

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11146:2015

ISO 6233:1983

Xuất bản lần 1

**QUẶNG VÀ TINH QUẶNG MANGAN -
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CANXI VÀ MAGIÊ -
PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ EDTA**

*Manganese ores and concentrates -
Determination of calcium and magnesium contents - EDTA titrimetric method*

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11146:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 6233:1983.

TCVN 11146:2015 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC102 *Quặng sắt* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Quặng và tinh quặng mangan - Xác định hàm lượng canxi và magie - Phương pháp chuẩn độ EDTA

Manganese ores and concentrates - Determination of calcium and magnesium contents - EDTA titrimetric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn độ EDTA để xác định hàm lượng canxi và magie có trong quặng và tinh quặng mangan.

Tiêu chuẩn này áp dụng cho các sản phẩm có hàm lượng canxi và magie lớn hơn 0,3 % (khối lượng)

Tiêu chuẩn này được sử dụng cùng với TCVN 11142 (ISO 4297).

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu 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 bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi (nếu có).

TCVN 10548-1 (ISO 4296-1), *Quặng mangan – Lấy mẫu – Phần 1: Lấy mẫu đơn*.

TCVN 10548-2 (ISO 4296-2), *Quặng mangan – Lấy mẫu – Phần 2: Chuẩn bị mẫu*.

TCVN TCVN 11142 (ISO 4297), *Quặng và tinh quặng mangan – Phương pháp phân tích hóa học – Hướng dẫn chung*.

3 Nguyên tắc

Phân hủy phần mẫu thử bằng axit clohydric và axit nitric. Tách silic bằng cách làm bay hơi dung dịch đến khô. Hòa tan các muối trong axit clohydric, lọc cặn không tan và giữ dịch lọc làm dung dịch chính.

Đốt giấy lọc chứa cặn và xử lý cặn bằng axit sulfuric và axit flohydric.

Nung chảy cặn với natri carbonat.

Hòa tan khối chảy trong nước và lọc dung dịch nhận được. Hòa tan cặn bằng axit clohydric và gộp vào dung dịch chính.

TCVN 11146:2015

Tách bari [khi hàm lượng bari lớn hơn 1 % (khối lượng)] ở dạng bari sulfat.

Tách các nguyên tố cản trở (sắt, nhôm, mangan, đồng, chì và các nguyên tố khác) khỏi dung dịch chính (sau khi tách bari sulfat hoặc không tách bari sulfat) bằng hexametyltetramin và natri dietyldithiocarbamat.

Chuẩn độ canxi bằng dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn EDTA ở pH 13 và chuẩn độ magie ở pH 10 (sau khi đã tách khỏi canxi ở dạng hydroxit) trên máy chuẩn độ quang điện với chỉ thị Eriocrom xanh SE hoặc chuẩn độ canxi bằng mắt thường bằng dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn EDTA ở pH 13 với hỗn hợp chỉ thị fluorexon và tymolphthalein và tổng canxi và magie ở pH 10 với chỉ thị eriocrom T đen.

4 Thuốc thử

- 4.1 Kali disulfat ($K_2S_2O_7$).
- 4.2 Natri carbonat, khan.
- 4.3 Dung dịch ammoniac, ρ 0,90 g/ml.
- 4.4 Axit nitric, ρ 1,40 g/ml.
- 4.5 Axit clohydric, ρ 1,19 g/ml.
- 4.6 Axit flohydric, ρ 1,14 g/ml.
- 4.7 Axit sulfuric, ρ 1,84 g/ml, pha loãng 1+1.
- 4.8 Axit sulfuric, dung dịch 2 % (khối lượng).
- 4.9 Axit clohydric, pha loãng 1+1.
- 4.10 Axit clohydric, pha loãng 1+4.
- 4.11 Axit clohydric, pha loãng 1+50.
- 4.12 Kali hydroxit, dung dịch 200 g/l.

Bảo quản dung dịch trong chai polyethylen đậy kín.

