

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 8911 : 2012**

Xuất bản lần 1

**QUẶNG ILMENIT –  
PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH HÓA HỌC**

*Ilmenite ores – Methods of chemical analysis*

**HÀ NỘI - 2012**

**Lời nói đầu**

**TCVN 8911:2012 do Công ty cổ phần tập đoàn Vinacontrol biên soạn, Bộ Công Thương đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.**

## Quặng ilmenit – Phương pháp phân tích hóa học

*Ilmenite ores – Methods of chemical analysis*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hóa học để xác định các thành phần chủ yếu của quặng ilmenit bao gồm: titan dioxit ( $\text{TiO}_2$ ), sắt(II) oxit ( $\text{FeO}$ ), sắt(III) oxit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), silic dioxit ( $\text{SiO}_2$ ), phospho pentaoxit ( $\text{P}_2\text{O}_5$ ), crom(III) oxit ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ), vanadi pentaoxit ( $\text{V}_2\text{O}_5$ ), zirconio dioxit ( $\text{ZrO}_2$ ), nhôm oxit ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), mangan oxit ( $\text{MnO}$ ), canxi oxit ( $\text{CaO}$ ), magiê oxit ( $\text{MgO}$ ), chì (Pb).

### 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 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 7764 (ISO 6353) (các phần), *Thuốc thử dùng trong phân tích hóa học.*

### 3 Quy định chung

3.1 Các hóa chất, thuốc thử được sử dụng phải phù hợp với các yêu cầu quy định trong TCVN 7764 (ISO 6353), hoặc các hóa chất, thuốc thử có cấp tinh khiết tương đương.

3.2 Nước dùng trong quá trình phân tích theo TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987) hoặc có độ tinh khiết tương đương (sau đây gọi là nước).

3.3 Nồng độ của dung dịch tiêu chuẩn lấy bằng giá trị trung bình cộng của ba kết quả xác định song song.

## TCVN 8911:2012

3.4 Hóa chất pha loãng theo tỷ lệ thể tích được đặt trong ngoặc đơn. Ví dụ HCl (1+3) là dung dịch gồm 1 thể tích HCl đậm đặc với 3 thể tích nước.

3.5 Mỗi chỉ tiêu phân tích được tiến hành song song trên hai lượng cân của mẫu thử và một thí nghiệm trắng (bao gồm các lượng thuốc thử và cách tiến hành như trong tiêu chuẩn, nhưng không có mẫu thử) để hiệu chỉnh kết quả.

3.6 Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không được vượt quá giới hạn cho phép (được quy định riêng cho từng chỉ tiêu), nếu vượt giới hạn cho phép phải tiến hành phân tích lại.

3.7 Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của hai kết quả xác định song song.

3.8 Trong tiêu chuẩn này, hàm lượng các oxit được tính từ hàm lượng các nguyên tố kim loại tương ứng.

## 4 Hóa chất, thuốc thử

4.1 Nhôm kim loại (Al) có độ tinh khiết  $\geq 99,95\%$ .

4.2 Kẽm kim loại (Zn) có độ tinh khiết  $\geq 99,95\%$ .

4.3 Titan đioxit ( $\text{TiO}_2$ ) tinh khiết phân tích.

4.4 Kali pyrosulfat ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ ).

4.5 Kali cacbonat ( $\text{K}_2\text{CO}_3$ ) khan.

4.6 Natri cacbonat ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) khan.

4.7 Hỗn hợp ( $\text{K}_2\text{CO}_3 + \text{Na}_2\text{CO}_3$ ) khan (1+1).

4.8 Natri borat  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  khan (nung  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$  ở nhiệt độ  $500^\circ\text{C}$  trong 1 h và để nguội trong bình hút ẩm).

