với cát tiêu chuẩn).

ASTM C842, Specification for Application of Interior Gypsum Plaster (Yêu cầu kỹ thuật đối với thi công thạch cao nội thất).

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa nêu trong ASTM C11 và các thuật ngữ định nghĩa sau:

3.1

Chất chuẩn (Calibration standard)

Một hỗn hợp các chất hoá học có chứa một lượng chất phân tích đã biết trước được sử dụng để liên kết tín hiệu phân tích đo được với nồng độ của chất phân tích.

3.2

Mẫu khô (Dried sample)

Mẫu đã loại bỏ hàm lượng nước tự do.

3.3

Chất nội chuẩn (Internal standard)

Một hoá chất được sử dụng trong quá trình định lượng Orthorhombic Cyclooctasulfur (S_8) bằng cách kiểm tra định lượng và hiệu chỉnh các sai lệch nhỏ về hiệu suất của thiết bị.

3.4

Dụng cụ chia mẫu (Riffle)

Bộ phận chia mẫu nạp bằng tay, dùng để chia mẫu thành các phần có khối lượng sấp xỉ bằng nhau.

3.5

Mẫu nhận được (Sample as received)

Phần mẫu đại diện của thạch cao thô hoặc sản phẩm thạch cao được đưa đến phòng thí nghiệm để phân tích, trong đó bao gồm cả cốt liệu, tạp chất và hàm lượng nước.

3.6

Chất chuẩn thay thế (Surrogate standard)

Một hoá chất được sử dụng để xác định hiệu suất chiết của S_8 .

3.7

Khối lượng không đổi (Constant weight)

Mẫu sau khi sấy ở nhiệt độ và thời gian quy định, làm nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm và cân. Sau đó, mẫu này được gia nhiệt tiếp ít nhất 30 min, làm nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm và cân lại. Chênh lệch khối lượng giữa hai lần cân không lớn hơn 0,2 mg thì được coi là mẫu đã được sấy khô tại nhiệt độ yêu cầu đến khối lượng không đổi.

4 Chuẩn bị mẫu

4.1 Nguyên tắc chung

Chuẩn bị mẫu chi tiết sẽ thay đổi tùy theo loại vật liệu được thử nghiệm.

4.1.1 Mẫu nhận được

Cân toàn bộ mẫu ngay sau khi mở hộp chứa vật liệu được nhận. Đây được coi là khối lượng của mẫu nhận được.

4.1.2 Sấy khô

Làm khô mẫu theo Điều 7. Cân khối lượng của mẫu đã sấy khô.

4.1.3 Đập mẫu

Đập và nghiền mẫu bằng tay với cối và chày hoặc thiết bị nghiền cơ học cho tới khi toàn bộ lượng mẫu lọt sàng 250 μm . Sử dụng một lượng mẫu vừa đủ sao cho sau khi sàng, lượng mẫu để thử nghiệm không nhỏ hơn 50 g. Nếu sử dụng thiết bị nghiền, cần đảm bảo nhiệt độ mẫu trong toàn bộ quá trình nghiền không được vượt quá 52 °C. Làm sạch thiết bị giữa các lần lấy mẫu. Trộn đều mẫu thử, bảo quản mẫu trong hộp có nắp đậy chặt để tránh bị nhiễm bẩn mẫu.

4.1.4 Hydrat hoá

Trộn đều và hydrat hoá mẫu có chứa các dạng calcium sulfate khác với dạng $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ hoặc anhydrit tự nhiên. Cho mẫu ngập vào nước cất và lưu trong thời gian không ít hơn 48 h. Sấy khô mẫu đã hydrat hoá trong tủ sấy ở nhiệt độ (45 ± 3) °C đến khối lượng không đổi và nghiền lại hoặc nghiền mẫu theo 4.1.3.

4.1.5 Rút gọn mẫu

Trộn đều mẫu thử, rút gọn mẫu lớn bằng phương pháp chia tư hoặc bằng tay chia để thu được một lượng mẫu khoảng 50 g.

4.2 Thạch cao (theo ASTM C22/C22M)

Các mẫu nhận được ở dạng cục hoặc dạng bột, tiến hành gia công mẫu và rút gọn mẫu theo 4.1.3 và 4.1.5.

4.3 Vữa thạch cao (theo ASTM C28/C28M)

4.3.1 Vữa thạch cao trộn sẵn, vữa thạch cao sợi gỗ

TCVN xxx:xxx

Sàng mẫu ở trạng thái khô qua sàng 150 µm, loại bỏ phần còn lại trên sàng. Cân phần mẫu và tính hàm lượng phần trăm của lượng mẫu lọt qua sàng. Sau đó, tiến hành rút gọn mẫu theo 4.1.5, trộn đều mẫu thử và hydrat hoá lại mẫu theo 4.1.4.

4.3.2 Vừa thạch cao mịn hoặc vừa trộn vôi

Rút gọn mẫu theo 4.1.5 và trộn đều mẫu rồi thực hiện hydrat hóa mẫu theo 4.1.4.

4.4 Vừa thạch cao tạo hình và vừa thạch cao đúc khuôn (theo ASTM C59)

Rút gọn mẫu đã được sấy khô theo 4.1.5. Trộn đều mẫu và thực hiện hydrat hóa lại mẫu theo 4.1.4.

4.5 Xi măng thạch cao Keene (theo ASTM C61)

Rút gọn mẫu đã sấy theo 4.1.5. Trộn không quá 1 % thạch cao đúc khuôn hoặc K₂SO₄ và hydrat hoá mẫu thử theo 4.1.4.

4.6 Bê tông thạch cao (theo ASTM C317/C317M)

Sàng mẫu đã sấy khô qua sàng 150 µm, loại bỏ phần còn lại trên sàng. Cân phần mẫu lọt sàng và tính hàm lượng phần trăm của lượng mẫu lọt qua sàng. Sau đó, tiến hành rút gọn mẫu theo 4.1.5, trộn đều mẫu thử và hydrat hoá lại mẫu theo 4.1.4.

4.7 Sản phẩm tấm thạch cao

Cắt nhỏ hoặc bẻ vụn mẫu ở trạng thái khô, dùng cối và chày đập dập để tách rời các mảnh giấy vụn. Nhặt và loại bỏ các vụn giấy này khỏi phần lõi thạch cao. Cần thận cạo hết phần bột còn sót lại trên giấy. Khi loại bỏ được hết phần giấy ra khỏi các mảnh của mẫu, tiến hành rút gọn mẫu theo 4.1.5.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Cân phân tích, có khả năng cân các chai, nắp và các mẫu.

5.2 Cân, có khả năng cân không nhỏ hơn 100 g, có độ chính xác đến 0,001 g.

5.3 Tủ sấy, có đối lưu cơ học hoạt động được ở nhiệt độ (45 ± 3) °C.

5.4 Bình hút ẩm, có khả năng đậy kín và chứa calcium chloride hoặc các chất hút ẩm tương đương.

5.5 Lò nung, có khả năng duy trì và đạt được nhiệt độ không nhỏ hơn 1000 °C.

5.6 Chén cân, bằng thủy tinh borosilicate hoặc gốm có nắp đậy kín.

5.7 Bếp gia nhiệt, có khả năng kiểm soát nhiệt độ, đến xấp xỉ nhiệt độ 120 °C.

5.8 Bát sứ, có dung tích từ 50 mL đến 100 mL.

5.9 Phễu lọc

5.10 Giấy lọc

5.11 Chén sứ

5.12 Cối và chày

5.13 Thiết bị kẹp hàm cơ học, có khả năng nghiền đá thạch cao có đường kính lên tới 50 mm.

5.14 Thiết bị nghiền cơ học, nghiền xiết hoặc có khả năng nghiền sao cho kích thước mẫu đầu ra dạng hạt tương đương với máy nghiền hàm quy định trong 5.13.

6 Thuốc thử**6.1 Độ tinh khiết của thuốc thử**

Sử dụng các thuốc thử có độ tinh khiết cấp phân tích trong tất cả các phép thử. Nếu sử dụng các cấp độ tinh khiết khác, cần đảm bảo hoá chất có đủ độ tinh khiết cao không để ảnh hưởng đến độ chính xác của phép thử.

6.1.1 Ammonium chloride (NH_4Cl).

6.1.2 Dung dịch ammonium hydroxide (NH_4OH) đậm đặc, $d = 0,9 \text{ g/mL}$.

6.1.3 Dung dịch ammonium nitrate (25 g/L), hoà tan 25 g ammonium nitrate (NH_4NO_3) trong nước và pha loãng thành 1 L.

6.1.4 Ammonium oxalate ($(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$).

6.1.5 Dung dịch barium chloride ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 100 g/L), hoà tan 100 g bari clorua ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) vào nước và pha loãng thành 1 L.

6.1.6 Calcium chloride (CaCl_2) khan, không chứa nước đến 5 %.

6.1.7 Axit hydrochloric đậm đặc (HCl), $d = 1,19 \text{ g/mL}$.

6.1.8 Axit hydrochloric (HCl) (1 + 4), hòa trộn một thể tích HCl với bốn thể tích nước.

6.1.9 Axit hydrochloric (HCl) (1 + 5), hòa trộn một thể tích HCl với năm thể tích nước.

6.1.10 Axit nitric (HNO_3) đậm đặc, $d = 1,42 \text{ g/mL}$.

6.1.11 Dung dịch potassium chromate (100 g/L), hòa tan 5 g potassium chromate trong 50 mL nước, khuấy đều, sau đó thêm 10 giọt dung dịch silver nitrate (AgNO_3) 0,05 N, để yên trong 5 min và lọc.

6.1.12 Dung dịch potassium permanganate (5,6339 g/L), hoà tan 5,6339 g potassium permanganate (KMnO_4) trong nước và pha loãng thành 1 L.

6.1.13 Dung dịch silver nitrate chuẩn (0,05 N), chuẩn bị và chuẩn hóa lại dung dịch silver nitrate 0,05 N.

6.1.14 Sodium ammonium phosphate ($\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$).

6.1.15 Axit sulfuric đậm đặc (H_2SO_4), $d=1,84 \text{ g/mL}$.

6.1.16 Axit sulfuric (H_2SO_4) (1 + 6), cẩn thận hòa trộn một thể tích H_2SO_4 đậm đặc ($d=1,84$) với sáu thể tích nước.

TCVN xxx:xxx

6.1.17 Axit nitric (HNO₃ 0,1 N), hòa trộn 1,4 mL Axit nitric đậm đặc ($d = 1,42$) vào 200 mL nước.

6.1.18 Dung dịch chỉ thị phenolphthalein, hòa tan 0,25 g phenolphthalein trong 30 mL methanol và pha loãng thành 50 mL.

6.1.19 Dung dịch sodium hydroxide (NaOH 0,1 N), hòa tan 1 g sodium hydroxide vào 250 mL nước.

6.1.20 Nước

Nước dùng trong quá trình phải phù hợp theo TCVN 4851-1989 (ISO 3696:1987) hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

7 Xác định hàm lượng nước tự do

7.1 Nguyên tắc

Sấy mẫu ở nhiệt độ (45 ± 3) °C đến khối lượng không đổi. Từ phần hao hụt khối lượng tính được hàm lượng nước tự do.

7.2 Ý nghĩa và ứng dụng

Phương pháp thử này sử dụng để xác định hàm lượng nước tự do trong mẫu khác với hàm lượng nước liên kết và để chuẩn bị mẫu cho các phép phân tích hoá học khác.

7.3 Cách tiến hành

7.3.1 Cân chính xác đến 0,001 g một lượng mẫu nhận được với khối lượng không nhỏ hơn 50 g, dàn mẫu thành lớp mỏng trong bình phù hợp. Đặt mẫu vào tủ sấy và sấy ở nhiệt độ (45 ± 3) °C đến khi thu được khối lượng không đổi. Lấy mẫu ra, để nguội trong bình hút ẩm và cân. Phần hao hụt khối lượng tương đương hàm lượng nước tự do.

7.3.2 Lưu mẫu trong bình kín hoặc bình hút ẩm để sử dụng cho các phần phân tích tiếp theo.

7.3 Tính toán và báo cáo kết quả

Tính và báo cáo kết quả theo phần trăm khối lượng hao hụt của mẫu nhận được.

7.4 Độ chụm và độ chệch

7.4.1 Độ chụm

Độ chụm của phương pháp dựa trên thử nghiệm liên phòng giữa 10 phòng thí nghiệm. Các phòng thử nghiệm đều phân tích hai mẫu giống nhau của hai loại thạch cao khác nhau. Tất cả các phòng thử nghiệm tham gia đều báo cáo năm kết quả thử nghiệm trên mỗi loại thạch cao.

7.4.1.1 Độ lặp lại (*r*)

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng phương pháp thử, cùng một nhân viên thí nghiệm, tại cùng một phòng thử nghiệm, cùng một thiết bị, trên cùng mẫu thử giống nhau trong một khoảng thời gian ngắn, trong điều kiện thí nghiệm không đổi và thực hiện chính xác theo phương pháp thử, vượt quá các giá trị sau chỉ một trong số 20 kết quả.

- Độ lặp lại có thể được hiểu là chênh lệch tối đa giữa hai kết quả, thu được trong các điều kiện lặp lại, được chấp nhận là hợp lý do các nguyên nhân ngẫu nhiên trong điều kiện vận hành đúng và bình thường của phương pháp thử.

- Giới hạn độ lặp lại được liệt kê trong Bảng 1.

7.4.1.2 Độ tái lập (R)

Chênh lệch giữa hai kết quả thử nghiệm đơn lẻ và độc lập, thu được khi thực hiện với những người thực hiện khác nhau, cùng một phương pháp trong các phòng thí nghiệm khác nhau, sử dụng các thiết bị thử nghiệm khác nhau trên các mẫu thử giống hệt nhau, với một thời gian thử nghiệm dài, trong điều kiện thông thường và thực hiện chính xác theo phương pháp thử, vượt quá các giá trị sau chỉ một trong số 20 kết quả.

- Độ tái lập có thể được hiểu là sự khác biệt tối đa giữa hai kết quả, thu được trong các điều kiện về độ tái lập, được chấp nhận là hợp lý do các nguyên nhân ngẫu nhiên trong điều kiện vận hành đúng và bình thường của phương pháp thử.

- Giới hạn độ tái lập được liệt kê trong Bảng 1.

7.4.1.3 Các thuật ngữ trên (giới hạn độ lặp lại và độ tái lập) được sử dụng theo quy định trong TCVN 6910-1 (ISO 5725-1).

7.4.1.4 Mọi đánh giá phù hợp với 7.4.1.1 và 7.4.1.2 có độ tin cậy khoảng 95 %.

7.4.2 Độ chệch

Tại thời điểm nghiên cứu, không có tài liệu tham khảo được chấp nhận phù hợp để xác định độ chệch cho phương pháp thử nghiệm này, do đó không có công bố về độ chệch.

7.4.3 Công bố về độ chụm được xác định thông qua thông kê của 278 kết quả, từ mười phòng thí nghiệm tham gia, trên hai loại vật liệu thạch cao.

7.4.4 Để đánh giá sự tương đương của hai kết quả thử nghiệm, nên chọn vật liệu có đặc trưng gần nhất với vật liệu thử nghiệm.