- 4.13 Kali hydroxit, dung dịch 2 g/l.
- 4.14 Natri dietyldithiocarbamat, dung dịch 100 g/l.

Chuẩn bị trước khi sử dụng.

- 4.15 Natri carbonat, dung dịch 10 g/l.
- 4.16 Sucrose ($C_{12}H_{22}O_{11}$), dung dịch 40 g/l.
- 4.17 Hexamethylenetetramin ($C_6H_{12}N_4$), dung dịch 100 g/l.
- 4.18 Dinatri dihydro (etylendinitrilo) tetraacetat (EDTA), dung dịch tiêu chuẩn 4,6 g/l.

4.18.1 Chuẩn bị dung dịch

Hòa tan 4,6 g EDTA bằng 100 ml nước trong khi đun nóng nhẹ, lọc qua giấy lọc trung bình vào bình định mức dung tích 1000 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

4.18.2 Chuẩn hóa dung dịch

4.18.2.1 Chuẩn hóa dung dịch trong trường hợp chuẩn độ đo quang

Lấy những phần dung dịch chuẩn canxi (4.20) và dung dịch chuẩn magie (4.21) chứa 4 mg đến 5 mg các nguyên tố trên cho vào cốc dung tích 250 ml và chuẩn độ bằng dung dịch EDTA (4.18) theo 7.5.1 và 7.5.2.1.

4.18.2.2 Chuẩn hóa dung dịch trong trường hợp chuẩn độ bằng mắt

Lấy những phần dung dịch chuẩn canxi (4.20) chứa 4 mg đến 5 mg canxi cho vào bình tam giác dung tích 250 ml và chuẩn độ bằng dung dịch EDTA (4.18) theo 7.5.3.

Lấy những phần dung dịch chuẩn canxi (4.20) và dung dịch chuẩn magie (4.21) chứa 4 mg đến 5 mg các nguyên tố trên cho vào bình tam giác dung tích 250 ml và chuẩn độ bằng dung dịch EDTA (4.18) theo 7.5.4.

4.18.3 Cách tính

Nồng độ dung dịch EDTA, c , biểu thị bằng g Ca/ml hoặc g Mg/ml, tính theo công thức

$$c = \frac{m}{V}$$

Trong đó

m là khối lượng canxi hoặc magie trong phần dung dịch thử của dung dịch chuẩn tương ứng, tính bằng gam;

V là thể tích dung dịch EDTA tiêu tốn cho chuẩn độ phần dung dịch chuẩn canxi hoặc magie, tính bằng mililit.

4.19 Dinatri dihydro (etylendinitrilo) tetraacetat (EDTA), dung dịch chuẩn 2,3 g/l.

Hòa tan 2,3 g EDTA bằng 100 ml nước trong khi đun nóng nhẹ. Chuẩn bị dung dịch và xác định nồng độ theo 4.18, nhưng lấy phần dung dịch chuẩn canxi (4.20) và dung dịch chuẩn magie (4.21) chứa 1 mg đến 2 mg canxi và magie.

4.20 Canxi, dung dịch chuẩn tương ứng 1 g Ca/l.

Cân 2,4975 g canxi carbonat, đã sấy khô ở 200 °C và để nguội trong bình hút ẩm, cho vào cốc dung tích 250 ml, hòa tan bằng 50 ml axit clohydric (4.10) và đun sôi cho đến khi loại hết khí carbon dioxit. Để nguội dung dịch, chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

1 ml dung dịch chuẩn này chứa 1 mg Ca.

4.21 Magie, dung dịch chuẩn tương ứng 1 g Mg/l.

Hòa tan 1,000 g magie (độ tinh khiết 99,95 %) bằng 20 ml axit clohydric (4.9), trong khi đun nóng. Để nguội dung dịch, chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

1 ml dung dịch chứa 1 mg Mg.

4.22 Dung dịch đệm, pH 10

Hòa tan 35 g amoni clorua trong 200 ml dung dịch ammoniac (4.3) và pha loãng bằng nước đến 500 ml.