4.9 Amoni sulfat  $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ .

4.10 Amoni clorua ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ).

4.11 Kali nitrat ( $\text{KNO}_3$ ).

4.12 Kali clorua (KCl).

4.13 Kali hydroxit (KOH).

4.14 Natri hydroxit (NaOH).

4.15 Amoni hydroxit  $\text{NH}_3$  ( $d = 0,906 \text{ g/cm}^3$ ).

4.16 Axit clohydric (HCl) đậm đặc ( $d = 1,19 \text{ g/cm}^3$ ), dung dịch (1+4), dung dịch 1 N.

- 4.17 Axit sulfuric ( $H_2SO_4$ ) đậm đặc ( $d = 1,84 \text{ g/cm}^3$ ), dung dịch (1+20), dung dịch 6 N, dung dịch 2 N.
- 4.18 Axit phosphoric ( $H_3PO_4$ ) đậm đặc ( $d = 1,685 \text{ g/cm}^3$ ), dung dịch 5 N.
- 4.19 Axit nitric ( $HNO_3$ ) đậm đặc ( $d = 1,39 \text{ g/cm}^3$ ), dung dịch (1+1), (1+3), dung dịch 0,001 N.
- 4.20 Axit axetic  $CH_3COOH$  đậm đặc ( $d = 1,055 \text{ g/cm}^3$ ).
- 4.21 Axit flohydric (HF) đậm đặc ( $d = 1,14 \text{ g/cm}^3$ ).
- 4.22 Amoni axetat ( $CH_3COONH_4$ ) dung dịch 20 %.
- 4.23 Amoni nitrat ( $NH_4NO_3$ ) dung dịch 2 %.
- 4.24 Amoni persulfat ( $(NH_4)_2S_2O_8$ ) dung dịch 25 %.
- 4.25 Amoni thioxianat ( $NH_4CNS$ ) dung dịch 15 %.
- 4.26 Bạc nitrat ( $AgNO_3$ ) dung dịch 1 %.
- 4.27 Kali hydroxit (KOH), dung dịch 25 %.
- 4.28 Kali xyanua (KCN) dung dịch 5 %.
- 4.29 Natri carbonat ( $Na_2CO_3$ ), dung dịch bão hòa.
- 4.30 Natri sulfit ( $Na_2SO_3$ ), dung dịch bão hòa.
- 4.31 Natri florua (NaF), dung dịch bão hòa.
- 4.32 Hydroxylamin hydrocloric ( $NH_2OH.HCl$ ) dung dịch 20 %.
- 4.33 Dung dịch amoni sắt (III) sulfat  $NH_4Fe(SO_4)_2$  0,1 N:

Hòa tan 48,22 g  $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$  trong 200 ml dung dịch  $H_2SO_4$  (1+20), thêm vài giọt dung dịch  $KMnO_4$  0,1 N(4.40) đến khi dung dịch có màu phớt hồng, đun sôi dung dịch 10 min, lấy ra để nguội, chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml, thêm dung dịch  $H_2SO_4$  (1+20) đến vạch mức, lắc đều.

Xác định độ chuẩn T và hệ số hiệu chỉnh nồng độ F của dung dịch  $NH_4Fe(SO_4)_2$

Cân 0,2 g  $TiO_2$  (4.3) (đã được nung ở nhiệt độ 950 °C trong 1 h, lấy ra để nguội trong bình hút ẩm) chính xác đến 0,0002 g vào chén sứ dung tích 30 ml, thêm từ 4 g đến 5 g ( $K_2S_2O_7$ ), (4.4) trộn đều rồi phủ lên mặt 2 g nữa.

Cho chén vào lò nung và giữ ở nhiệt độ 500 °C trong thời gian 30 min, sau đó tăng nhiệt độ lên 750 °C và giữ 30 min nữa, lấy ra để nguội.

Cho chén có chứa mẫu vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml đã có sẵn 100 ml HCl (1+4), đun nhẹ cho tan khối nung chảy, rửa sạch chén bằng HCl (1+4). Đun sôi dung dịch từ 2 min đến 3 min cho mẫu tan hoàn toàn. Để nguội rồi chuyển dung dịch vào bình tam giác dung tích 500 ml, rửa cốc bằng HCl (1+4) và chuyển luôn vào bình tam giác. Thêm HCl (1+4) đến thể tích 200 ml.