Bảng 1- Độ chụm và độ chệch của hàm lượng nước tự do từ 10 phòng thí nghiệm, 278 kết quả

Vật liệu	Số phòng thử nghiệm n	Trung bình ^A \bar{x}	Độ chệch chuẩn lặp lại S_r	Độ chệch chuẩn tái lập S_R	Giới hạn độ lặp lại r	Giới hạn Độ tái lập R
Thạch cao tự nhiên	10	1,906	0,287	0,287	0,803	0,803
Thạch cao FGD (Flue Gas Desulfurization)	10	9.909	0,281	0,514	0,786	1,440

^AGiá trị trung bình của các phòng thí nghiệm được tính trung bình cộng

8 Xác định hàm lượng nước liên kết

8.1 Nguyên tắc

Sấy mẫu sau khi đã xác định hàm lượng nước tự do theo Điều 7, ở nhiệt độ từ 215 °C đến 230 °C trong 2 h hoặc cho đến khi khối lượng không đổi. Từ phần hao hụt khối lượng, tính toán được hàm lượng nước liên kết.

8.2 Ý nghĩa và ứng dụng

Phương pháp thử này sử dụng để xác định hàm lượng phần trăm nước liên kết hóa học và sử dụng kết quả này để tính độ tinh khiết của thạch cao hoặc hàm lượng thạch cao hoặc vữa thạch cao trong các sản phẩm thạch cao.

8.3 Các yếu tố ảnh hưởng

Một số vật liệu, ví dụ như những hợp chất hữu cơ hoặc hợp chất đã hydrat hóa có thể bị phân hủy trong khoảng nhiệt độ tương tự, dẫn tới thu được kết quả cao hơn so với kết quả thực. Khi vượt quá nhiệt độ tối đa, một số muối carbonat sẽ bị phân hủy, điều này cũng dẫn tới kết quả cao.

8.4 Cách tiến hành

8.4.1 Đối với mỗi mẫu thử, sấy ba chén cân có nắp đậy ở nhiệt độ từ 215 °C đến 230 °C trong 2 h, lấy ra và để nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm. Cân chén cân và nắp đậy chính xác đến 0,0001 g và ghi lại khối lượng bì.

8.4.2 Lấy ba phần mẫu thử đã được chuẩn bị như trong Điều 4 và đã làm khô như Điều 7, mỗi phần mẫu có khối lượng khoảng 5 g vào ba chén cân đã cân biết khối lượng trước và cân chính xác đến 0,0001 g. Ghi lại khối lượng.

8.4.3 Đặt 3 chén cân có chứa mẫu thử vào tủ sấy, hé mở nắp và sấy khoảng 2 h hoặc sấy đến khi thu được khối lượng không đổi.

8.4.4 Đậy chặt các nắp chén cân và chuyển các chén cân vào bình hút ẩm, để nguội đến nhiệt độ phòng.

8.4.5 Cân các chén cân có chứa các phần mẫu thử, độ chính xác đến 0,0001 g.

8.4.6 Giữ lại mẫu thử cho phép phân tích carbon dioxide.

8.5 Tính toán và báo cáo kết quả

Hàm lượng nước liên kết (H_2O_{lk}) có trong thạch cao, tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$H_2O_{lk}, \% = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \quad (1)$$

trong đó:

m_0 là tổng khối lượng của chén cân và nắp, tính bằng gam;

m_1 là tổng khối lượng của chén cân, nắp và mẫu trước khi sấy, tính bằng gam;

m_2 là tổng khối lượng của chén cân, nắp và mẫu sau khi sấy, tính bằng gam.

8.6 Độ chụm và độ chệch

8.6.1 Độ chụm

Độ chụm của phương pháp dựa trên thử nghiệm liên phòng giữa 10 phòng thí nghiệm. Các phòng thử nghiệm đều phân tích hai mẫu giống nhau của hai loại thạch cao khác nhau. Tất cả các phòng thử nghiệm tham gia đều báo cáo năm kết quả thử nghiệm trên mỗi loại thạch cao.

8.6.1.1 Độ lặp lại (r)

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng phương pháp thử, cùng một nhân viên thí nghiệm, tại cùng một phòng thử nghiệm, cùng một thiết bị, trên cùng mẫu thử giống nhau trong một khoảng thời gian ngắn, trong điều kiện thí nghiệm không đổi và thực hiện chính xác theo phương pháp thử, vượt quá các giá trị sau chỉ một trong số 20 kết quả.

- Độ lặp lại có thể được hiểu là chênh lệch tối đa giữa hai kết quả, thu được trong các điều kiện lặp lại, được chấp nhận là hợp lý do các nguyên nhân ngẫu nhiên trong điều kiện vận hành đúng và bình thường của phương pháp thử.

- Giới hạn độ lặp lại được liệt kê trong Bảng 2.

8.6.1.2 Độ tái lập (R)

Chênh lệch giữa hai kết quả thử nghiệm đơn lẻ và độc lập, thu được khi thực hiện với những người thực hiện khác nhau, cùng một phương pháp trong các phòng thí nghiệm khác nhau, sử dụng các thiết bị thử khác nhau trên các mẫu thử giống hệt nhau, với một thời gian thử nghiệm dài, trong điều kiện thông thường và thực hiện chính xác theo phương pháp thử, vượt quá các giá trị sau chỉ một trong số 20 kết quả.

- Độ tái lập có thể được hiểu là sự khác biệt tối đa giữa hai kết quả, thu được trong các điều kiện về độ tái lập, được chấp nhận là hợp lý do các nguyên nhân ngẫu nhiên trong điều kiện vận hành đúng và bình thường của phương pháp thử.

- Giới hạn độ tái lập được liệt kê trong Bảng 2.

8.6.1.3 Các thuật ngữ trên (giới hạn độ lặp lại và độ tái lập) được sử dụng theo quy định trong TCVN 6910-1 .

8.6.1.4 Mọi đánh giá phù hợp với 8.6.1.1 và 8.6.1.2 có độ tin cậy khoảng 95 %.

8.6.2 Độ chệch

Tại thời điểm nghiên cứu, không có tài liệu tham khảo được chấp nhận phù hợp để xác định độ chệch cho phương pháp thử nghiệm này, do đó không có công bố về độ chệch.

8.6.3 Công bố về độ chụm được xác định thông qua thông kê của 278 kết quả, từ chín phòng thí nghiệm tham gia, trên hai loại vật liệu thạch cao.

TCVN xxx:xxx

8.6.4 Để đánh giá sự tương đương của hai kết quả thử nghiệm, nên chọn vật liệu có đặc điểm gần nhất với vật liệu thử nghiệm.

Bảng 2- Độ chụm và độ chệch của hàm lượng nước liên kết từ 9 phòng thí nghiệm, 278 kết quả

Vật liệu	Số phòng thử nghiệm n	Trung bình ^A \bar{x}	Độ chệch chuẩn lặp lại S_r	Độ chệch chuẩn tái lập S_R	Giới hạn độ lặp lại r	Giới hạn Độ tái lập R
Thạch cao tự nhiên	9	19,291	0,129	0,129	0,363	0,363
Thạch cao FGD (Flue Gas Desulfurization)	9	19,364	0,195	0,279	0,547	0,782

^AGiá trị trung bình của các phòng thí nghiệm được tính trung bình cộng

9 Xác định hàm lượng carbon dioxide

9.1 Nguyên tắc

Phân huỷ mẫu bằng axit HCl và khí CO₂ giải phóng được đưa qua một loạt bình lọc để loại bỏ nước và sulfide. Hấp thụ khí CO₂ bằng chất hấp thụ Ascarite, một chất hấp thụ có chứa sodium hydroxide. Xác định khối lượng tăng thêm của ống hấp thụ và được tính toán là phần trăm CO₂.

9.2 Ý nghĩa và ứng dụng

Phương pháp thử này sử dụng để phân tích carbon dioxide, sử dụng để ước tính các muối carbonate và carbon hữu cơ để điều chỉnh về hóa học.

9.3 Thuộc thử đặc biệt

9.3.1 Chất hút ẩm magnesium perchlorate, sử dụng để làm khô.

9.3.2 Chất hấp thụ chứa sodium hydroxide, một loại silica khô được phủ sodium hydroxide.

9.4 Thiết bị đặc biệt

Thiết bị được mô tả trong Hình 1, bao gồm các phần sau:

9.4.1 Bình làm sạch A, Fleming, chứa axit sulfuric.

9.4.2 Ống làm khô B, hình chữ U có hai nhánh và có các nút đậy thủy tinh. Các nhánh được định hình để giữ ống cao su. Bên trái chứa chất làm khan Anhydrone (magnesium perchlorate) và bên phải chứa ascarite.

9.4.3 Bình nón C, có dung tích 250 mL, có khớp thủy tinh nhám 24/20.

9.4.4 Phễu chiết D, có nút thủy tinh nhám và khớp nối rỗng thủy tinh nhám có thể hoán đổi cho nhau, ống phân phối uốn cong ở cuối kéo dài vào đáy bình mẫu cách đáy khoảng 15 mm được sử dụng để đưa Axit vào bình.

9.4.5 Ống sinh hàn E.

9.4.6 Bình rửa khí F, có dung tích 250 mL có gắn đĩa chứa nước cất để giữ lại phần lớn lượng axit bay hơi từ phản ứng kiềm.

9.4.7 Ống chữ U G, chứa kẽm nóng chảy làm lạnh nhanh để loại bỏ lượng vết HCl.

9.4.8 Bình rửa khí H, có dung tích 250 mL có gắn đĩa xốp chứa H₂SO₄ và bẫy I, để loại bỏ hết lượng hơi SO₃ đi qua.

9.4.9 Bình hấp thụ J, chứa chất làm khan (magnesium perchlorate) để loại bỏ vết hơi nước còn lại.

9.4.10 Bình hấp thụ CO₂, chứa đầy Ascarite bằng cách: ở đáy bình đặt một lớp bông thủy tinh kéo dài trên lỗ thoát đáy và trên lớp này là một lớp chất làm khan dày khoảng 10 mm, ngay phía trên lớp làm khan đặt một lớp bông thủy tinh khác, sau đó thêm ascarite vào đến gần đầy bình. Đặt một lớp chất làm khan trên cùng dày khoảng 10 mm lên trên Ascarite và phủ lên trên bằng một lớp bông thủy tinh.

9.4.11 Ống chữ U L, chứa đầy chất làm khan bên trái và chất Ascarite bên phải.

9.4.12 Bình làm sạch M, theo nguyên lý Fleming, chứa H₂SO₄.

9.5 Cách tiến hành

9.5.1 Cho mẫu đã được làm khô ở Điều 8 vào bình nón dung tích 250 mL (C), nối bình với thiết bị như trên Hình 1. Làm sạch hệ thống để loại bỏ khí CO₂ bằng cách cho một luồng khí sạch không chứa CO₂ đi qua hệ thống trong khoảng từ 10 min đến 15 min.

9.5.2 Cân bình hấp thụ, chính xác đến 0,0001 g và gắn vào phía đầu hệ. Tháo nút thủy tinh ra khỏi phễu chiết D, thêm 50 mL HCl loãng (1 + 1). Thay nút bằng khớp nối thủy tinh nhám rộng hoán đổi cho nhau và qua đó dẫn không khí tinh khiết đi qua. Mở khóa phễu chiết và cho không khí đi qua đỉnh phễu để đẩy axit clohydric vào bình nón (C).

9.5.3 Bắt đầu cho nước lạnh tuần hoàn qua sinh hàn (E), không khí không chứa CO₂ đi qua một dây bình hấp thụ với tốc độ vừa phải, đặt một bếp điện nóng hoặc đèn đốt khí dưới bình đựng mẫu và đun sôi trong khoảng 2 min. Lấy bếp điện ra và tiếp tục duy trì dòng khí đã được làm sạch vào với tốc độ ba bọt khí mỗi giây trong 10 min để loại sạch CO₂ ra khỏi thiết bị. Đóng nắp bình hấp thụ, ngắt bình hấp thụ ra khỏi hệ thống và cân, mở nút trong giây lát để cân bằng áp lực. Sử dụng bình hấp thụ thứ hai để làm đối trọng trong tất cả các lần cân trừ khi sử dụng cân đĩa đơn.

9.6 Tính toán và báo cáo kết quả

Hàm lượng carbon dioxide (CO₂) trong mẫu khô, bằng phần trăm, theo công thức:

$$\% \text{CO}_2 = \left(\frac{A-B}{C} \times 100 \right) \times (1 - D) \quad (2)$$

trong đó,

A là khối lượng bình hấp thụ và CO₂, tính bằng g;

B là khối lượng bình hấp thụ ban đầu, tính bằng g;

TCVN xxx:xxx

C là khối lượng mẫu, tính bằng g;

D là phần trăm nước liên kết được xác định trong Điều 8 biểu thị dưới dạng số thập phân.

Hàm lượng CO₂ trong mẫu nhận được, tính bằng phần trăm, theo công thức sau:

$$CO_2 = E \times (1 - F) \quad (3)$$

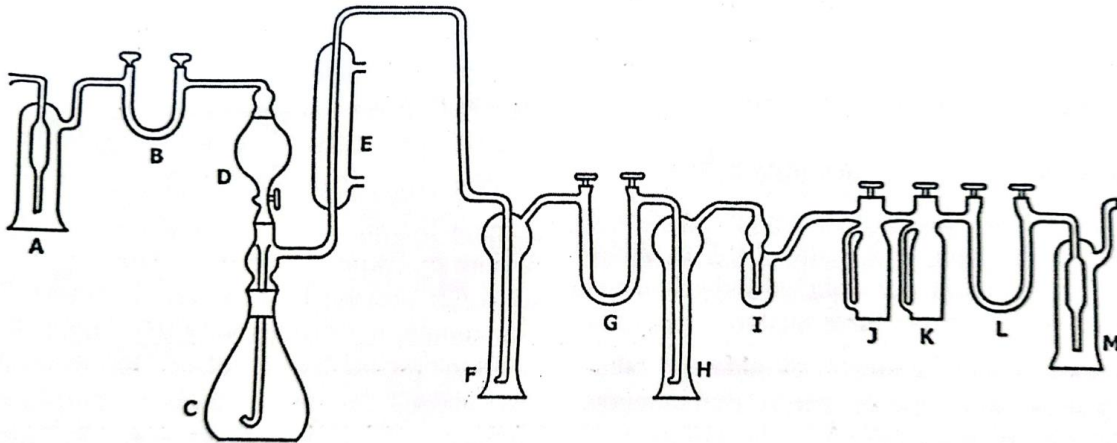
trong đó,

E là kết quả công thức (2);

F là phần trăm nước tự do được xác định trong Điều 7 biểu thị dưới dạng số thập phân.

9.7 Độ chụm và độ chệch

Hiện tại chưa có dữ liệu.



Hình 1- Sơ đồ thiết bị phân tích hàm lượng carbon dioxide

10 Xác định hàm lượng silicon dioxide và các chất không hòa tan trong axit

10.1 Nguyên tắc

Thạch cao và các thành phần hòa tan trong axit khác có trong mẫu thử được hòa tan trong axit hydrochloric loãng (HCl). Cân phần cặn còn lại và phần này được tính là silicon dioxide và các chất không tan trong axit.