4.23 Chỉ thị criocrom xanh SE, {dinatri 3-[(5-cloro-2-hydroxyphenyl)azo]-4,5-dihydroxy-2,7-naphthalenedisulfonat} ($C_{16}H_9ClN_2Na_2O_9S_2$), C.I.16680, dung dịch 0,5 % (khối lượng).

Hòa tan 0,5 g eriocrom xanh SE trong nước, có 2 g amoni clorua và 10 ml dung dịch ammoniac (4.3) và pha loãng bằng nước đến 100 ml.

4.24 Chỉ thị malachite xanh lá cây, {4-[4-(dimethylamino)- α -phenylbenzyliden]-2,5-cyclohexadienyliden} dimethylamoni clorua ($C_{23}H_{25}ClN_2$), C.I.42000, dung dịch nước 1 % (khối lượng).

4.25 Chỉ thị criocrom đen T, {natri 3-hydroxy-4-[(1-hydroxy-2-naphthyl)azo]-7-nitro-1-naphthalensulfonat} ($C_{20}H_{12}N_3NaO_7S$), C.I.14645, trộn với kali clorua theo tỷ lệ khối lượng 1:100.

4.26 Hỗn hợp chỉ thị

Trộn florexon {[florexin-2",7"-diylbis(metylenitrilo)] , axit tetraacetic} ($C_{30}H_{28}N_2O_{13}$), thylmolphthalein [3,3-bis(4-hydroxy-5-isopropyl-o-tolyl) phthalid] ($C_{28}H_{30}O_4$) và kali clorua theo tỷ lệ khối lượng 1:1:100 và nghiền kỹ trong cối mã não.

5 Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thử nghiệm và

5.1 Máy chuẩn độ quang điện

6 Mẫu thử

Lấy mẫu đơn quặng mangan theo TCVN 10548-1 (ISO 4296-1).

Chuẩn bị mẫu quặng mangan theo TCVN 10548-2 (ISO 4296-2).

7 Cách tiến hành

7.1 Phần mẫu thử

Cân 0,5 g đến 1 g mẫu thử để phân tích hóa cho vào cốc dung tích 250 ml.

7.2 Phân hủy phần mẫu thử

Hòa tan phần mẫu thử (7.1) trong 15 ml đến 20 ml axit clohydric (4.5), trong khi gia nhiệt. Sau khi hòa tan hoàn toàn, thêm từng giọt axit nitric (4.4) cho đến khi dung dịch ngừng sôi bọt. Làm bay hơi dung dịch đến khô, thêm 10 ml axit clohydric (4.5) vào cặn khô và làm bay hơi lại đến khô. Sau đó đun tiếp cặn khô ở 120 °C đến 130 °C trong 40 min đến 60 min. Thêm 10 ml đến 15 ml axit clohydric (4.5) vào cặn khô đun nhẹ 3 min đến 5 min để hòa tan muối, sau đó thêm 30 ml đến 40 ml nước nóng, đun đến sôi và lọc cặn không tan bằng giấy lọc chảy nhanh có chứa một lượng nhỏ bột giấy lọc. Tia rửa cặn trên giấy lọc 3 hoặc 4 lần bằng axit clohydric (4.11) và sau đó vài lần bằng nước nóng. Giữ lại dịch lọc (dung dịch chính).