Đun nóng dung dịch, thêm 3 g nhôm (Al) (4.1) và để 30 min, thêm 20 ml HCl ( $d = 1,19 \text{ g/cm}^3$ ), đun cho đến khi dung dịch bắt đầu sôi, đậy bình ngăn khí có chứa dung dịch  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  bão hòa (4.29) lấy ra làm nguội nhanh.

Tháo bình ngăn khí, thêm 3 ml  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  15 % (4.25) và chuẩn độ bằng dung dịch  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$  0,1 N (4.33) cho đến khi dung dịch chuyển sang màu phớt hồng. Ghi thể tích  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$  tiêu tốn trong quá trình chuẩn độ (V).

- Độ chuẩn của dung dịch  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$  được tính theo công thức:

$$T_{\text{TiO}_2/\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2} = \frac{m}{V}$$

trong đó

$m$  là khối lượng  $\text{TiO}_2$ , tính bằng gam.

$V$  là thể tích dung dịch  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ , tính bằng mililit.

- Hệ số hiệu chỉnh nồng độ dung dịch  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$  tính theo công thức:

$$f = \frac{m}{0,007985 \times V}$$

trong đó

$m$  là khối lượng  $\text{TiO}_2$ , tính bằng gam;

$V$  là thể tích dung dịch  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ , tính bằng mililit;

0,007985 là hệ số đương lượng gam của  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .

#### 4.34 Dung dịch tiêu chuẩn phospho pentaoxit ( $\text{P}_2\text{O}_5$ )

Cân 0,4794g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  (đã sấy khô ở  $105^\circ\text{C}$  đến khối lượng không đổi và để nguội trong bình hút ẩm) chính xác đến 0,0002 g vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml. Thêm 100 ml nước, khuấy cho tan rồi chuyển vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Dung dịch này có nồng độ 1 mg  $\text{P}_2\text{O}_5/\text{ml}$ . Từ dung dịch này pha loãng 20 lần được dung dịch tiêu chuẩn làm việc nồng độ 0,05 mg  $\text{P}_2\text{O}_5/\text{ml}$ .

#### 4.35 Dung dịch tiêu chuẩn crom(III) oxit ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ )

Cân 0,1925 g  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (đã được sấy khô ở nhiệt độ từ  $140^\circ\text{C}$  đến  $150^\circ\text{C}$  đến khối lượng không đổi và làm nguội trong bình hút ẩm) chính xác đến 0,0002 g, hoà tan trong nước và chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml, thêm nước đến vạch mức, lắc đều thu được dung dịch  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  tiêu chuẩn có nồng độ 0,1 mg  $\text{Cr}_2\text{O}_3/\text{ml}$ . Pha loãng dung dịch trên 10 lần được dung dịch  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  tiêu chuẩn làm việc nồng độ 0,01 mg  $\text{Cr}_2\text{O}_3/\text{ml}$ .

**4.36 Dung dịch vanadi tiêu chuẩn (V)**

Cân 0,1148 g  $\text{NH}_4\text{VO}_3$  (đã được sấy khô ở nhiệt độ từ 105 °C đến khối lượng không đổi và làm nguội trong bình hút ẩm) chính xác đến 0,0002 g, hoà tan trong nước và chuyển vào bình định mức dung tích 500 ml, thêm nước đến vạch mức, lắc đều, dung dịch này có nồng độ 0,1 mg V/ml. Pha loãng dung dịch trên 10 lần được dung dịch tiêu chuẩn làm việc 0,01 mg V/ml.