10.2 Ý nghĩa và ứng dụng

Phương pháp thử này sử dụng để xác định silicon dioxide và các chất không tan trong axit, được sử dụng để công bố hàm lượng phần trăm của một trong các tạp chất trơ trong thạch cao và các sản phẩm thạch cao.

10.3 Cách tiến hành

Tiến hành thử trên ba lần cân mẫu.

10.3.1 Cân khoảng 1 g mẫu thử đã chuẩn bị theo Điều 4, chính xác đến 0,0001 g.

10.3.2 Chuyển mẫu vào bát sứ, thêm khoảng 50 mL axit hydrochloric (1 + 5). Làm bay hơi từ từ trên bếp điện đến khi khô hoàn toàn. Thực hiện quá trình bay hơi trong thời gian không ít hơn 20 min. Tiến hành tương tự đối với một bát sứ không chứa mẫu để làm mẫu trắng. Sau đó, để nguội đến nhiệt độ phòng.

10.3.3 Thêm lượng vừa đủ axit hydrochloric đặc ($d = 1,19$) để làm ướt phần cặn rắn. Thêm tiếp 20 mL nước, đun sôi và lọc qua giấy lọc. Rửa kỹ giấy lọc bằng không ít hơn 100 mL nước ở nhiệt độ phòng để kiểm tra có sự xuất hiện của ion chloride. Để tăng hiệu suất rửa giải sử dụng nhiều lượng nước nhỏ thay vì đổ đầy phễu lọc hai hoặc ba lần. Kiểm tra chloride của dịch lọc bằng cách lấy lượng nhỏ và thêm vài giọt dung dịch silver nitrate (AgNO_3) 0,1 M. Nếu xuất hiện kết tủa trắng thì cần rửa thêm.

10.3.4 Chuyển toàn bộ dịch lọc vào bát sứ khác, sấy khô ở nhiệt độ 120°C trong 1 h và để nguội. Thêm axit HCl ($d = 1,19$) vừa đủ vào cốc đã nguội để làm ướt phần cặn rắn. Thêm 50 mL nước và đun sôi.

10.3.5 Rửa phần còn lại lần hai trong bát sứ dụng giấy lọc khác, rửa kỹ phần cặn trên giấy lọc cho đến khi không còn chloride như trong 10.3.3. Gộp phần dịch lọc để phân tích hàm lượng sắt và nhôm.

10.3.6 Làm khô chén nung bằng cách đưa chén vào lò nung ngay từ lúc bắt đầu gia nhiệt hoặc cho vào tủ sấy, sấy khô khoảng 15 min đến 20 min, sau đó nung tại nhiệt độ 900°C . Để nguội chén nung đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm.

10.3.7 Chuyển toàn bộ phần giấy có chứa cặn vào chén nung đã biết khối lượng, tro hóa từ từ trên bếp mà không bị cháy. Chuyển vào lò nung, nung ở 900°C trong 15 min.

10.3.8 Để nguội chén nung đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,0001 g.

10.4 Tính toán và báo cáo kết quả

Hàm lượng silicon dioxide (SiO_2) và các chất không tan khác là giá trị trung bình của ba lần thử nghiệm, tính theo tỷ lệ phần trăm so với mẫu thử nhận được hoặc so với mẫu thử khô tùy theo yêu cầu.

11 Xác định hàm lượng iron oxide và aluminium oxide

11.1 Nguyên tắc

Thêm vài giọt axit nitric (HNO_3) vào phần dịch lọc thu được ở Điều 10, đun sôi để đảm bảo oxi hoá iron. Sau đó, thêm dung dịch muối ammonium chloride (NH_4Cl), rồi kiểm hoá dung dịch bằng cách thêm ammonium hydroxide (NH_4OH), làm nóng trong vài phút cho đến khi thu được kết tủa. Cân phần cặn còn lại và phần này được tính là hàm lượng ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$).

11.2 Ý nghĩa và ứng dụng

Phương pháp thử này sử dụng để xác định hàm lượng các iron oxide (Fe_2O_3) và aluminium oxide (Al_2O_3) trong thạch cao và các sản phẩm thạch cao.

11.3 Cách tiến hành

Sử dụng phần dịch lọc thu được ở Điều 10. Thêm vài giọt axit nitric (HNO_3), đun sôi để đảm bảo oxi hóa iron. Thêm 2 g ammonium chloride (NH_4Cl) đã được hòa tan trước trong nước. Kiểm hoá dung dịch bằng cách thêm ammonium hydroxide (NH_4OH). Làm nóng trong vài phút cho đến khi thu được kết tủa. Lọc, rửa kết tủa, sau đó nung ở 1000°C trong 30 min hoặc đến khi khối lượng không đổi. Thu được khối lượng ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$). Giữ lại phần dịch lọc để phân tích CaO.

11.4 Tính toán và báo cáo kết quả

Tính hàm lượng ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$) theo phần trăm của mẫu nhận được hoặc của mẫu khô tùy theo yêu cầu.

11.5 Độ chụm và độ chệch

Hiện tại chưa có dữ liệu.

12. Xác định hàm lượng calcium oxide

12.1 Nguyên tắc

Thêm ammonium oxalate ($(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$) vào dịch lọc thu được ở Điều 11. Sau đó, đun nóng và đảm bảo dung dịch luôn có tính kiềm bằng NH_4OH . Cân phần cặn còn lại và phần này được tính là hàm lượng calcium oxide (CaO).

12.2 Ý nghĩa và ứng dụng

Phương pháp thử này sử dụng để xác định hàm lượng calcium oxide (CaO) và tính toán hàm lượng calcium carbonate (CaCO_3) trong thạch cao và các sản phẩm thạch cao.

12.3 Cách tiến hành

12.3.1 Sử dụng dịch lọc thu được ở Điều 11. Thêm 5 g ammonium oxalate ($(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$) đã được hòa tan trong nước. Đun nóng trong 30 min, đảm bảo dung dịch luôn có tính kiềm bằng cách bổ sung thêm NH_4OH . Sau khi thu được kết tủa tiến hành lọc, rửa, chuyển kết tủa vào chén bạch kim và nung ở 1000 °C trong 2 h đến khối lượng không đổi.

12.3.2 Phương pháp thay thế - Sử dụng dịch lọc thu được ở Điều 11. Thêm 5 g ammonium oxalate ($(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$) đã được hòa tan trong nước. Đun nóng trong 30 min, đảm bảo dung dịch luôn có tính kiềm bằng cách bổ sung thêm NH_4OH . Lọc, rửa và chuyển kết tủa vào cốc, rửa giấy lọc bằng H_2SO_4 (1 + 6), hứng nước rửa vào trong cùng cốc lọc. Đun nhẹ dung dịch, có thể thêm H_2SO_4 nếu cần. Khi vẫn còn ẩm, chuẩn độ dung dịch bằng potassium permanganate ($\text{KMnO}_4=5,6339$ g/L) đến khi xuất hiện màu hồng.

12.4 Tính toán và báo cáo kết quả

Từ thể tích KMnO_4 sử dụng tính trực tiếp được hàm lượng vôi trong mẫu sấy khô. Tính hàm lượng CaO theo tỷ lệ phần trăm của mẫu nhận được hoặc mẫu sấy khô tùy theo yêu cầu.

13 Xác định hàm lượng magnesium oxide

13.1 Nguyên tắc

Thêm dung dịch ammonium hydroxide (NH_4OH) và sodium ammonium phosphate ($\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$) vào phần dịch lọc thu được ở Điều 12 (dịch lọc đã được làm mát). Khuấy mạnh cho đến khi hình thành kết

tủa. Lọc rửa kết tủa tạo thành, nung và cân. Tính hàm lượng magnesium oxide (MgO) từ khối lượng thu được.

13.2 Ý nghĩa và ứng dụng

Phương pháp thử này sử dụng để xác định hàm lượng MgO và sử dụng để tính toán hàm lượng magnesium carbonate (MgCO₃) trong thạch cao và các sản phẩm thạch cao.

13.3 Cách tiến hành

Sử dụng dịch lọc thu được trong 12.3.1 hoặc 12.3.2, thêm nước đến thể tích 600 mL. Làm mát và thêm 10 mL NH₄OH và 5 g sodium ammonium phosphate (NaNH₄HPO₄) đã được hòa tan trong nước. Khuấy mạnh cho đến khi hình thành kết tủa. Để yên qua đêm. Sử dụng chén Gooch lọc và rửa bằng dung dịch NH₄NO₃. Nung trong lò tại 1000 °C trong 2 h đến khối lượng không đổi.

13.3 Tính toán và báo cáo kết quả

Nhân khối lượng trên với 0,36207 để tìm khối lượng của magnesium oxide (MgO). Tính hàm lượng MgO theo phần trăm của mẫu nhận được hoặc mẫu khô tùy theo yêu cầu.

14 Xác định hàm lượng sulfur trioxide

14.1 Nguyên tắc

Hoà tan mẫu bằng axit hydrochloric, kết tủa ion sulfate bằng barium chloride trong môi trường axit. Lọc rửa kết tủa tạo thành (dạng BaSO₄), nung và cân. Tính hàm lượng sulfur trioxide từ khối lượng thu được.

14.2 Ý nghĩa và ứng dụng

Thạch cao và sản phẩm thạch cao có quy định kỹ thuật hàm lượng calcium sulfate (CaSO₄) cần thiết, ở dạng dihydrate (CaSO₄·2H₂O) hoặc hemihydrate (CaSO₄·1/2 H₂O). Quy trình này giả định rằng có một lượng không đáng kể sunfat khác ngoài calcium sulfate. Phương pháp thử này được sử dụng để xác định sự phù hợp với các quy định kỹ thuật của thạch cao và các sản phẩm thạch cao. Phương pháp thử này cũng thường được sử dụng trong việc kiểm soát chất lượng.

14.3 Các yếu tố ảnh hưởng

Phương pháp thử này áp dụng cho thạch cao tự nhiên và các tạp chất thường có trong thạch cao tự nhiên. Thạch cao tổng hợp đôi khi sẽ có thêm một số nguyên tố và hợp chất có thể gây ảnh hưởng đến kết quả. Khi đó Phương pháp thử này sẽ không cho được kết quả chính xác. Hiện tượng đồng kết tủa và bịt kín khi lọc rửa là các hiện tượng xuất hiện nếu pH dung dịch quá axit hoặc quá bazơ. Các phép phân tích SO₃ chính xác nhất trên các mẫu ngâm nước hoàn toàn hoặc mất nước hoàn toàn.

14.4 Cách tiến hành

14.4.1 Sau khi đã chọn và chuẩn bị mẫu đúng cách theo quy định trong Điều 4, lấy 0,2 g mẫu đại diện, chính xác đến 0,0001g.

TCVN xxx:xxx

14.4.2 Chuyển toàn bộ lượng cân vào cốc dung tích 400 mL. Thêm 50 mL HCl (1+5). Đun sôi và vừa khuấy vừa dầm nát phần vón cục bằng đầu đũa thủy tinh cho đến khi mẫu được phá nát hoàn toàn. Thêm 100 mL nước sôi và tiếp tục đun sôi hỗn hợp khoảng 15 min.

14.4.3 Lọc tách phần cặn, hứng phần nước lọc vào cốc dung tích 600 mL và tráng kỹ cốc 400 mL bằng nước cất nóng. Caren thận rửa các thành cạnh cốc 400 mL, lau bên trong bằng đầu đũa thủy tinh có đầu cao su để đảm bảo rằng tất cả các phần bám trên đó và cặn không hòa tan đều được chuyển vào giấy lọc. Làm khô và đốt giấy lọc trên bếp và tiến hành cân để tính hàm lượng chất không tan.

14.4.4 Pha loãng dung dịch lọc đến thể tích 400 mL đến 500 mL. Thêm một đến hai giọt chỉ thị methyl đỏ 0,1 %. Chuẩn bị 400 mL đến 500 mL HCl có nồng độ 0,05 đến 0,1 N, thêm một đến hai giọt chỉ thị methyl đỏ 0,1 %. So sánh màu của dung dịch lọc và dung dịch HCl vừa pha. Pha loãng dung dịch lọc hoặc thêm dung dịch HCl (1+5) nếu cần để phù hợp với độ pH của dung dịch HCl 0,05 đến 0,1 N.

14.4.5 Đun sôi dung dịch lọc, dùng pipet thêm từ từ từng giọt dung dịch barium chloride 10 % nóng, vừa thêm vừa khuấy đều. Tiếp tục đun sôi nhẹ dung dịch trong khoảng thời gian từ 10 min đến 15 min và duy trì nhiệt độ nóng trong 3 h hoặc đến khi xuất hiện kết tủa.

14.4.6 Lọc và rửa với khoảng 125 mL đến 150 mL nước nóng để loại bỏ clorua kết tủa. Kiểm tra clorua của dịch lọc bằng cách thêm vài giọt dung dịch AgNO₃ 0,1 N. Nếu xuất hiện kết tủa trắng thì cần rửa thêm.

14.4.7 Chuyển toàn bộ phần giấy lọc có chứa kết tủa vào chén nung, tro hoá từ từ trên bếp điện. Đốt loại bỏ carbon và đốt trong lò nung ở nhiệt độ 800 đến 900 °C hoặc đốt trực tiếp trên ngọn lửa Bunsen trong khoảng từ 15 min đến 20 min. Sấy khô bằng cách đặt vào lò trong quá trình gia nhiệt hoặc cho vào tủ sấy khô trước khi nung ở 800 đến 900 °C trong 15 min đến 20 min.

CHÚ THÍCH 1: Chén nung được làm sạch trước mỗi lần sử dụng, cân để biết khối lượng trước và gia nhiệt trong lò nung tại 800 °C đến 900 °C và để nguội trong bình hút ẩm trước khi sử dụng.

14.4.8 Lấy chén ra, làm nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân, chính xác đến 0,0001 g.

14.5 Tính và biểu thị kết quả

Hàm lượng sulfur trioxide của mẫu thạch cao hoặc sản phẩm thạch cao, biểu thị bằng SO₃, tính bằng phần trăm, theo công thức sau:

$$SO_3, \% = \frac{m_4 - m_3}{m_5} \times 0,3343 \times 100 \quad (4)$$

trong đó:

m₃ là khối lượng của chén nung, tính bằng gam;

m₄ là khối lượng của chén nung có chứa kết tủa, tính bằng gam;

m₅ là khối lượng mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam;

0,3343 là hệ số chuyển đổi từ BaSO₄ sang SO₃

15 Xác định hàm lượng chloride

15.1 Nguyên tắc

Xác định hàm lượng chloride trong thạch cao và sản phẩm thạch cao dựa trên phản ứng chuẩn độ giữa chloride và dung dịch AgNO_3 , sử dụng chất chỉ thị phenolphthalein, dung dịch NaOH và HNO_3 để duy trì pH phù hợp cho phản ứng và K_2CrO_4 có vai trò quan trọng để xác định thời điểm kết thúc phản ứng chuẩn độ.

15.2 Ý nghĩa và ứng dụng

Một lượng nhỏ chloride có trong thạch cao và sản phẩm thạch cao có thể gây ảnh hưởng đến trong quá trình sử dụng. Phương pháp thử này được dùng để xác định hàm lượng chloride dưới dạng sodium chloride.