7.3 Xử lý cặn

Đưa giấy lọc chứa cặn vào chén platin, đốt và nung ở 500 °C đến 600 °C. Để nguội chén, tắm ướt cặn bằng 2 hoặc 3 giọt nước, thêm 2 hoặc 3 giọt axit sulfuric (4.7), 5 ml đến 7 ml axit flohydric (4.6) và cô đến khô. Nung cặn khô ở 500 °C đến 600 °C, để nguội, thêm 1 g đến 2 g natri carbonat (4.2) và nung chảy ở nhiệt độ 900 °C đến 1000 °C trong 15 min đến 20 min. Đưa chén chứa khối chảy vào cốc dung tích 200 ml đến 250 ml, thêm 50 ml đến 60 ml nước nóng và đun cho đến khi khối chảy tan hoàn toàn. Tia rửa chén bằng nước và lấy chén ra. Đun sôi dung dịch 2 min đến 3 min, sau đó lọc dung dịch qua giấy lọc trung bình có chứa một lượng nhỏ bột giấy lọc. Tia rửa cặn trên giấy lọc 4 hoặc 5 lần bằng dung dịch natri carbonat (4.15). Bỏ dịch lọc đi. Hòa tan cặn đã rửa trên giấy lọc bằng 10 ml đến 15 ml axit clohydric (4.10) nóng. Tia rửa giấy lọc 3 đến 4 lần bằng nước nóng. Đun sôi dung dịch nhận được và gộp vào dung dịch chính.

7.4 Tách các nguyên tố đi kèm

7.4.1 Tách các nguyên tố đi kèm khi quặng chứa không lớn hơn 1 % (khối lượng) barit oxit

Làm bay hơi dung dịch gom được ở (7.3) cho đến muối ẩm. Hòa tan muối trong 10 ml axit clohydric (4.5), pha loãng bằng nước đến thể tích 40 ml đến 50 ml và khuấy đều. Thêm dung dịch amoniac (4.3) vào dung dịch nhận được cho đến khi xuất hiện kết tủa sắt hydroxit. Hòa tan ngay kết tủa bằng cách nhỏ từng giọt axit clohydric (4.9), không được dư. Để trung hòa dung dịch thử trắng, thêm cùng một lượng dung dịch amoniac như đối với trung hòa dung dịch thử.

Tùy theo hàm lượng sắt, thêm 20 ml đến 30 ml dung dịch hexametyltetramin (4.17) vào các dung dịch đã trung hòa, đun nóng dung dịch ở 80 °C đến 90 °C và để yên trên bếp đun nhẹ khoảng 15 min đến 20 min. Sau khi để nguội dung dịch, chuyển dung dịch cùng với kết tủa vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm một lượng nhỏ bột giấy lọc, 80 ml dung dịch natri dietylthiocarbamat (4.14), lắc kỹ cho đến khi dung dịch phía trên kết tủa trong suốt.

Pha loãng dung dịch bằng nước đến vạch mức và lắc đều. Để lắng kết tủa và lọc qua hai lớp giấy lọc mịn khô vào bình tam giác khô, bỏ đi phần dịch lọc ban đầu. Nếu thấy dịch lọc đục nhiều, để yên dung dịch từ 1 h đến 2 h, sau đó lọc qua hai lần giấy lọc mịn (dung dịch chính). Một ít vẫn đục trong dung dịch là do sản phẩm của sự phân hủy natri dietylthiocarbamat thì không ảnh hưởng đến quá trình xác định hàm lượng canxi và magie sau này.