**4.37 Dung dịch EDTA tiêu chuẩn 0,01 M****4.38 Dung dịch EDTA tiêu chuẩn 0,025 M.****4.39 Dung dịch kali dicromat tiêu chuẩn ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ) 0,1 N .****4.40 Dung dịch Kali Pemanganat tiêu chuẩn ( $\text{KMnO}_4$ ) 0,1N****4.41 Dung dịch chì tiêu chuẩn (Pb)**

Cân 1,6000 g  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  (đã được sấy ở 105 °C đến khối lượng không đổi và làm nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng) chính xác đến 0,0002 g vào cốc dung tích 100 ml hoà tan trong nước đã có sẵn 1 ml  $\text{HNO}_3$  ( $d = 1,39 \text{ g/cm}^3$ ). Chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml, thêm nước đến vạch mức, lắc đều thu được dung dịch chứa 1 mg Pb/ml.

Dung dịch tiêu chuẩn làm việc (Pb):

Dùng pipet hút chính xác 10 ml dung dịch 1 mg Pb/ml vào bình định mức dung tích 100 ml. Dùng dung dịch  $\text{HNO}_3$  0,001 N định mức đến vạch mức, lắc đều, dung dịch làm việc có chứa 0,1 mg Pb/ml.

**4.42 Kẽm axetat  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  dung dịch 0,025 M**

Hoà tan 5,654 g  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  vào 100 ml nước có sẵn 2 ml  $\text{CH}_3\text{OOH}$  ( $d=1,055 \text{ g/cm}^3$ ), chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml, thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

Xác định hệ số hiệu chỉnh nồng độ K của dung dịch kẽm axetat  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  0,025 M:

Dùng pipet hút chính xác 20 ml dung dịch EDTA tiêu chuẩn 0,025 M (4.38) vào bình tam giác dung tích 250 ml, thêm 15 ml dung dịch đệm pH 5,6 (4.45), thêm nước đến thể tích 100 ml, thêm vài hạt chỉ thị xylenol da cam rồi chuẩn độ bằng dung dịch  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  cho đến khi dung dịch chuyển từ màu vàng sang màu hồng. Hệ số hiệu chỉnh nồng độ dung dịch tính theo công thức sau:

$$K = \frac{V_1}{V_2}$$

trong đó

$V_1$  là thể tích dung dịch EDTA 0,025M, tính bằng mililit;

$V_2$  là thể tích dung dịch  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ , tính bằng mililit.

## TCVN 8911:2012

### 4.43 Muối Mohr $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dung dịch 0,1 N

Hoà tan 39,21 g muối Mohr  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  bằng dung dịch  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2 N, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1000 ml, thêm dung dịch  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2 N đến vạch mức, lắc đều. Dung dịch muối Mohr để ổn định từ 2 ngày đến 3 ngày mới sử dụng.

Xác định nồng độ dung dịch muối Mohr  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Dùng pipet lấy chính xác 20 ml dung dịch muối Mohr vào bình tam giác dung tích 250 ml, thêm 3 ml dung dịch  $\text{H}_3\text{PO}_4$  ( $d=1,69 \text{ g/cm}^3$ ), thêm từ 2 giọt đến 3 giọt chỉ thị natri diphenylamin sulfonat 0,2 % (4.52) rồi chuẩn độ bằng dung dịch  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  tiêu chuẩn 0,1 N (4.39) đến màu tím bền.

Nồng độ đương lượng của dung dịch muối Mohr N, tính theo công thức:

$$N_1 = \frac{N_2 \times V_2}{V_1}$$

trong đó

- $N_1$  là nồng độ đương lượng của dung dịch muối Mohr;
- $V_1$  là thể tích muối Mohr đã lấy để xác định, tính bằng millilit;
- $N_2$  là nồng độ đương lượng của dung dịch  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ;
- $V_2$  là thể tích của dung dịch  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , tính bằng millilit.

4.44 Diphenyl carbazide ( $\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{ON}_4$ ) dung dịch 0,25 % mới pha: Cân 0,25 g  $\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{ON}_4$  hoà tan trong 25 ml ethanol, thêm nước đến 100 ml.