15.3 Cách tiến hành

15.3.1 Cân khoảng 20,0 g mẫu đã được chuẩn bị trong Điều 4, chính xác đến 0,001g và chuyển vào bình 400 mL. Thêm 150 mL nước, khuấy đều và gia nhiệt đến ngay dưới điểm sôi. Đậy kín bằng kính và duy trì nhiệt độ dưới điểm sôi (không dưới 80 °C) trong 1 h, thỉnh thoảng khuấy. Lọc hút trên phễu Buchner có gắn giấy lọc trung bình. Rửa phần cặn thu được bằng nước nóng 4 lần, mỗi lần 20 mL.

15.3.2 Thêm hai giọt chỉ thị phenolphthalein vào dịch lọc. Nếu dịch lọc không chuyển sang màu hồng, thêm từng giọt NaOH 0,1 N và khuấy đều cho đến khi chuyển màu hồng nhạt. Thêm từ từ từng giọt HNO_3 0,1 N cho đến khi mất màu hồng.

15.3.3 Nếu hàm lượng chloride rất thấp, chuyển toàn bộ phần dịch lọc sang cốc 400 mL và tiến hành theo **15.3.4**. Nếu hàm lượng chloride lớn hơn dự kiến, chuyển toàn bộ phần dịch lọc sang bình định mức 250 mL, để nguội đến nhiệt độ phòng và pha loãng thành 250 mL. Lấy một lượng dịch lọc thích hợp, chuyển vào cốc 400 mL sau đó pha loãng thành thể tích 100 đến 250 mL.

15.3.4 Đặt cốc chứa mẫu lên bề mặt trắng, thêm 0,5 mL (10 giọt) dung dịch K_2CrO_4 và tiến hành chuẩn độ bằng dung dịch AgNO_3 0,05 N, sử dụng micro buret có dung tích 10 mL và được chia vạch 0,02 mL. Chuẩn độ đến khi xuất hiện màu cam.

15.3.5 Tiến hành chuẩn độ mẫu trắng sử dụng cùng thể tích nước giống như thực hiện phân tích mẫu và ở cùng một lượng dung dịch K_2CrO_4 . Chuẩn độ đến khi xuất hiện màu cam.

15.4 Tính toán và báo cáo kết quả

Lấy thể tích AgNO_3 chuẩn độ mẫu trắng trừ đi thể tích dùng cho mẫu thử được thể tích dùng cho chuẩn độ thực, 1 mL thể tích chuẩn độ thực tương đương với 0,002923 g sodium chloride (NaCl). Tính hàm lượng NaCl theo phần trăm trên mẫu nhận được hoặc trên mẫu khô tùy theo yêu cầu.

16 Báo cáo thử nghiệm

16.1 Báo cáo kết quả thử nghiệm đạt được trong phân tích như sau:

	%
Nước tự do
Nước liên kết
Silicon oxide(SiO ₂) và các chất không tan
Iron và alumium oxide (Fe ₂ O ₃ + Al ₂ O ₃)
Vôi (CaO)
Magnesium oxide (MgO)
Sulfur trioxide (SO ₃)
Sodium chloride (NaCl)
Tổng	100,00 ±

CHÚ THÍCH 2 – Các kết quả phân tích hóa được khuyến dùng để tính toán lại nhằm làm sáng tỏ hơn, các điều sau đây được đưa ra để xem xét:

- (1) Nhân phần trăm nước liên kết với 4,778 được độ tinh khiết hoặc phần trăm thạch cao. Nhân phần trăm thạch cao với 0,8430 được phần trăm CaSO₄.1/2H₂O trong vữa.
- (2) Nhân phần trăm nước liên kết với 2,222 được lượng SO₃ tổng
- (3) Lấy kết quả SO₃ ở (2) trừ đi SO₃ phân tích được lượng SO₃ dư.
- (4) Nhân SO₃ dư với 1,7 được phần trăm anhydrit CaSO₄
- (5) Nhân phần trăm thạch cao có trong (1) với 0,3257 được phần trăm CaO kết hợp dưới dạng thạch cao
- (6) Nhân phần trăm anhydrit ở (4) với 0,4119 được phần trăm CaO kết hợp dạng anhydrite
- (7) Cộng 5+6 sau đó trừ cho lượng CaO thu được khi phân tích
- (8) Nhân phần trăm CaO dư với 1,785 được phần trăm calcium carbonate
- (9) Nhân phần trăm MgO với 2,091 được phần trăm magnesium carbonate

CHÚ THÍCH 3 - Sau khi thực hiện tính toán theo CHÚ THÍCH 2, kết quả có thể báo cáo như sau:

	%
Thạch cao (CaSO ₄ .2H ₂ O)
Anhydrite (CaSO ₄ tự nhiên và sản xuất) (chú thích 2)
Silicon oxide (SiO ₂) và các chất không tan
Iron và alumium oxide (R ₂ O ₃)
Calcium carbonate (CaCO ₃)
Magnesium carbonate (MgCO ₃)
Magnesium oxide (MgO)
Sulfur trioxide (SO ₃)
Sodium chloride (NaCl)

Tổng

100,00 ±

17 Quy trình thay thế xác định hàm lượng nước tự do trong thạch cao sử dụng cân độ ẩm

17.1 Nguyên tắc

Xác định hàm lượng nước tự do trong thạch cao bằng cách đặt mẫu vào cân, sau đó tiến hành tăng nhiệt độ cân từ nhiệt độ ban đầu đến nhiệt độ 45 °C với tốc độ tăng nhiệt tối đa và giữ ở nhiệt độ 45 °C trong vòng 2 h hoặc tới khi khối lượng không thay đổi.

17.2 Ý nghĩa và ứng dụng

Phương pháp thử này sử dụng để xác định hàm lượng nước tự do có trong mẫu, khác biệt với nước liên kết, và chuẩn bị mẫu cho phân tích thêm.

17.3 Thiết bị, dụng cụ

Cân độ ẩm được lập trình, có khả năng kiểm soát nhiệt độ từ ± 1 °C đến ít nhất 200 °C. Cân có thể đo được sự hao hụt tối thiểu đến 0,01 % và có thể điều chỉnh nhiệt độ của khay trống từ nhiệt độ môi trường xung quanh lên tới 200 °C.

17.3.1 Cài đặt thiết bị

Thực hiện cài đặt thử nghiệm đối với “hàm lượng nước tự do”, lấy một mẫu có khối lượng khoảng 5 đến 8 g, tăng nhiệt độ từ nhiệt độ ban đầu đến nhiệt độ 45 °C với tốc độ tăng nhiệt tối đa và giữ ở nhiệt độ 45 °C trong vòng 2 h. Nhiệt độ ban đầu được “định nghĩa” nằm trong khoảng (20 ÷ 30) °C

17.4 Cách tiến hành

17.3.1 Trước khi bắt đầu thử nghiệm, nhiệt độ của cả cân và mẫu phải nhỏ hơn 30 °C. Lưu ý rằng một số pha của thạch cao không bền trong môi trường ẩm, do đó các mẫu nên được bảo quản cẩn thận để giảm ảnh hưởng của môi trường.

17.3.2 Cân và dàn đều 5 g đến 8 g mẫu nhận được vào một khay sạch đã được cân để biết khối lượng bằng cân độ ẩm. Khởi động chương trình kiểm tra hàm lượng nước tự do cho đến khi thu được khối lượng không đổi hoặc trong 2 h ở nhiệt độ 45 °C. Khối lượng không đổi đạt được khi mức độ thay đổi của phần trăm độ ẩm nhỏ hơn hoặc bằng 0,01 % trong 1 min và ở nhiệt độ 45 °C.

17.4 Tính toán và báo cáo kết quả

Báo cáo hàm lượng nước tự do là khối lượng hao hụt tại điểm kết thúc thử nghiệm, tính bằng phần trăm, tính theo công thức:

$$\text{Hàm lượng nước tự do, \%} = \frac{\text{Khối lượng nước đã bay hơi}}{\text{Khối lượng mẫu ban đầu}} \times 100 \quad (5)$$

17.5 Độ chụm và độ chệch

17.5.1 Độ chụm

TCVN xxx:xxx

Độ chụm của phương pháp dựa trên thử nghiệm liên phòng giữa 17 phòng thí nghiệm. Các phòng thử nghiệm đều phân tích hai mẫu giống nhau của hai loại thạch cao khác nhau. Tất cả các phòng thử nghiệm tham gia đều báo cáo năm kết quả thử nghiệm trên mỗi loại thạch cao.

17.5.1.1 Độ lặp lại (*r*)

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng phương pháp thử, cùng một nhân viên thí nghiệm, tại cùng một phòng thử nghiệm, cùng một thiết bị, trên cùng mẫu thử giống nhau trong một khoảng thời gian ngắn, trong điều kiện thí nghiệm không đổi và thực hiện chính xác theo phương pháp thử, vượt quá các giá trị sau chỉ một trong số 20 kết quả.

- Độ lặp lại có thể được hiểu là chênh lệch tối đa giữa hai kết quả, thu được trong các điều kiện lặp lại, được chấp nhận là hợp lý do các nguyên nhân ngẫu nhiên trong điều kiện vận hành đúng và bình thường của phương pháp thử.

- Giới hạn độ lặp lại như trong Bảng 3.

17.5.1.2 Độ tái lập (*R*)

Sự khác biệt giữa các kết quả thử nghiệm đơn lẻ và độc lập, thu được khi thực hiện với những người thực hiện khác nhau, cùng một phương pháp trong các phòng thí nghiệm khác nhau, sử dụng các thiết bị thử khác nhau trên các mẫu thử giống hệt nhau, với một thời gian thử nghiệm dài, trong điều kiện thông thường và thực hiện chính xác theo phương pháp thử, vượt quá các giá trị sau chỉ một trong số 20 kết quả.

- Độ tái lập có thể được hiểu là sự khác biệt tối đa giữa hai kết quả, thu được trong các điều kiện về độ tái lập, được chấp nhận là hợp lý do các nguyên nhân ngẫu nhiên trong điều kiện vận hành đúng và bình thường của phương pháp thử.

- Giới hạn độ tái lập như trong Bảng 3

17.5.1.3 Các thuật ngữ trên (giới hạn độ lặp lại và độ tái lập) được định nghĩa cụ thể theo TCVN 6910-1

17.5.1.4 Mọi đánh giá sự phù hợp với 17.5.1.1 và 17.5.1.2 có độ tin cậy khoảng 95 %.

17.5.2 Độ chệch

Không có tài liệu tham khảo được chấp nhận phù hợp để xác định độ chệch cho phương pháp thử nghiệm này, do đó không có thông tin về độ chệch.

17.5.3 Thông báo về độ chụm được xác định thông qua thống kê của 660 kết quả, từ 15 phòng thí nghiệm tham gia, trên hai loại vật liệu thạch cao.

17.5.4 Để đánh giá sự tương đương của hai kết quả thử nghiệm, nên chọn vật liệu có đặc điểm gần nhất với vật liệu thử nghiệm.

Bảng 3 - Hàm lượng nước tự do bằng cân phân tích ẩm (%), 15 phòng thí nghiệm và 660 kết quả

Vật liệu	Số phòng thí nghiệm n	Trung bình ^A \bar{x}	Độ lặp lại độ lệch chuẩn S_r	Độ tái lập độ lệch chuẩn S_R	Giới hạn độ lặp lại r	Giới hạn Độ tái lập R
Thạch cao tự nhiên	15	0,0524	0,0096	0,0361	0,0270	0,1009
Thạch cao FGD (Flue Gas Desulfurization)	15	9,1226	0,2037	0,2911	0,5702	0,8151

^AGiá trị trung bình của các phòng thí nghiệm được tính trung bình cộng

18 Quy trình thay thế xác định hàm lượng nước liên kết trong thạch cao sử dụng cân độ ẩm

18.1 Nguyên tắc

Xác định hàm lượng nước liên kết trong thạch cao bằng cách đặt mẫu vào cân, sau đó tiến hành tăng nhiệt độ từ nhiệt độ ban đầu đến nhiệt độ độ 200 °C với tốc độ tăng nhiệt tối đa và giữ ở nhiệt độ 200 °C trong vòng 2 h hoặc tới khi khối lượng không thay đổi.

18.2 Ý nghĩa và ứng dụng

Phương pháp thử này sử dụng để xác định hàm lượng phần trăm nước liên kết hóa học và sử dụng kết quả này để tính toán độ tinh khiết của thạch cao hoặc vữa thạch cao trong các sản phẩm thạch cao. Lưu ý rằng thử nghiệm này đưa ra kết quả hàm lượng nước liên kết trên cơ sở mẫu khô và giả định rằng mọi mẫu có lượng nước tự do đều được loại bỏ trước khi thử nghiệm. Trong nhiều trường hợp nước liên kết được xác định sau khi xác định nước tự do.

18.3 Các yếu tố ảnh hưởng

Một số vật liệu như các hợp chất hữu cơ và các hợp chất ngậm nước phân hủy trong cùng phạm vi nhiệt độ như thạch cao, gây ra thu được kết quả cao hơn so với kết quả thực. Khi nhiệt độ vượt quá nhiệt độ tối đa, một số carbonate phân hủy, cũng gây ra thu được kết quả cao hơn so với kết quả thực.

18.4 Thiết bị, dụng cụ

Cân độ ẩm có khả năng kiểm soát nhiệt độ từ 61 oC đến ít nhất 200 oC. Cân có thể đo được sự hao hụt tối thiểu là 0,01 % và có thể điều chỉnh nhiệt độ của khay trống từ nhiệt độ môi trường xung quanh tới 200 °C.

18.4.1 Cài đặt thiết bị

Thực hiện chương trình thử nghiệm đối với “hàm lượng nước liên kết”, lấy một lượng mẫu có khối lượng khoảng 5 g đến 8 g, tăng nhiệt độ từ nhiệt độ ban đầu đến nhiệt độ 200 °C với tốc độ tăng nhiệt tối đa

TCVN xxx:xxx

và giữ ở nhiệt độ 200 °C trong vòng 2 h. Nhiệt độ ban đầu được “định nghĩa” nằm trong khoảng (20 ÷ 45) °C.

18.5 Cách tiến hành

18.5.1 Bắt đầu thử nghiệm, nhiệt độ của cả cân và mẫu phải ở 45 °C hoặc thấp hơn. Lưu ý rằng một số pha của thạch cao không bền trong môi trường ẩm, do đó các mẫu nên được bảo quản cẩn thận để giảm ảnh hưởng của môi trường.

18.5.2 Cân và dàn đều 5 g đến 8 g mẫu nhận được vào một khay sạch đã được cân để biết khối lượng bằng cân độ ẩm. Khởi động chương trình kiểm tra hàm lượng nước liên kết cho đến khi thu được khối lượng không đổi hoặc trong 2 h tại nhiệt độ 200 °C. Khối lượng không đổi đạt được khi mức độ thay đổi của phần trăm độ ẩm nhỏ hơn hoặc bằng 0,01 % trong 1 min và ở nhiệt độ 200 °C.