7.4.2 Tách các nguyên tố đi kèm khi quặng chứa lớn hơn 1 % (khối lượng) bari oxit

Thêm 5 ml đến 10 ml dung dịch axit sulfuric (4.7) vào dung dịch nhận được (7.3) và làm bay hơi dung dịch đến khô. Thêm vào căn khô 10 ml axit clohydric (4.5) và làm bay hơi lại đến khô. Lặp lại việc xử lý với axit clohydric. Tắm ướt căn khô bằng axit clohydric (4.5), sau đó hòa tan trong 200 ml nước nóng, có đun nóng. Để nguội dung dịch, trung hòa bằng dung dịch amoniac (4.3) cho đến khi xuất hiện kết tủa sắt hydroxit, sau đó cẩn thận hòa tan kết tủa bằng cách thêm từng giọt axit clohydric (4.9), trong khi khuấy mạnh, thêm dư axit clohydric (4.9) [không được nhiều hơn 0,5 ml đến 1 ml axit clohydric cho 100 ml dung dịch, (pH của dung dịch phải là 1,6)]. Khuấy dung dịch và để yên 2 h đến 3 h. Lọc kết tủa bari sulfat bằng giấy lọc mịn có chứa một ít bột giấy lọc, tia rửa 2 hoặc 3 lần bằng dung dịch axit sulfuric (4.8) và 5 hoặc 6 lần bằng nước ấm. Giữ lại dịch lọc. Đưa giấy lọc chứa kết tủa vào chén platin, đốt và nung chảy với 2 g đến 3 g kali disulfat (4.1) ở 500 °C đến 600 °C. Đưa chén vào cốc dung tích 250 ml và hòa tách khối chảy trong 100 ml nước ấm, thêm 2 hoặc 3 giọt axit sulfuric (4.7), 2 ml axit clohydric (4.5), đun sôi 10 min đến 15 min và để yên cho đến khi nguội hoàn toàn. Lọc căn qua hai lớp giấy lọc mịn có chứa bột giấy lọc, tia rửa căn 5 hoặc 6 lần bằng axit sulfuric (4.8) ấm và sau đó 2 hoặc 3 lần bằng nước ấm. Bỏ căn đi. Gộp dịch lọc nhận được vào dung dịch chính, cô dung dịch còn 40 ml đến 50 ml và lặp lại quá trình theo 7.4.1.

Tiến hành phép thử trắng qua tất cả các bước phân tích.

7.5 Phép xác định

7.5.1 Xác định hàm lượng canxi – Phương pháp chuẩn độ đo quang

Để xác định hàm lượng canxi, lấy phần dung dịch chứa 1 mg đến 5 mg canxi từ dung dịch nhận được ở 7.4 cho vào cốc dung tích 250 ml đặt trong giá của máy chuẩn độ quang điện (5.1). Nếu thấy cần thiết, pha loãng dung dịch bằng nước đến 100 ml, thêm 1 hoặc 2 giọt dung dịch chỉ thị malachit xanh (4.24) để dung dịch có màu xanh ngọc. Thêm 5 ml dung dịch sucrose (4.16), sau đó thêm dung dịch kali hydroxit (4.12) cho đến khi dung dịch trở thành không màu và thêm dư 10 ml đến 15 ml (pH của dung dịch phải là 13). Thêm 5 hoặc 6 giọt dung dịch chỉ thị eriocrom xanh SE (4.23) vào dung dịch nhận được và chuẩn độ bằng dung dịch EDTA (4.18 hoặc 4.19, tùy theo hàm lượng canxi) trên máy chuẩn độ quang điện (5.1), dùng kính lọc có độ truyền qua cực đại ở bước sóng 610 nm, cho đến khi kim chỉ thị của thiết bị dừng.

7.5.2 Xác định hàm lượng magie – Phương pháp chuẩn độ đo quang

7.5.2.1 Xác định hàm lượng magie khi quặng có chứa hàm lượng magie nhỏ hơn không đáng kể hàm lượng canxi

Dùng một phần dung dịch như xác định hàm lượng canxi (7.5.1) để xác định hàm lượng magie. Lọc kết tủa magie hydroxit qua giấy lọc trung bình có thêm bột giấy lọc. Tia rửa thành cốc 2 lần bằng dung dịch kali hydroxit (4.13). Tia rửa kết tủa magie hydroxit trên giấy lọc 4 đến 7 lần (tùy theo hàm lượng magie) bằng dung dịch kali hydroxit (4.13). Sau đó hòa tan kết tủa trong 50 ml axit clohydric (4.11), gom dịch lọc vào các cốc đã dùng để xác định hàm lượng canxi. Tia rửa giấy lọc 5 đến 7 lần bằng nước ấm. Thêm vào dung dịch 4 ml dung dịch amoniac (4.3), pha loãng bằng nước đến 150 ml (pH của dung dịch phải bằng 10), thêm 3 hoặc 4 giọt dung dịch chỉ thị eriocrom xanh SE (4.23) và chuẩn độ bằng dung dịch EDTA (4.18 hoặc 4.19, tùy theo hàm lượng magie) trên máy chuẩn độ quang điện (5.1) với kính lọc có độ truyền qua cực đại ở bước sóng 610 nm cho đến khi kim chỉ của thiết bị dừng.