### 4.45 Dung dịch đệm axetat pH = 5,6

Hoà tan 100 g  $\text{CH}_3\text{COONa}$  khan trong 500 ml nước, thêm từ từ khoảng 12,4 ml  $\text{CH}_3\text{COOH}$  ( $d = 1,055 \text{ g/cm}^3$ ) và theo dõi pH bằng máy đo đến khi pH đạt 5,6, thêm nước đến thể tích 1000 ml.

### 4.46 Dung dịch đệm pH = 10,2:

Hoà tan 70 g  $\text{NH}_4\text{Cl}$  (4.10) vào trong nước, thêm 570 ml dung dịch  $\text{NH}_4\text{OH}$  ( $d = 0,906 \text{ g/cm}^3$ ), và thêm nước đến 1000 ml, khuấy đều.

### 4.47 Dung dịch đệm axetat pH từ 5,6 đến 5,8:

Thêm từ từ axit axetic  $\text{CH}_3\text{COOH}$  ( $d = 1,055 \text{ g/cm}^3$ ) vào dung dịch  $\text{CH}_3\text{COONH}_4$  20 % (4.22) đến khi pH đạt từ 5,6 đến 5,8.

### 4.48 Dung dịch gelatin 1 %.

4.49 Dung dịch hiện màu natri vonframmat ( $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ): Hoà tan 8,25 g  $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  trong 50 ml nước.



**4.50 Dung dịch hiện màu amoni molybdat – amoni vanadat**

Cân 10 g  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$  hoà tan trong 100 ml nước nóng khoảng từ 50 °C đến 60 °C, thêm từ từ 2 ml  $\text{HNO}_3$  ( $d = 1,39 \text{ g/cm}^3$ ), vừa cho vừa khuấy đều, dung dịch này gọi là dung dịch 1.

Cân 0,3 g  $\text{NH}_4\text{VO}_3$  hoà tan trong 50 ml nước nóng, để nguội, thêm 50 ml  $\text{HNO}_3$  (1+3), khuấy đều, dung dịch này gọi là dung dịch 2.

Trộn dung dịch 1 vào dung dịch 2, khuấy đều, thêm 15 ml  $\text{HNO}_3$  ( $d = 1,39 \text{ g/cm}^3$ ), khuấy đều và bảo quản trong bình màu nâu để sử dụng.

**4.51 Xylenol da cam 1 %:** Trộn 0,1 g xylenol da cam nghiền mịn với 10 g KCl (4.12).

**4.52 Chỉ thị natri diphenylamin sulfonat ( $\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{O}_3\text{NSNa}$ ) 0,2 %:** Cân 0,2 g natri diphenylamin sulfonat hoà tan trong 100 ml nước, thêm vài giọt  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2 N.

**4.53 Chỉ thị fluorexon 1 %:** 0,1 g chỉ thị fluorexon nghiền mịn với 10 g KCl (4.12).

**4.54 Chỉ thị Eriocrom–T đen (ETOO) 1 %:** 0,1 g chỉ thị ETOO nghiền mịn với 10 g KCl (4.12).

**4.55 Phenolphthalin 1 %** trong ethanol 96°.

**4.56 Ethanol 96°.**

**4.57 Chuẩn bị dung dịch hoàn nguyên**

Cân 10 g  $\text{TiO}_2$  (4.3) vào bát sứ có cán dung tích 500 ml, thêm 2,5 g  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  (4.9) và 25 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ( $d = 1,84 \text{ g/cm}^3$ ), khuấy đều. Đặt bát sứ lên bếp điện ở nhiệt độ khoảng 200 °C trong thời gian 2 h và khuấy liên tục đến khi dung dịch sệt sệt thì ngừng khuấy, để thêm 2 h nữa. Lấy bát sứ ra khỏi bếp và để nguội, dùng nước chuyển vào cốc dung tích 500 ml, thêm nước đến thể tích 450 ml. Thêm vào cốc 50 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ( $d = 1,84 \text{ g/cm}^3$ ), khuấy đều. Thêm 3 g Zn (4.2) và để yên từ 2 h đến 3 h, sau đó lọc gạn vào bình màu nâu để sử dụng.