18.6 Tính toán và báo cáo kết quả

Hàm lượng nước liên kết là khối lượng hao hụt tại điểm kết thúc thử nghiệm, tính bằng phần trăm, tính theo công thức:

$$\text{Hàm lượng nước liên kết, \%} = \frac{\text{Khối lượng nước đã bay hơi}}{\text{Khối lượng mẫu ban đầu}} \times 100 \quad (6)$$

18.7 Độ chụm và độ chệch

18.7.1 Độ chụm

Độ chụm của phương pháp dựa trên thử nghiệm liên phòng giữa 17 phòng thí nghiệm. Các phòng thử nghiệm đều phân tích hai mẫu giống nhau của hai loại vật liệu thạch cao khác nhau. Tất cả các phòng thử nghiệm tham gia đều báo cáo năm kết quả thử nghiệm trên mỗi loại vật liệu thạch cao.

18.7.1.1 Độ lặp lại (*r*)

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng phương pháp thử, cùng một nhân viên thí nghiệm, tại cùng một phòng thử nghiệm, cùng một thiết bị, trên cùng mẫu thử giống nhau trong một khoảng thời gian ngắn, trong điều kiện thí nghiệm không đổi và thực hiện chính xác theo phương pháp thử, vượt quá các giá trị sau chỉ một trong số 20 kết quả.

- Độ lặp lại có thể được hiểu là chênh lệch tối đa giữa hai kết quả, thu được trong các điều kiện lặp lại, được chấp nhận là hợp lý do các nguyên nhân ngẫu nhiên trong điều kiện vận hành đúng và bình thường của phương pháp thử.

- Giới hạn độ lặp lại được liệt kê trong Bảng 4.

18.7.1.2 Độ tái lập (*R*)

Sự khác biệt giữa các kết quả thử nghiệm đơn lẻ và độ lặp, thu được khi thực hiện với những người thực hiện khác nhau, cùng một phương pháp trong các phòng thí nghiệm khác nhau, sử dụng các thiết bị thử khác nhau trên các mẫu thử giống hệt nhau, với một thời gian thử nghiệm dài, trong điều kiện

thông thường và thực hiện chính xác theo phương pháp thử, vượt quá các giá trị sau chỉ một trong số 20 kết quả.

- Độ tái lập có thể được hiểu là sự khác biệt tối đa giữa hai kết quả, thu được trong các điều kiện về độ tái lập, được chấp nhận là hợp lý do các nguyên nhân ngẫu nhiên trong điều kiện vận hành đúng và bình thường của phương pháp thử.

- Giới hạn độ tái lập như trong Bảng 4.

Bảng 4 - Hàm lượng nước liên kết bằng cân phân tích ẩm, 15 phòng thí nghiệm và 660 kết quả

Vật liệu	Số phòng thí nghiệm n	Trung bình ^A X	Độ lặp lại độ lệch chuẩn S _r	Độ tái lập độ lệch chuẩn S _R	Giới hạn độ lặp lại r	Giới hạn Độ tái lập R
Thạch cao tự nhiên	15	19,1313	0,0229	0,0813	0,0641	0,2278
Thạch cao FGD (Flue Gas Desulfurization)	15	19,3761	0,0392	0,1859	0,1098	0,5206

^AGiá trị trung bình của các phòng thí nghiệm được tính trung bình cộng

18.7.1.3 Các thuật ngữ trên (giới hạn độ lặp lại và độ tái lập) định nghĩa cụ thể theo TCVN 6910-1.

18.7.1.4 Mọi đánh giá sự phù hợp với 18.7.1.1 và 18.7.1.2 có độ tin cậy khoảng 95 %.

18.7.2 Độ chệch

Không có tài liệu tham khảo được chấp nhận phù hợp để xác định độ chệch cho phương pháp thử nghiệm này, do đó không có thông tin về độ chệch.

18.7.3 Thông báo về độ chụm được xác định thông qua thông kê của 660 kết quả, từ 15 phòng thí nghiệm tham gia, trên hai loại thạch cao.

18.7.4 Để đánh giá sự tương đương của hai kết quả thử nghiệm, nên chọn vật liệu có đặc điểm gần nhất với vật liệu thử nghiệm.

19 Quy trình thay thế xác định hàm lượng vật liệu hữu cơ và carbon dioxide trong thạch cao dựa trên khối lượng hao hụt ở nhiệt độ cao

19.1 Nguyên tắc

Nung mẫu đã biết hàm lượng nước liên kết (theo Điều 8 hoặc Điều 18) ở nhiệt độ ở nhiệt độ 500 °C trong 30 min và nung ở nhiệt độ 1000 °C trong 30 min. Từ sự thay đổi khối lượng của mẫu khi nung ở nhiệt độ 500 °C xác định hàm lượng vật liệu hữu cơ và từ sự hao hụt khối lượng của mẫu khi nung ở nhiệt độ 500 °C và nung ở nhiệt độ 1000 °C xác định hàm lượng CO₂.

19.2 Ý nghĩa và ứng dụng

TCVN xxx:xxx

Phương pháp thử này sử dụng để xác định hàm lượng CO₂ thay thế cho phương pháp được nêu tại Điều 9, có thể dựa trên hao hụt khối lượng của mẫu ở nhiệt độ cao để xác định CO₂. Tùy thuộc vào nhiệt độ thử nghiệm, khối lượng hao hụt của mẫu có thể là nước tự do, nước liên kết, các sản phẩm nhiệt phân của vật liệu hữu cơ và CO₂ có trong mẫu thử.

19.3 Thiết bị, dụng cụ

19.3.1 Lò nung, có khả năng hoạt động đến nhiệt độ 1000 °C, kiểm soát nhiệt độ chính xác ± 20 °C.

19.4 Chuẩn bị mẫu

Sấy khô 25 g mẫu nhận được ở nhiệt độ 45 °C đến khi thu được khối lượng không đổi. Sàng mẫu qua sàng kích thước lỗ 149 μm . Nếu cần mẫu phải được nghiền mịn hơn để đạt kích thước này.

19.4.1 Nhận biết các chén nung bằng dấu hiệu chịu nhiệt độ cao để nhận biết chén.

19.4.2 Nung chén sứ hoặc chén bạch kim và nắp trong lò nung ở nhiệt độ 1000 °C trong 30 min. Để lò nguội đến nhiệt độ 300 °C, sau đó chuyển chén nung vào bình hút ẩm để bảo quản trước khi sử dụng.

19.5 Cách tiến hành

Thực hiện nung ở hai nhiệt độ, mỗi lần nung thực hiện trên ba lượng cân của mẫu thử, tổng số là sáu phần mẫu thử đối với một mẫu cần xác định.

19.5.1 Cân chén nung và nắp để xác định khối lượng.

19.5.2 Cân khoảng 1 g mẫu đã chuẩn bị vào chén nung và đậy nắp, cân với độ chính xác 0,001 g.

19.5.3 Lặp lại đối với tất cả sáu mẫu thử.

19.6 Hao hụt khối lượng ở nhiệt độ 500 °C

19.6.1 Bật lò nung, sử dụng tốc độ tăng nhiệt tối đa đến nhiệt độ 500 °C và giữ trong vòng 30 min. Chuyển 3 chén nung có chứa mẫu thử vào lò.

19.6.2 Tắt lò và để nguội đến nhiệt độ 300 °C.

19.6.3 Lấy ba chén nung ra cho vào bình hút ẩm và làm nguội đến nhiệt độ phòng.

19.7 Hao hụt khối lượng tại nhiệt độ 1000 °C

19.7.1 Bật lò nung, sử dụng tốc độ tăng nhiệt tối đa đến nhiệt độ 1000 °C và giữ trong vòng 30 min. Chuyển 3 chén nung có chứa mẫu thử vào lò.

19.7.2 Tắt lò và để nguội đến nhiệt độ 300 °C.

19.7.3 Lấy ba chén nung ra, cho vào bình hút ẩm và làm nguội đến nhiệt độ phòng.

19.8 Cân sáu chén nung có nắp, ghi lại kết quả với độ chính xác 0,001 g.

19.9 Tính toán

19.9.1 Tính hao hụt khối lượng đối với mỗi chén sau khi nung ở các nhiệt độ 500 °C và nhiệt độ 1000 °C, theo công thức sau:

$$\text{Hao hụt khối lượng, \%} = \frac{(B-A)-(C-A)}{B-A} \times 100 \quad (7)$$

trong đó,

A là khối lượng chén không và nắp, tính bằng g;

B là khối lượng chén có nắp và mẫu khô trước khi nung, tính bằng g;

C là khối lượng chén có nắp và mẫu khô sau khi nung, tính bằng g.

19.9.2 Tính toán hàm lượng vật liệu hữu cơ như sau:

$$\% \text{ vật liệu hữu cơ} = \% \text{ hao hụt khối lượng ở } 500 \text{ } ^\circ\text{C} - \% \text{ nước liên kết (Điều 8 hoặc Điều 18)} \quad (8)$$

19.9.3 Tính toán hàm lượng như sau:

$$\begin{aligned} \% \text{ CO}_2 &= \% \text{ hao hụt khối lượng ở } 1000 \text{ } ^\circ\text{C} - \% \text{ vật liệu hữu cơ} \\ &- \% \text{ nước liên kết (Điều 8 hoặc Điều 18)} \end{aligned} \quad (9)$$

19.10 Tính toán và báo cáo kết quả

Tính toán và báo cáo giá trị trung bình vật liệu hữu cơ và CO₂ của ba mẫu thử.

20 Quy trình thay thế xác định hàm lượng calcium sulfate bằng phương pháp amonium acetate

20.1 Nguyên tắc

Hàm lượng calcium sulfate trong thạch cao và sản phẩm thạch cao được xác định bằng cách chiết với dung dịch amonium acetate.

20.2 Ý nghĩa và ứng dụng

Phương pháp thử này được sử dụng để xác định hàm lượng calcium sulfate trong thạch cao và sản phẩm thạch cao bằng cách chiết với dung dịch amonium acetate.

20.2 Hoá chất

20.2.1 Dung dịch amonium acetate

Hòa tan 454 g amonium acetate trong 2 L nước. Thêm NH₄OH vừa đủ để dung dịch có mùi ammoniac rõ ràng, sử dụng phenolphthalein làm chất chỉ thị.

20.2.2 Dung dịch rửa ammonium hydroxide

Pha loãng 100 mL ammonium hydroxide đậm đặc (NH₄OH, d = 0,9) trong 1 L nước.

20.2.3 Chất trợ lọc

Silica diatomit, loại tinh khiết phân tích.

20.2.4 Chất chỉ thị phenolphthalein

20.3 Cách tiến hành sử dụng chén Gooch

20.3.1 Cân nhanh khoảng 4 g mẫu đã được trộn kỹ và chuyển vào bình dung tích 600 mL. Thực hiện tất cả các lần cân chính xác đến 0,001 g, ngoại trừ cân chén nung và lượng chứa bên trong chính xác đến 0,0001 g.

20.3.2 Cân ngay khoảng 1 g mẫu đã được trộn kỹ vào bình cân đã được cân để biết trước khối lượng và nút đậy thủy tinh nhám. Sấy mẫu và bình cân đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ 45 °C. Đậy nút bình ngay khi bỏ ra khỏi tủ hút để tránh hút ẩm từ không khí.

20.3.3 Trong trường hợp cần xác định hàm lượng nước liên kết của calcuim sulfate thì cần sấy khô mẫu và bình đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ 200 °C.

20.3.4 Thêm vào bình dung tích 600 mL (20.3.1) khoảng 350 mL amonniun acetate, khuấy kĩ đến khi hòa tan hết chất rắn ở đáy cốc. Thêm 0,2000 g silica diatomit đã được làm khô vào hỗn hợp. Đun nóng cốc đến 70 °C bằng hơi nước hoặc đun cách thủy, duy trì nhiệt độ trong vòng 30 min và khuấy liên tục. Trong quá trình gia nhiệt, duy trì dung môi amoniac bằng cách thêm NH₄OH và chỉ thị phenolphthalein để nhận biết. Cùng lúc đó, đun nóng dung dịch amonniun acetate đến 70 °C, đồng thời giữ cho dung dịch có tính amoniac rõ ràng. Lọc hút hỗn hợp qua chén nung Gooch đã cân và biết khối lượng, thường xuyên khuấy dung dịch trong khi lọc sạch để giữ cho silica diatomit lơ lửng trong dung dịch. Rửa chén Gooch có chứa cặn năm lần mỗi lần 10 mL dung dịch amonniun acetate ấm, để ráo nước sau mỗi lần lọc. Rửa theo cách tương tự tám lần, mỗi lần 10 mL dung dịch rửa NH₄OH. Chú ý cần rửa cả phần thành bên của chén Gooch. Làm khô chén bằng bơm hút chân không, đặt chén vào tủ sấy ở nhiệt độ 70 °C và sấy khô đến khối lượng không đổi (CHÚ THÍCH 4). Làm nguội chén trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân.

CHÚ THÍCH 4 - Tránh quá nhiệt trong tất cả các quá trình sấy khô lượng dư amonniun acetate trong tủ sấy; do đó cần đặt chén nung xa bộ phận làm nóng. Điều này đặt biệt quan trọng đối với các mẫu có nhiều tạp chất, vì những tạp chất này thường mất nước hydrat khi quá nhiệt cục bộ.

20.4 Cách tiến hành sử dụng giấy lọc

CHÚ THÍCH 5 - Quy trình này được đề xuất khi nhiều mẫu được phân tích cùng một lúc. Thực nghiệm cho thấy, để có thể xử lý các mẫu, quá trình lọc bằng trọng lực sáu mẫu là cách tiến hành nhanh nhất.

20.4.1 Sấy khô giấy lọc định lượng 110 mm, được gấp làm bốn trong bình thủy tinh định lượng kích thước 30 x 60 mm, có miệng rộng, có nắp thủy tinh và sấy qua đêm trong tủ sấy ở nhiệt độ 70 °C. Sau khi sấy khô, làm nguội bình thủy tinh có chứa giấy lọc trong bình hút ẩm và cân.

20.4.2 Xử lý mẫu chính xác theo các bước ở 20.3 trước khi lọc. Lọc hỗn hợp bằng trọng lực qua phễu thủy tinh đường kính 70 mm, thường xuyên khuấy trong khi lọc để giữ silica diatomit lơ lửng trong chất lỏng. Rửa sạch giấy lọc và cặn bằng dung dịch acetate ấm năm lần, mỗi lần 10 mL, để ráo sau mỗi lần rửa. Rửa theo cách tương tự tám lần bằng dung dịch rửa, mỗi lần 10 mL NH₄OH. Sau khi rửa xong, đặt

giấy lọc và phần cặn vào bình cân và sấy tại nhiệt độ 70 °C đến khối lượng không đổi. Làm nguội bình cân, giấy và cặn trong bình hút ẩm mới chuẩn bị trước khi cân. Điều này là cần thiết, do đặc tính hút ẩm của giấy.

20.5 Tính toán

20.5.1 Hao hụt khối lượng ở nhiệt độ 45 °C (hàm lượng nước tự do), tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$\text{Hao hụt khối lượng ở } 45 \text{ } ^\circ\text{C, \%} = \frac{A-B}{C} \times 100 \quad (10)$$

trong đó,

A là khối lượng ban đầu của mẫu và bình cân;

B là khối lượng của mẫu và bình cân sau khi sấy đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ 45 °C;

C là khối lượng ban đầu của mẫu.