7.5.2.2 Xác định hàm lượng magie khi quặng có hàm lượng magie nhỏ hơn đáng kể hàm lượng canxi

Lấy phần dung dịch chứa 1 mg đến 5 mg magie từ dung dịch nhận được theo 7.4, các điều kiện chuẩn độ giống như đã nêu ở 7.5.1 đối với canxi. Không tiến hành chuẩn canxi mà lọc kết tủa magie hydroxit bằng giấy lọc có chứa bột giấy lọc, tia rửa cốc và kết tủa 4 đến 5 lần bằng dung dịch kali hydroxit (4.13). Sau đó hòa tan kết tủa trong 50 ml axit clohydric (4.11) và tia rửa giấy lọc 3 đến 4 lần bằng nước ấm. Chính pH của dung dịch nhận được đến 13 (xem 7.5.1) bằng dung dịch kali hydroxit (4.12), thêm 5 hoặc 6 giọt chỉ thị eriocrom xanh SE (4.23) và chuẩn độ lượng canxi còn lại bằng dung dịch EDTA (4.18). Sau đó lọc kết tủa magie hydroxit và hoàn thiện việc xác định hàm lượng magie như đã nêu ở 7.5.2.1.

7.5.3 Xác định hàm lượng canxi – Phương pháp chuẩn độ bằng mắt

Để xác định hàm lượng canxi, lấy phần dung dịch chứa 1 mg đến 5 mg canxi từ dung dịch nhận được ở 7.4 cho vào bình tam giác dung tích 250 ml, thêm vào 100 ml nước và 5 ml dung dịch đường mía (4.16). Thêm 1 hoặc 2 giọt chỉ thị malachit xanh (4.24) để dung dịch có màu xanh ngọc nhạt, sau đó thêm dung dịch kali hydroxit (4.12) cho đến khi dung dịch thành không màu và thêm dư 10 ml đến 15 ml (pH phải là 13). Thêm vào dung dịch nhận được 40 mg đến 50 mg hỗn hợp chỉ thị (4.26), khuấy và chuẩn ngay bằng dung dịch EDTA (4.18) cho đến khi màu xanh lơ có ánh huỳnh quang của dung dịch chuyển sang màu tím và ánh huỳnh quang giảm đáng kể. Dung dịch sáng từ dưới lên.

7.5.4 Xác định hàm lượng tổng canxi và magie – Phương pháp chuẩn độ bằng mắt

Để xác định hàm lượng tổng canxi và magie, lấy phần dung dịch (cùng một lượng như khi xác định hàm lượng canxi) từ dung dịch nhận được ở 7.4, cho vào bình tam giác dung tích 250 ml, thêm 50 ml nước, 10 ml dung dịch đệm (4.22), 30 mg đến 50 mg chỉ thị eriocrom đen T (4.25), lắc

đều và chuẩn độ ngay bằng dung dịch EDTA (4.18) cho đến khi màu đỏ rượu vang chuyển thành màu xanh.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Phép chuẩn độ đo quang

Hàm lượng canxi và magie, biểu thị bằng phần trăm khối lượng, tính theo công thức:

$$\frac{c \times (V_0 - V_1) \times V_2 \times 100}{V_3 \times m_0} \times K$$

Trong đó

- c là nồng độ dung dịch chuẩn EDTA (4.18 hoặc 4.19) theo 4.18.3, tính bằng g Ca/ml hoặc g Mg/ml;
- V_0 là thể tích dung dịch chuẩn EDTA tiêu tốn cho phép xác định hàm lượng canxi và magie trong phần dung dịch thử (7.5.1 và 7.5.2), tính bằng mililit;
- V_1 là thể tích dung dịch chuẩn EDTA tiêu tốn cho phép chuẩn độ phần dung dịch thử trắng tương ứng, tính bằng mililit;
- V_2 là thể tích dung dịch thử, tính bằng mililit;
- V_3 là thể tích dung dịch thử dùng cho phép xác định, tính bằng mililit;
- m_0 là khối lượng phần mẫu thử (7.1), tính bằng gam;
- K là hệ số chuyển đổi hàm lượng canxi và magie ở trạng thái khô.