**5 Thiết bị, dụng cụ**

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thử nghiệm và các thiết bị, dụng cụ sau.

**5.1** Phễu ngăn khí.

**5.2** Bình kíp điều chế  $\text{CO}_2$ .

**5.3** Chén sứ dung tích 30 ml.

**5.4** Bát sứ có cán dung tích 500 ml.

**5.5** Chén niken dung tích 30 ml.

**5.6** Chén bạch kim dung tích 30 ml.

5.7 Bếp điện điều chỉnh được nhiệt độ.

5.8 Tủ sấy điều chỉnh được nhiệt độ ở 105 °C, 150 °C.

5.9 Máy đo pH.

5.10 Máy so màu đo được đo hấp thụ quang ở bước sóng 400 nm, 490 nm.

5.11 Máy cực phổ xoay chiều.

5.12 Cân phân tích có độ chính xác đến 0,0001 g.

5.13 Lò nung điều chỉnh được ở nhiệt độ: 500 °C; 750 °C; 950 °C.

## 6 Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu đưa đến phòng thí nghiệm có khối lượng không nhỏ hơn 200 g trộn đều, dùng phương pháp chia tư lấy 50 g. Tiếp tục bằng phương pháp chia tư lấy 25 g làm mẫu phân tích hoá học. Phần còn lại bảo quản làm mẫu lưu.

Nghiền mịn mẫu phân tích đến cỡ hạt 0,064 mm. Sấy mẫu ở nhiệt độ 105 °C ± 5 °C đến khối lượng không đổi.

## 7 Phân tích hàm lượng titan dioxit (TiO<sub>2</sub>)

### 7.1 Nguyên tắc

Phân hủy mẫu bằng K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>7</sub> rồi hòa tan mẫu bằng HCl (1+4), khử Ti(IV) xuống Ti(III) bằng nhôm kim loại và chuẩn độ bằng dung dịch NH<sub>4</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> với chỉ thị NH<sub>4</sub>CNS.

### 7.2 Cách tiến hành

Cân 0,2 g mẫu (đã được chuẩn bị như ở Điều 6) chính xác đến 0,0002 g vào chén sứ dung tích 30 ml, thêm từ 4 g đến 5 g K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (4.4) trộn đều, phủ thêm 2 g nữa. Cho chén vào lò nung và giữ ở nhiệt độ 500 °C trong thời gian 30 min, sau đó tăng nhiệt độ lên 750 °C và giữ 30 min nữa, lấy ra để nguội.

Cho chén có chứa mẫu vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml đã có sẵn 100 ml HCl (1+4), đun nhẹ cho tan khối nung chảy, rửa sạch chén bằng HCl (1+4). Đun sôi dung dịch từ 2 min đến 3 min cho mẫu tan hoàn toàn. Để nguội rồi chuyển dung dịch vào bình tam giác dung tích 500 ml, rửa cốc bằng HCl (1+4) và chuyển luôn vào bình tam giác. Thêm HCl (1+4) đến thể tích 200 ml.

Đun nóng dung dịch, thêm 3 g nhôm (Al)(4.1) và để 30 min, thêm 20 ml HCl (d = 1,19 g/cm<sup>3</sup>), đun cho đến khi dung dịch bắt đầu sôi, đậy bình ngăn khí có chứa dung dịch Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> bão hòa (4.29), lấy ra làm nguội nhanh.

Tháo bình ngăn khí, thêm 3 ml (NH<sub>4</sub>CNS) 15 % (4.25) và chuẩn độ bằng dung dịch NH<sub>4</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> 0,1 N (4.33) cho đến khi dung dịch chuyển sang màu phớt hồng. Ghi thể tích NH<sub>4</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> tiêu tốn trong quá trình chuẩn độ (V).