Tính khối lượng của 4 g mẫu (20.3.1) hiệu chỉnh hao hụt sau khi sấy đến khối lượng không đổi tại nhiệt độ 45 °C.

20.5.2 Hàm lượng nước liên kết ($\text{H}_2\text{O}_{\text{lk}}$), tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$\text{H}_2\text{O}_{\text{lk}}, \% = \frac{B-D}{B-E} \times 100 \quad (11)$$

trong đó,

B là khối lượng của mẫu và bình cân sau khi sấy đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ 45 °C;

D là khối lượng của mẫu và bình cân sau khi sấy đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ 220 °C;

E là khối lượng bình cân.

20.5.3 Hàm lượng $\text{CaSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, tính bằng phần trăm trên mẫu khô đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ 45 °C, theo công thức:

$$\text{Hàm lượng } \text{CaSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O, \%} = \frac{F-(G-H)}{F} \times 100 \quad (12)$$

trong đó,

F là khối lượng của mẫu đã hiệu chỉnh hao hụt sau khi sấy đến khối lượng không đổi tại nhiệt độ 45 °C;

G là khối lượng của chén nung có chứa cặn (20.3.4) hoặc khối lượng của bình cân và phần cặn (20.4.2);

H là khối lượng của chén nung và silic diatomit được sử dụng làm chất trợ lọc (20.3.4) hoặc khối lượng của bình cân, silic diatomit được sử dụng làm chất trợ lọc và khối lượng của giấy lọc (20.4.2).

20.6 Độ chụm và độ chệch

Hiện tại chưa có dữ liệu.

21 Quy trình thay thế để xác định sodium chlorua bằng phương pháp Coulometric

21.1 Nguyên tắc

Các ion Silver (Ag^+) được tạo ra từ điện cực với tốc độ không đổi và giải phóng vào dung dịch axit loãng. Tại đây, các ion Ag^+ kết hợp với ion Cl^- trong mẫu thử để tạo thành kết quả không tan AgCl . Khi tất cả các ion Cl^- trong dung dịch mẫu thử phản ứng hết với ion Ag^+ , bộ phận cảm biến của máy sẽ phát hiện lượng ion Ag^+ dư thừa và quá trình đo lường sẽ dừng lại. Do tốc độ tạo ra ion Ag^+ không đổi, thời gian cần thiết để phản ứng hết các ion Cl^- trong mẫu sẽ tương đương với nồng độ Cl^- trong mẫu.

21.2 Ý nghĩa và ứng dụng

Phương pháp thử này được sử dụng để xác định sodium chlorua trong thạch cao và sản phẩm thạch cao bằng phương pháp điện lượng.

21.3 Các yếu tố ảnh hưởng

Sự có mặt của nhóm sunfide, sulfhydryl hoặc chất có phản ứng với bạc sẽ dẫn đến sai lệch kết quả. Các chất gây nhiễu có thể được loại bỏ bằng cách oxy hóa kiềm với hydrogen peroxide.

21.4 Thiết bị, dụng cụ

21.4.1 Máy đo chloride

21.4.1.1 Thiết bị cho phép đo nồng độ chloride hòa tan trong nước bằng phương pháp coulometric.

21.4.1.2 Thiết bị có khả năng đo nồng độ chloride trong khoảng từ 10 đến 260 mg/L với độ lặp là ± 1 mg/L.

21.5 Thuốc thử

21.5.1 Dung dịch đệm axit

Hòa tan 100 mL axit acetic ($\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$) và 5,5 mL axit nitric đặc ($d = 1,42$) trong khoảng 200 mL nước và pha loãng thành 500 mL.

21.5.2 Dung dịch chuẩn pha loãng (100 mg Cl/L)

Pha loãng 5,00 mL dung dịch chuẩn gốc thành 500 mL.

21.5.3 Dung dịch gelatin

Thêm 2,5 g gelatin và 0,5 g thymol blue vào 250 mL nước, hòa tan bằng cách đun nóng và khuấy đều. Khuấy đều cho đến khi hòa tan hết thymol blue. Thêm 0,5 g thymol, làm nguội và pha loãng thành 500 mL.

CHÚ THÍCH 6 - Dung dịch gelatin giữ kết tủa silver chloride (AgCl) ở dạng huyền phù và cũng cho thấy sự có mặt của dung dịch đệm axit. Dung dịch này được giữ ba tháng ở nhiệt độ phòng hoặc lâu hơn nếu để trong tủ lạnh. Làm ấm dung dịch được làm lạnh đến nhiệt độ phòng trước khi sử dụng.

21.5.4 Dung dịch chuẩn (10 g Cl/L)

Hòa tan 8,240 g sodium chloride đã được sấy khô (NaCl) trong nước và pha loãng đến 500 mL.

21.6 Cách tiến hành

21.6.1 Cân 20,0 g mẫu đã trộn đều và chuyển vào cốc dung tích 250 mL

21.6.2 Thêm 50 mL nước, đun sôi, sau đó để lắng và lọc dung dịch. Tiếp tục thêm 50 mL nước vào phần rắn, đun sôi và đổ lượng chứa trong cốc qua phễu lọc. Rửa phần cặn bằng 100 mL nước nóng, thêm dịch rửa vào dịch lọc. Làm nguội và pha loãng với nước đến 250 mL.

21.6.3 Bật máy đo chloride 25 min trước khi sử dụng. Đặt bộ đếm về 0.

21.6.4 Đặt khuấy từ vào trong cốc thử, thêm 10 mL dung dịch chuẩn đã pha loãng, 3 mL dung dịch đệm axit và năm giọt dung dịch gelatin. Đặt cốc thử trên bệ và hạ các điện cực vào cốc. Nhấn nút “start” cho đến khi đèn tín hiệu tắt, bộ đếm sẽ bắt đầu hoạt động sau vài giây. Không được tháo bỏ điện cực ra khỏi mẫu cho đến khi đèn tín hiệu báo. Đọc hàm lượng chloride từ bộ đếm. Nếu không đạt được kết quả 100 ± 1 mg Cl/L, đọc lại hướng dẫn sử dụng. Đặt lại bộ đếm về 0.

21.6.5 Lặp lại các bước ở 21.5.4, sử dụng 10 mL dung dịch mẫu thay cho dung dịch chuẩn đã pha loãng. Đọc kết quả dưới dạng miligam clo trên lít. Sau khi hoàn thành các thí nghiệm đặt các điện cực vào dung dịch thuốc thử.

21.7 Tính toán

Tính hàm lượng NaCl của mẫu nhận được hoặc mẫu khô, tính theo phần trăm, theo công thức sau:

$$\text{NaCl, \%} = 0,00206 \times A \quad (13)$$

trong đó,

A là hàm lượng chloride (Cl) đọc được, mg/L.

22 Xác định hàm lượng cát trong vữa thạch cao đóng rắn

22.1 Nguyên tắc

Phương pháp thử này sử dụng để xác định hàm lượng cát có trong vữa thạch cao đóng rắn và yêu cầu có kết quả chính xác của các phép xác định sau:

22.1.1 Xác định phần trăm cặn không tan của cát được sử dụng với vữa.

22.1.2 Xác định phần trăm cặn không tan trong vữa thạch cao mịn

22.1.3 Xác định phần trăm cặn không tan trong vữa thạch cao nung có cát.

22.2 Ý nghĩa và ứng dụng

Phương pháp thử này được sử dụng để xác định hàm lượng cát có trong mẫu vữa thạch cao cốt liệu lấy từ công trường để xác định xem có phù hợp yêu cầu kỹ thuật theo ASTM C842.

22.3 Thuốc thử

TCVN xxx:xxx

22.3.1 Ammonium acetate (250 g/L)

Hòa tan 250 g ammonium acetate ($\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$) trong nước và pha loãng đến 1 L.

22.3.2 Ammonium hydroxide loãng (1+59)

Trộn một thể tích ammonium hydroxide đậm đặc (NH_4OH) ($d = 0,9$) với 59 thể tích nước.

22.4 Lấy mẫu

Trong trường hợp vữa được thử nghiệm là lớp thứ hai hoặc lớp thứ ba của công đoạn trát, cần lấy mẫu để phân tích từ vị trí nguyên vẹn của tấm bao gồm lớp vữa được thử nghiệm. Dùng dao cứng tách các lớp thạch cao. Lấy không ít hơn 500 g làm mẫu thử, tốt nhất là lấy mẫu từ các phần khác nhau của trần hoặc tường được kiểm tra.

22.5 Cách tiến hành

22.5.1 Nghiền mẫu thạch cao đã đóng rắn bằng cối sứ đã được làm sạch, đến khi lượng mẫu lọt 100 % qua sàng 2,36 mm. Thạch cao nghiền mịn sẽ giúp quá trình hòa tan nhanh hơn. Lấy 200 g mẫu nghiền vào bát cô bằng sứ hoặc đĩa làm bay hơi và đun trên bếp cách cát. Khuấy mẫu liên tục và kiểm tra bằng nhiệt kế trong khi gia nhiệt, điều chỉnh tốc độ tăng nhiệt độ sao cho sau 20 min đến 30 min nhiệt độ của mẫu là $(160 \pm 5) ^\circ\text{C}$. Để nguội mẫu trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng.

22.5.2 Sau khi nguội, cân chính xác $(20 \pm 0,05)$ g mẫu đã sấy và chuyển vào cốc dung tích 600 mL. Thêm 300 mL đến 350 mL dung dịch $\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$. Thử dung dịch $\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ bằng giấy quỳ, nếu dung dịch có tính axit thì thêm một vài mL dung dịch NH_4OH (1+59) để tạo trạng thái kiềm nhẹ trước khi cho vào mẫu thử.

22.5.3 Làm nóng dung dịch huyền phù thu được ở nhiệt độ $(70 \pm 5) ^\circ\text{C}$ và khuấy liên tục từ 20 min đến 30 min. Lọc dung dịch huyền phù ẩm với sự trợ giúp của bơm hút chân không qua phễu Bunchner nhỏ hoặc chén Gooch đã đặt giấy lọc trước đó. Lọc lại 100 mL phần dịch lọc đầu tiên. Rửa cát còn lại trên cốc bằng 100 mL dung dịch ammonium acetate ẩm. Tiếp tục rửa cốc và phần cặn bằng 200 đến 300 mL nước, sấy khô phễu lọc và cát tại nhiệt độ $100 ^\circ\text{C}$ đến khối lượng không đổi. Khối lượng chất rắn thu được chính là khối lượng của chất không tan.

22.5.4 Cặn không tan của cát

Xác định khối lượng theo các bước từ 22.5.1 đến 22.5.3, nhưng không cần nghiền mẫu.

22.5.5 Cặn không tan của vữa thạch cao mịn

Xác định khối lượng theo các bước từ 22.5.1 đến 22.5.3, nhưng chỉ cần 5 g mẫu và không cần nghiền mẫu.

22.6 Tính toán và báo cáo kết quả

22.6.1 Cặn không tan của thạch cao

Nhân khối lượng chất không tan thu được ở 22.5.3 với 5 để thu được % khối lượng của chất không tan trong hỗn hợp vữa cát.

22.6.2 Cặn không tan của cát

Nhân khối lượng chất không tan thu được ở 22.5.4 với 5 để thu được % khối lượng chất không tan của cát.

22.6.3 Cặn không tan của vữa thạch cao mịn

Nhân khối lượng chất không tan thu được ở 22.5.5 với 5 để thu được % khối lượng chất không tan của vữa thạch cao mịn.

22.6.4 Tính hàm lượng cát trong hỗn hợp vữa thạch cao cát, X, bằng phần trăm, theo công thức sau:

$$X = \frac{C-B}{A-B} \times 100 \quad (14)$$

trong đó,

A là hàm lượng cặn không tan của cát, tính bằng %.

B là hàm lượng cặn không tan của vữa thạch cao không cốt liệu, tính bằng %.

C là hàm lượng cặn không tan của hỗn hợp vữa cát, tính bằng %.

22.6.5 Biểu thị kết quả dưới dạng tỷ lệ phần cát so với phần thạch cao, tính theo khối lượng, theo công thức sau:

$$\text{Tỷ lệ cát so với vữa thạch cao} = \frac{X}{100-X} \quad (15)$$

CHÚ THÍCH 7 - Các kết quả thu được theo quy trình trên cho biết lượng cát ban đầu được trộn với thạch cao nguyên khối trước khi đóng rắn.

22.7 Độ chụm và độ chệch

Hiện tại chưa có dữ liệu.

23 Xác định hàm lượng sợi gỗ trong vữa thạch cao sợi gỗ

23.1 Nguyên tắc

Thực hiện quá trình sàng, lọc và rửa mẫu thạch cao sợi gỗ đã được chuẩn bị theo Điều 4. Phần cặn thu được trên sàng và sàng được làm khô qua đêm ở nhiệt độ 45 °C. Sau đó, sấy phần sợi thu được trên sàng đến khối lượng không đổi tại nhiệt độ 45 °C. Từ khối lượng thu được tính được hàm lượng sợi gỗ trong vữa thạch cao sợi gỗ.

23.2 Ý nghĩa và ứng dụng

Phương pháp thử này được sử dụng để xác định hàm lượng sợi gỗ trong mẫu vữa thạch cao cốt sợi gỗ.

23.3 Cách tiến hành

TCVN xxx:xxx

23.3.1 Đặt sàng 600 µm trên sàng 150 µm rồi chuyển 100g mẫu thạch cao sợi gỗ đã được chuẩn bị như theo Điều 4 lên trên sàng. Rửa thạch cao trên sàng 600 µm dưới vòi nước lạnh cho đến khi phần sợi trên đó hầu như hoặc hoàn toàn không còn thạch cao. Bỏ sàng 600 µm ra rồi tiếp tục rửa phần còn lại trên sàng 150 µm cho đến khi phần lớn thạch cao đã được rửa qua sàng, phần thu được trên sàng chủ yếu là xơ. Chuyển phần vật liệu thu được trên sàng 150 µm vào khay men bóng 300 mL có nắp đậy, gộp phần cặn còn lại trên sàng 600 µm. Rửa giải vật liệu trong khay (tinh bằng cách rửa và lọc để tách xơ ra khỏi thạch cao càng sạch càng tốt), giữ lại chất xơ trên sàng 150 µm. Để tránh làm mất xơ mịn, chuyển từ khay sang sàng 150 µm bằng cách khuấy rửa nhiều lần và nhanh chóng đổ phần xơ nổi lên sàng, lặp lại quy trình rửa. Kiểm tra sợi thu được trên sàng 150 µm và lặp lại quá trình rửa giải nếu cần.