8.2 Phép chuẩn độ bằng mắt thường

8.2.1 Hàm lượng canxi, biểu thị bằng phần trăm khối lượng tính theo công thức

$$\frac{c \times (V_4 - V_5) \times V_2 \times 100}{V_6 \times m_0} \times K$$

Trong đó

- c là nồng độ dung dịch chuẩn EDTA (4.18) theo 4.18.3, tính bằng g Ca/ml;
- V_2 là thể tích dung dịch thử, tính bằng mililit;
- V_4 là thể tích dung dịch chuẩn EDTA (4.18) tiêu tốn cho phép xác định hàm lượng canxi trong phần dung dịch thử (7.5.3), tính bằng mililit;

V_5 là thể tích dung dịch chuẩn EDTA (4.18) tiêu tốn cho phép chuẩn độ phần dung dịch thử trắng tương ứng, tính bằng mililit;

V_6 là thể tích dung dịch thử dùng cho phép xác định, tính bằng mililit;

m_0 là khối lượng phần mẫu thử (7.1), tính bằng gam;

K là hệ số chuyển đổi hàm lượng canxi và magie ở trạng thái khô.

8.2.2 Hàm lượng magie, biểu thị bằng phần trăm khối lượng tính theo công thức

$$\frac{c \times (V_7 - V_8) \times V_2 \times 100}{V_6 \times m_0} \times K$$

Trong đó

c là nồng độ dung dịch chuẩn EDTA (4.18) theo 4.18.3, tính bằng g Mg/ml;

V_2 là thể tích dung dịch thử, tính bằng mililit;

V_6 là thể tích dung dịch thử dùng cho phép xác định, tính bằng mililit;

V_7 là thể tích dung dịch chuẩn EDTA (4.18) tiêu tốn cho phép xác định hàm lượng tổng canxi và magie (7.5.4) trong phần dung dịch thử đã trừ thể tích dung dịch EDTA (4.18) tiêu tốn cho phép chuẩn độ phần dung dịch thử trắng tương ứng, tính bằng mililit;

V_8 là thể tích dung dịch chuẩn EDTA (4.18) tiêu tốn cho phép chuẩn độ phần dung dịch thử trắng tương ứng, tính bằng mililit;

m_0 là khối lượng phần mẫu thử (7.1), tính bằng gam;

K là hệ số chuyển đổi hàm lượng canxi và magie ở trạng thái khô.

8.3 Sai số cho phép của kết quả các lần xác định hai lần

8.3.1 Xác định hàm lượng canxi

Bảng 1 – Sai số cho phép đối với hàm lượng canxi

Hàm lượng canxi	Sai số cho phép	
	Hai lần xác định hai lần	Ba lần xác định hai lần
% (khối lượng)	% (khối lượng)	% (khối lượng)
Từ 0,25 đến 0,50	0,07	0,08
Từ 0,50 đến 1,0	0,10	0,12
Từ 1,0 đến 2,0	0,15	0,17
Từ 2,0 đến 5,0	0,20	0,25
Từ 5,0 đến 8,0	0,30	0,35
Từ 8,0 đến 15,00	0,40	0,45

8.3.2 Xác định hàm lượng magie

Bảng 2 – Sai số cho phép đối với hàm lượng magie

Hàm lượng magie	Sai số cho phép	
	Hai lần xác định hai lần	Ba lần xác định hai lần
% (khối lượng)	% (khối lượng)	% (khối lượng)
Từ 0,25 đến 0,50	0,05	0,06
Từ 0,50 đến 1,0	0,07	0,09
Từ 1,0 đến 2,0	0,10	0,12
Từ 2,0 đến 4,0	0,12	0,15