23.3.2 Làm khô sàng và phần cặn qua đêm ở nhiệt độ 45 °C. Cẩn thận lật úp sàng lên trên một mảnh giấy trắng và chuyển phần vật liệu còn lại sang giấy bằng cách chải đáy sàng đảo ngược. Kiểm tra vật liệu thu được bằng mắt thường, lưu ý xem sự phân tách sợi khỏi thạch cao đã hoàn toàn chưa. Sau đó chuyển vật liệu vào chén cân bạch kim (đã biết khối lượng) và sấy khô ở nhiệt độ 45 °C đến khối lượng không đổi. Nếu kiểm tra trực quan trước đó về phần còn lại trên giấy trắng cho thấy sợi thực tế không có các hạt thạch cao, thì báo cáo kết quả dưới dạng phần trăm sợi bằng cách lấy khối lượng của sợi được sấy khô ở 45 °C, chia cho 100. Mặt khác, nếu kiểm tra trực quan cho thấy sự hiện diện một lượng đáng kể thạch cao liên kết với chất xơ, thì cẩn thận nung lượng chứa trong chén nung đến khi thu được khối lượng không đổi. Trong trường hợp này, báo cáo kết quả dưới dạng phần trăm lượng sợi bị mất khi nung, chia cho 100.

24 Xác định hàm lượng sodium bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử (phương pháp tùy chọn)

24.1 Nguyên tắc

Hoà tan mẫu vào nước khử ion, đun sôi và rửa bằng nước nóng để loại bỏ hết các phần không tan. Sau đó tiến hành nguyên tử hoá mẫu thử trong ngọn lửa không khí –acetylene và đo độ hấp thụ ở bước sóng từ 589,0 đến 589,6 nm.

24.2 Ý nghĩa và ứng dụng

Phương pháp thử này được sử dụng để xác định hàm lượng sodium có trong thạch cao và các sản phẩm thạch cao bằng phương pháp hấp thụ nguyên tử.

24.3 Nhiễm

Sodium bị ion hóa một phần trong ngọn lửa không khí - acetylene. Có thể thêm 1 đến 2 g/L một chất kiềm khác vào mẫu trắng, chất chuẩn và mẫu thử để khắc phục ảnh hưởng của quá trình ion hóa. Ngoài ra, có thể sử dụng ngọn lửa không khí – hydrogen vì tạo ra ít hơn sự ion hóa và ít phát xạ nhìn thấy hơn so với ngọn lửa không khí - acetylene.

24.4 Thiết bị, dụng cụ

24.4.1 Thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử

Thiết bị phải đo được nồng độ sodium hòa tan trong nước bằng ngọn lửa không khí - acetylene hoặc không khí – hydrogen.

Thiết bị phải đo được nồng độ sodium trong phạm vi phân tích tối ưu là 0,1 đến 0,5 đơn vị hấp thụ với hệ số biến thiên khoảng 0,5 đến 2 %.

24.5 Thuốc thử**24.5.1 Dung môi**

Sử dụng nước khử ion để chuẩn bị các dung dịch. Nếu thêm kiềm vào để ngăn chặn sự ion hóa natri thì cần thêm vào dung môi ngay từ đầu như vậy nồng độ kiềm không bị thay đổi trong dung dịch mẫu trắng, mẫu chuẩn và dung dịch mẫu thử.

24.5.2 Dung dịch chuẩn gốc (Na 1,000 g /L)

Hòa tan 2,5418 g sodium chloride khô (NaCl) trong nước và pha loãng với nước đến thể tích 1 L.

24.5.3 Dung dịch chuẩn pha loãng

Sử dụng dung dịch chuẩn gốc, chuẩn bị các dung dịch chuẩn pha loãng ở khoảng hấp thụ của dung dịch mẫu thử pha loãng. Các dung dịch có nồng độ nhỏ hơn 0,5 g/L không bền nên sử dụng trong ngày.

24.6 Cách tiến hành

24.6.1 Lấy 18 g mẫu đã được trộn đều và chuyển vào cốc có mỏ 150 mL.

24.6.2 Thêm 50 mL nước, đun sôi, để lắng phần rắn, loại bỏ phần chất nổi phía trên. Sau đó, tiếp tục thêm 50 mL vào chất rắn và đun sôi. Lọc phần dung dịch thu được, rửa bằng 100 mL nước nóng. Làm nguội phần dịch lọc đến nhiệt độ phòng, sau đó pha loãng thành 500 mL trong bình định mức để tạo dung dịch mẫu thử gốc. Lấy 10 mL dung dịch mẫu thử gốc và pha loãng đến 500 mL trong bình định mức khác để tạo dung dịch mẫu thử pha loãng.

24.6.3 Xác định độ hấp thụ trên dung dịch chuẩn pha loãng và mẫu trắng tại bước sóng từ 589,0 đến 589,6 nm. Lấy giá trị độ hấp thụ của dung dịch mẫu trắng trừ đi độ hấp thụ của dung dịch mẫu chuẩn pha loãng. Dụng đường cong tương quan giữa nồng độ natri tính bằng mg/L với giá trị độ hấp thụ tương ứng.

CHÚ THÍCH 8 - Nếu độ hấp thụ của dung dịch mẫu thử pha loãng nằm trong khoảng tuyến tính, tức là hàm lượng sodium sắp xỉ thấp hơn 1 mg/L thì chỉ cần một chất chuẩn và một mẫu trắng để chuẩn bị đường cong.

24.6.4 Xác định độ hấp thụ của dung dịch mẫu thử pha loãng và dung dịch chuẩn pha loãng. Nồng độ sodium trong dung dịch mẫu thử pha loãng được tính bằng mg/L tìm được bằng cách sử dụng đường chuẩn.

24.7 Tính toán và báo cáo kết quả

Tính hàm lượng NaCl của mẫu ban đầu hoặc mẫu khô, tính theo phần trăm, theo công thức sau:

$$\text{NaCl, \%} = \frac{A \times 6,3553}{S} \quad (16)$$

trong đó,

A là nồng độ của dung dịch mẫu thử pha loãng, tính bằng mg/L;

S là khối lượng mẫu, tính bằng g.

25 Xác định hàm lượng sodium bằng phương pháp quang kế ngọn lửa (phương pháp tùy chọn)

25.1 Nguyên tắc

Hoà tan mẫu vào nước khử ion, đun sôi và rửa bằng nước nóng để loại bỏ hết các phần không tan. Sau đó, hút mẫu vào ngọn lửa đốt bằng khí có đủ năng lượng nhiệt để sodium phát xạ tia đặc trưng. Đo cường độ phát xạ sodium ở bước sóng 589 nm.

25.2 Ý nghĩa và ứng dụng

Phương pháp thử này được sử dụng để xác định hàm lượng sodium có trong thạch cao và các sản phẩm thạch cao bằng phương pháp quang kế ngọn lửa.

25.3 Các yếu tố ảnh hưởng

25.3.1 Các nhiễu xạ bức xạ do nguyên tố khác với nguyên tố được xác định là nguyên nhân lớn nhất gây ra sai số trong phép đo quang ngọn lửa. Một số ảnh hưởng tích cực và một số ảnh hưởng khác không tích cực. Trong số các nguyên tố gặp phải trong phân tích này, ảnh hưởng lớn nhất là do một kim loại kiềm này đến một kim loại kiềm khác. Tuy nhiên, các ảnh hưởng này có thể được giảm thiểu bằng cách thử nghiệm ở dải nồng độ sodium thấp nhất hoặc bằng cách loại bỏ các nguyên tố gây nhiễu. Ví dụ, nhôm có ảnh hưởng làm giảm sự phát xạ của kim loại kiềm gây ảnh hưởng nghiêm trọng, loại bỏ nhôm khỏi chất lỏng chiết trước khi đo quang kế ngọn lửa nếu phát hiện có sự xuất hiện của nhôm có nồng độ vượt quá của sodium bằng các phép thử sơ bộ

25.3.2 Hiện tượng tự hấp thụ làm cho đường cong cường độ theo nồng độ giảm độ dốc ở nồng độ cao hơn, có xu hướng làm giảm độ chính xác. Sử dụng các dung dịch chuẩn đã biết để giảm thiểu yếu tố ảnh hưởng này.

25.4. Thiết bị, dụng cụ

25.4.1 Quang kế ngọn lửa

Thiết bị bao gồm bộ phun và đầu đốt, các thiết bị điều chỉnh áp suất, đồng hồ đo nhiên liệu và không khí hoặc oxy, hệ thống quang học bao gồm các thiết bị lọc ánh sáng phù hợp với bước sóng cần đo, bộ phận nhạy quang.

25.4.2 Nguồn cấp nhiên liệu và không khí hoặc oxy phải được duy trì ở áp suất cao hơn so với áp suất kiểm soát vận hành của thiết bị.

25.5 Thuốc thử

25.5.1 Chuẩn bị các dung dịch gốc sau đây từ mẫu đã sấy khô đến khối lượng không đổi ở 105 °C. Bảo quản dung dịch gốc trong hộp chứa polyethylen hoặc hộp chứa không kim loại kiềm.

25.5.2 Dung dịch sodium chloride (2,5418 g/L)

Hòa tan 2,5418 g sodium chloride (NaCl) trong nước và pha loãng bằng nước đến 1 L. Dung dịch chuẩn gốc này chứa 1,000 g/L ion sodium.

25.5.3 Dung dịch chuẩn pha loãng

Chuẩn bị các dung dịch chuẩn pha loãng từ dung dịch chuẩn gốc. Pha loãng dung dịch chuẩn gốc trong vùng hàm lượng sodium có trong dịch chiết của mẫu thử pha loãng. Ví dụ, nếu hàm lượng của sodium trong dịch chiết của mẫu thử pha loãng từ 0 đến 0,01 g/L thì chuẩn bị mười một mẫu chuẩn cách đều nhau bằng một phần mười của mức tối đa.

25.6 Hiệu chuẩn thiết bị

25.6.1 Chọn tế bào quang điện phù hợp; ống quang nhạy cảm với màu xanh lam có dải bước sóng từ 320 đến 620 nm là cần thiết để xác định sodium. Mở chiều rộng khe hở đến khoảng một phần tư độ mở tối đa, đặt thiết bị ở độ nhạy tối đa và điều chỉnh đồng hồ để đạt được trạng thái cân bằng điện.

25.6.2 Nạp nhiên liệu và không khí hoặc oxy vào đầu đốt và đốt cháy hỗn hợp. Điều chỉnh áp suất nhiên liệu và không khí hoặc oxy, tuân theo các quy trình về thời gian khởi động do nhà sản xuất thiết bị quy định. Đặt thang đo ở khoảng 95 % của toàn thang đo, đưa vào dung dịch chứa hàm lượng sodium tối đa trong phạm vi cần đo và cho phép ánh sáng phát ra chiếu vào tế bào quang điện.

25.6.3 Nếu sử dụng thiết bị có bộ lọc, chọn bộ lọc thích hợp. Đối với các thiết bị sử dụng có bộ phận phân tán quang phổ, điều chỉnh bước sóng từ từ và cẩn thận trong vùng lân cận 589 nm cho đến khi kim điện kế đạt đến độ lệch cực đại. Cài đặt bước sóng này cho ra độ nhạy tối đa. Không thay đổi bước sóng trong quá trình thử nghiệm.

25.6.4 Tiếp tục nguyên tử hóa chất chuẩn nồng độ tối đa trong vùng cần đo và đặt số trên thang đo ở chính xác toàn thang đo (100 hoặc 1000) (Chú thích 9). Điều chỉnh hệ số khuếch đại sao cho kim điện kế cân bằng.

CHÚ THÍCH 9 - Đối với các thiết bị được trang bị một khe có thể điều chỉnh, thực hiện quy trình trên với chiều rộng của khe giữa đóng hoàn toàn và mở một phần tư đối với thử nghiệm sơ bộ. Khi xác định độ rộng khe thích hợp để có hiệu suất thiết bị tối ưu, phải xem xét thực tế là cường độ của vạch phát xạ tỷ lệ thuận với độ rộng khe, trong khi cường độ nền liên tục tăng theo bình phương của độ rộng khe. Việc giảm độ rộng khe dẫn đến giảm độ chiếu sáng của ống quang đối với một nồng độ nhất định và được bù lại bằng cách tăng độ khuếch đại của thiết bị. Điều kiện vận hành thuận lợi nhất thu được với chiều rộng khe nhỏ nhất khi không dẫn đến sự mất ổn định của kim điện kế khi được đặt để đọc toàn thang đo với chất chuẩn nồng độ tối đa trong vùng cần đo. Khi thay đổi độ rộng khe, xác định nền bằng cách nguyên tử hóa mẫu trắng, kiểm tra cài đặt độ nhạy và độ ổn định của thiết bị với mẫu

TCVN xxx:xxx

chuẩn nồng độ tối đa trong phạm vi cần đo. Phạm vi đo thấp hơn yêu cầu chiều rộng khe rộng hơn. Xác định và ghi lại chiều rộng khe tối ưu cho mỗi dải đo và vật liệu đo. Sử dụng các giá trị này trong tất cả các lần thử tiếp theo.

25.6.5 Xác định cường độ phát xạ của tất cả các chất chuẩn.

25.6.6 Vẽ đồ thị cường độ phát xạ (đọc theo tỷ lệ) theo nồng độ trên giấy biểu đồ tuyến tính. Đối với các dải thấp hơn, đường cong sẽ xấp xỉ một đường thẳng nhưng đôi khi sẽ không đi qua điểm 0 do ảnh hưởng của cường độ nền. Ở vùng nồng độ cao hơn, các đường cong cho thấy độ dốc giảm khi nồng độ tăng. Ghi lại trên biểu đồ tất cả dữ liệu liên quan đến chiều rộng khe, áp suất nhiên liệu và áp suất không khí hoặc oxy.

25.7 Cách tiến hành

25.7.1 Lấy 25 g mẫu đã được trộn đều và chuyển vào cốc có mỏ 150 mL.

25.7.2 Thêm 50 mL nước, đun sôi, để chất rắn lắng xuống và gạn phần chất lỏng nổi phía trên vào một bộ lọc. Thêm 50 mL nước vào chất rắn, đun sôi và chuyển toàn bộ phần trong cốc vào bộ lọc. Rửa cặn bằng 75 mL nước nóng, gộp nước rửa vào dịch lọc. Để nguội và pha loãng với nước thành 200 mL trong bình định mức để tạo dung dịch mẫu gốc.

25.7.3 Lấy 5 mL dung dịch mẫu gốc và pha loãng đến 100 mL trong bình định mức để tạo thành dung dịch mẫu pha loãng.

CHÚ THÍCH 10 - Nếu nồng độ sodium trong mẫu được phát hiện lớn hơn nồng độ tối đa của mẫu chuẩn, thì pha loãng dung dịch mẫu thêm với nước để đưa nồng độ vào trong phạm vi nồng độ mẫu chuẩn. Nếu nồng độ của sodium trong mẫu ít hơn một phần mười giá trị nồng độ tối đa của chất chuẩn, cần chuẩn bị dung dịch mẫu pha loãng mới từ dung dịch mẫu gốc để đưa nồng độ vào trong phạm vi đo .

25.7.4 Bật thiết bị và nạp nhiên liệu, không khí hoặc oxy vào đầu đốt. Đốt cháy hỗn hợp khí. Đối với các dụng cụ có khe điều chỉnh, đặt giá trị chiều rộng xác định được theo Chú thích 9.

25.7.5 Đặt mặt số đọc tỷ lệ ở mức tối đa. Nguyên tử hóa mẫu và cho phép ánh sáng phát ra của nó chiếu vào tế bào quang điện. Đặt bước sóng ở 589 nm như mô tả và điều chỉnh độ khuếch đại để cân bằng điện kế. Xác định cường độ phát xạ của mẫu.

25.7.6 Tham khảo đường chuẩn đã chuẩn bị ở trên và đọc nồng độ của ion sodium trong dung dịch mẫu pha loãng tính bằng miligam trên lít.

25.8 Tính toán

Tính hàm lượng NaCl, %, theo công thức sau:

$$\text{Hàm lượng NaCl, \%} = A \times 0,04067 \quad (17)$$

trong đó,

A là nồng độ sodium, mg/L, tính theo đường chuẩn.

26 Xác định hàm lượng Orthorhombic Cyclooctasulfur (S₈) trong tấm thạch cao

26.1 Nguyên tắc

Chuẩn bị mẫu thử thích hợp với từng thiết bị thử nghiệm. Sau đó tiến hành phân tích hàm lượng S₈ trong thạch cao Điều 27 hoặc Điều 28 hoặc Điều 29.

26.2 Ý nghĩa và ứng dụng

26.2.1 Phương pháp thử này sử dụng để xác định hàm lượng Orthorhombic Cyclooctasulfur (S₈) trong lõi của sản phẩm tấm thạch cao

26.2.2 Có ba phương pháp thử thích hợp: Sắc ký khí ghép khối phổ (GC/MS) ; Sắc ký khí detector cộng kết điện tử (GC/ECD) ; và sắc ký lỏng hiệu năng cao có detector quang phổ tử ngoại (HPLC/UV).

26.2.3 Phương pháp thử này không nhằm mục đích giải quyết tất cả các mối quan ngại về an toàn, nếu có, liên quan đến việc sử dụng. Người sử dụng tiêu chuẩn này có trách nhiệm thiết lập các thực hành về an toàn, sức khỏe phù hợp và xác định khả năng áp dụng các giới hạn quy định trước khi sử dụng.

26.3 Chất chuẩn Orthorhombic Cyclooctasulfur (S₈) cho GC và HPLC:

26.3.1 Toluene, cấp độ quang phổ hoặc đo sắc ký.

26.3.2 Orthorhombic Cyclooctasulfur (S₈), được sử dụng làm chất chuẩn lập chuẩn

26.3.3 Cát OTTAWA, cát ASTM 20-30 (thông số kỹ thuật theo ASTM C778).

26.3.4 Dung dịch chuẩn Orthorhombic Cyclooctasulfur (S₈):

Hòa tan 2400 mg S₈ pha trong 1 L toluene.

Chuẩn bị năm dung dịch chuẩn S₈ pha trong toluene có nồng độ 1,0, 5,0, 25,0, 50,0 và 100,0 ppm.

26.3.4.3 Để đánh giá hiệu suất chiết, với mỗi 1,0 g cát thêm một lượng 50 µL của mỗi dung dịch chuẩn đã chuẩn bị ở trên và tiến hành các bước chuẩn bị mẫu đối với mỗi phương pháp (GC hoặc HPLC).

27 Xác định Orthorhombic Cyclooctasulfur (S₈) trong các sản phẩm tấm thạch cao bằng sắc ký khí ghép khối phổ (GC/MS).

27.1 Thiết bị

Thiết bị sắc ký khí, được trang bị detector khối phổ.

27.1.1 Phần mềm phải có khả năng tích phân diện tích các pic.

27.2 Thuốc thử và vật liệu

27.2.1 Khí mang – Heli, cấp độ sắc ký.

27.2.2 Chất nội chuẩn (ISTD) – 4,4'-dibromobiphenyl, 5 µg/mL pha trong xylene.

27.2.3 Chất chuẩn thay thế—Hexabromobenzene, 2,5 mg/mL hexabromobenzene trong xylene

TCVN xxx:xxx

27.2.4 Xylen, cấp độ quang phổ hoặc cấp độ sắc ký.

27.2.5 Decafluorotriphenylphosphine (DFTPP), cấp độ quang phổ hoặc cấp độ sắc ký.

27.2.6 Lọ đựng mẫu chuyên dùng cho phân tích VOC.

27.3 Chuẩn bị mẫu

Chuẩn bị trước ba phần mẫu của sản phẩm thạch cao để phân tích. Loại bỏ vật liệu bề mặt và nghiền một mảnh của từng phần mẫu thử bằng cối và chày để tạo thành mẫu bột.

27.3.1 Chuẩn bị phần mẫu thử cho GC

27.3.1.1 Lần lượt lấy vào mỗi bình dung tích 10 mL và 20 mL có nắp đậy kín một lượng 0,1 g mẫu đã nghiền.

27.3.1.2 Thêm mỗi 50 μL chất chuẩn thay thế vào mỗi mẫu thử và trộn đều bằng đũa thủy và để mẫu khô trong không khí.

27.3.1.3 Với mỗi lọ thêm 5 mL toluen, đồng thời rửa sạch các hạt bám trên đũa thủy tinh. Lắc mạnh hoặc khuấy mẫu (ví dụ bằng siêu âm) tối thiểu 2 min. Để lắng trong 5 min hoặc lọc qua giấy lọc chảy nhanh.

27.3.1.4 Đối với từng phần mẫu thử, thêm vào 1 mL dung dịch toluen vào lọ chứa mẫu của GC và thêm tiếp 20 μL dung dịch nội chuẩn vào mỗi lọ chứa mẫu.

27.4 Chuẩn bị thiết bị

CHÚ THÍCH 11 - Thiết bị nên được hiệu chỉnh hàng ngày bằng cách sử dụng decafluorotriphenyl phosphine (DFTPP).

27.4.1 Cột - Cột mao quản silica nung chảy, 30 m x 0,32 mm; chiều dày màng 0,5 μm , loại DB-1 hoặc DB-5, lớp lót đầu vào cổ ngỗng bằng thủy tinh không có bông thủy tinh.

27.4.2 Khí mang - Heli

27.4.3 Cổng bơm - 250 $^{\circ}\text{C}$, không chia dòng.

27.4.4 Chương trình nhiệt độ - 120 $^{\circ}\text{C}$ trong 1 min, tăng 9 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ tới 285 $^{\circ}\text{C}$, duy trì 10 min.

27.4.5 Khối phổ, có khả năng quét toàn bộ (phạm vi 30 đến 600 m/z) ở chế độ quét.

27.4.6 Thể tích phần mẫu được bơm là 1 μL .

27.5 Nhận dạng

S_8 được nhận dạng bằng phổ khối (64 m/z tỷ khối là ion có nhiều nhất). Chứng thực bằng thời gian lưu phù hợp với chất chuẩn hiệu chuẩn. Chất nội chuẩn tạo ra ion tại 152 m/z và 312 m/z. Chuẩn thay thế tạo ra nhiều ion nhất tại 552 m/z.

27.6 Tính toán

27.6.1 Tích phân các vùng diện tích pic chất nội chuẩn và S_8 cho mỗi dung dịch dùng để lập. Tính tỷ lệ diện tích pic bằng cách chia diện tích pic S_8 cho diện tích pic chất nội chuẩn. Xây dựng đường chuẩn dựa trên tỷ lệ diện tích pic của từng dung dịch dùng để lập chuẩn.

27.6.2 Tính tỷ lệ diện tích pic cho từng phần mẫu thử. Sử dụng đường chuẩn để tính nồng độ S_8 trong dung dịch.

27.6.3 Tính nồng độ S_8 trong mẫu ban đầu theo mg/kg bằng cách sử dụng khối lượng mẫu, thể tích dịch chiết cuối cùng và giá trị nồng độ thu được trong 27.6.2.

27.6.4 Tính phần trăm thu hồi của chất chuẩn thay thế để đánh giá hiệu quả chiết.

27.8 Báo cáo thử nghiệm

Hàm lượng Orthorhombic Cyclooctasulfur (S_8) được tính theo 27.6, lấy chính xác tới 1 mg/kg.

28 Xác định S_8 trong sản phẩm thạch cao bằng phương pháp sắc ký khí detector cộng kết điện tử (GC/ECD)

28.1 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị sắc ký khí có ghép nối detector cộng kết điện tử

28.1.1 Phần mềm phải có khả năng tích phân diện tích các pic.

28.2 Thuốc thử

28.2.1 Khí mang – Heli dạng tinh khiết cấp độ cho sắc ký.

28.2.2 Chất nội chuẩn (ISTD)- 4,4' dibromobiphenyl, 5 $\mu\text{g/mL}$ trong xylen.

28.2.3 Chất chuẩn thay thế- Hexabromobenzen, 2,5 mg/mL trong xylen.

28.2.4 Xylen – cấp độ cho quang phổ hoặc sắc ký.

28.2.5 Decafluorotriphenylphosphine (DFTPP) – cấp độ cho quang phổ hoặc sắc ký.

28.2.6 Lọ đựng mẫu chuyên dùng cho phân tích VOC.

28.3 Chuẩn bị mẫu

Chuẩn bị trước ba phần mẫu của sản phẩm thạch cao để phân tích. Loại bỏ vật liệu bề mặt và nghiền một mảnh của từng phần mẫu thử bằng cối và chày để tạo thành mẫu bột.

28.3.1 Chuẩn bị mẫu cho GC

28.3.1.1 Lấy 1,0 g mỗi phần mẫu đã nghiền và chuyển vào các lọ riêng biệt, có thể đậy kín, có dung tích 10 mL.

28.3.1.2 Thêm mỗi 50 μL chuẩn thay thế vào mỗi phần mẫu và trộn đều bằng đũa thủy tinh và để mẫu khô trong không khí.

TCVN xxx:xxx

28.3.1.3 Với mỗi lọ thêm 5 mL toluen, đồng thời rửa sạch các hạt bám trên đĩa thủy tinh. Lắc mạnh hoặc khuấy mẫu (ví dụ bằng siêu âm) tối thiểu 2 min. Để lắng trong 5 min hoặc lọc qua giấy lọc chảy nhanh.

28.3.1.4 Đối với từng phần mẫu thử, thêm vào 1,0 mL dung dịch toluen sạch vào lọ chứa mẫu GC và thêm tiếp 20 μ L chất nội chuẩn vào mỗi lọ chứa mẫu.

28.4 Chuẩn bị thiết bị

28.4.1 Cột - Cột mao quản silica nung chảy, 30 m x 0,32 mm; chiều dày màng 0,5 μ m, loại DB-1 hoặc DB-5, lớp lót đầu vào cổ ngỗng bằng thủy tinh không có bông thủy tinh.

28.4.2 Khí mang – Heli

28.4.3 Cổng bơm – 250 °C, không chia dòng.

28.4.4 Chương trình nhiệt độ - 120 °C trong 1 min, tăng 9 °C/min tới 285 °C, duy trì trong 10 min.

28.4.5 Thể tích phần mẫu được bơm là 1 μ L.

28.5 Nhận dạng

Việc nhận dạng chỉ có thể thực hiện thông qua thời gian lưu phù hợp với chất chuẩn.

28.6 Tính toán

28.6.1 Tích phân các vùng diện tích pic chất nội chuẩn và S_8 . Tính tỷ lệ diện tích pic bằng cách chia diện tích pic S_8 cho diện tích pic chuẩn nội chuẩn. Xây dựng đường chuẩn dựa trên tỷ lệ diện tích pic của từng dung dịch sử dụng để lập chuẩn.

28.6.2 Tính tỷ lệ diện tích pic cho mỗi phần mẫu thử. Sử dụng đường chuẩn để tính nồng độ S_8 trong dung dịch.

28.6.3 Tính nồng độ S_8 trong mẫu ban đầu theo mg/kg, bằng cách sử dụng khối lượng phần mẫu, thể tích dịch chiết cuối cùng và giá trị nồng độ thu được trong 28.6.2.

28.6.4 Tính phần trăm thu hồi của chuẩn thay thế để đánh giá hiệu quả chiết.

28.7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo kết quả hàm lượng của S_8 tính toán theo 28.6, lấy chính xác đến 1 mg/kg.

29. Xác định Orthorhombic Cyclooctasulfur (S_8) trong lõi tấm thạch cao bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao và detector quang phổ UV (HPLC/UV)

29.1 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị sắc ký lỏng hiệu năng cao kết hợp detector quang phổ tử ngoại (UV).

29.1.1 Phần mềm phải có khả năng tích phân diện tích các pic.

29.2 Thuốc thử và vật liệu

29.2.1 Quy trình kỹ thuật HPLC

29.2.2 Tetrachloroethylen – cấp độ sắc ký HPLC

29.2.3 Methanol – cấp độ sắc ký HPLC

29.2.4 Nước khử ion – cấp độ sắc ký HPLC

29.2.5 Loại đựng mẫu dùng cho phân tích VOC.

29.3 Chuẩn bị mẫu

Chuẩn bị trước ba phần mẫu của sản phẩm thạch cao để phân tích. Loại bỏ vật liệu bề mặt và nghiền một mảnh của từng phần mẫu thử bằng cối và chày để tạo thành mẫu bột.

29.3.1 Chuẩn bị mẫu thử HPLC

29.3.1.1 Lấy 1,0 g mỗi phần mẫu đã nghiền và chuyển vào các lọ riêng biệt, có thể đậy kín, có dung tích 4,0 mL

29.3.1.2 Với mỗi lọ thêm 5 mL toluen, đồng thời rửa sạch các hạt bám trên đĩa thủy tinh. Lắc mạnh hoặc khuấy mẫu (ví dụ bằng siêu âm) tối thiểu 30 min.

29.3.1.3 Để mẫu lắng trong 5 min sau đó chuyển phần chiết của từng mẫu vào từng lọ thích hợp.

29.3.1.4 Ly tâm từng phần chiết thu được trong 5 min và sau đó chuyển lớp trên của mỗi dịch chiết vào mỗi lọ chứa mẫu dành cho HPLC để phân tích.

29.4 Chuẩn bị thiết bị HPLC/UV

29.4.1 Cột - Cột pha đảo ngược C18 dày chiều dày 5 μm (kích thước 4,6 x 250 mm).

29.4.2 Bước sóng UV - 250 nm.

29.4.3 Tốc độ dòng – 1 mL/min

29.4.4 Dung môi giải hấp - 95/5 methanol/nước.

29.4.5 Thời gian chạy -15 min.

29.5 Nhận dạng

Việc nhận dạng chỉ có thể thực hiện thông qua thời gian lưu phù hợp với chất chuẩn.

29.6 Tính toán

29.6.1 Tính tỷ lệ diện tích pic cho mỗi phần mẫu thử. Sử dụng đường chuẩn để tính nồng độ S_8 trong dung dịch.

29.6.2 Tính nồng độ S_8 trong mỗi phần mẫu ban đầu theo mg/kg bằng cách sử dụng khối lượng mẫu, thể tích mẫu chiết cuối cùng và nồng độ mẫu đo được trong 29.6.1.

29.6.3 Tính phần trăm thu hồi của chất chuẩn gốc orthorhombic cyclooctasulfur (S_8) để đánh giá hiệu quả của mỗi lần chiết.

TCVN xxx:xxx

29.7 Độ chụm và độ chệch

Hiện tại chưa có dữ liệu.

29.7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo hàm lượng của orthorhombic cyclooctasulfur (S₈) tính toán theo 29.6.3, lấy chính xác đến

1 mg/kg. _____