### 7.3 Tính kết quả

Hàm lượng dioxit Titan (TiO<sub>2</sub>) tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức sau:

$$TiO_2(\%) = \frac{V \times T}{G} \times 100$$

trong đó

- V là thể tích dung dịch NH<sub>4</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, tính bằng mililit;
- T là độ chuẩn TiO<sub>2</sub>/NH<sub>4</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, tính bằng gam trên mililit;
- G là khối lượng mẫu phân tích, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa các kết quả phân tích song song không được lớn hơn 0,5 %.

## 8 Phân tích hàm lượng sắt(II) oxit FeO

### 8.1 Nguyên tắc

Hòa tan mẫu bằng H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> có dòng khí CO<sub>2</sub> chạy qua và chuẩn độ Fe(II) bằng dung dịch KMnO<sub>4</sub> 0,1 N.

### 8.2 Cách tiến hành

Cân 0,3 g mẫu (đã được chuẩn bị như ở Điều 6) chính xác đến 0,0002 g vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml, thêm từ 20 ml đến 25 ml nước, 20 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (d = 1,84 g/cm<sup>3</sup>), lắc đều. Đậy nắp kính đồng hồ, sục khí CO<sub>2</sub> và đun trên bếp điện cho đến khi mẫu tan hết (khi có khói trắng bốc lên). Lấy cốc ra khỏi bếp điện, làm nguội nhanh, thêm nước đến thể tích 100 ml rồi chuẩn độ bằng dung dịch KMnO<sub>4</sub> tiêu chuẩn 0,1 N (4.40) đến màu phớt hồng. Ghi thể tích V tiêu tiêu tốn.

### 8.3 Tính kết quả

Hàm lượng sắt(II) oxit (FeO) tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức sau:

$$FeO(\%) = \frac{V \times 71,58 \times N}{G \times 1000} \times 100$$

trong đó

- V là thể tích dung dịch KMnO<sub>4</sub> 0,1 N, tính bằng mililit;
- 71,58 là đương lượng gam của FeO, tính bằng gam;
- G là khối lượng mẫu phân tích, tính bằng gam;

$N$  là nồng độ đương lượng của dung dịch  $\text{KMnO}_4$ .

Chênh lệch giữa các kết quả phân tích song song không lớn hơn 0,3 %.

## 9 Phân tích hàm lượng sắt(III) oxit $\text{Fe}_2\text{O}_3$

### 9.1 Nguyên tắc

Hòa tan mẫu bằng  $\text{H}_2\text{SO}_4$  có dòng khí  $\text{CO}_2$  chạy qua, cho dư dung dịch hoàn nguyên và chuẩn độ lượng dư bằng dung dịch  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$  với chỉ thị  $\text{NH}_4\text{CNS}$ .

### 9.2 Cách tiến hành

Cân 0,3 g mẫu (đã được chuẩn bị như ở Điều 6) chính xác đến 0,0002 g cho vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml, thêm vào cốc từ 20 ml đến 25 ml nước, 20 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ( $d = 1,84 \text{ g/cm}^3$ ), lắc đều. Đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ, sục khí  $\text{CO}_2$  và đun trên bếp điện cho đến khi tan hết mẫu (khi có khói trắng bốc lên) làm nguội nhanh dung dịch, thêm nước đến thể tích 100 ml, thêm chính xác từ 5 ml đến 10 ml dung dịch hoàn nguyên (4.57) (phụ thuộc vào hàm lượng  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  trong mẫu), 3 ml  $\text{NH}_4\text{CNS}$  15 %, (4.25) chuẩn độ bằng dung dịch  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$  (4.33) đến màu phớt hồng. Ghi thể tích  $V_1$  của dung dịch  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$  tiêu tốn.

Thêm đúng thể tích dung dịch hoàn nguyên như đã cho ở trên vào cốc, dùng dung dịch  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$  chuẩn độ đến màu phớt hồng. Ghi thể tích  $V_2$  của dung dịch  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$  tiêu tốn.

### 9.3 Tính toán kết quả

Hàm lượng sắt(III) oxit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức sau:

$$\text{Fe}_2\text{O}_3(\%) = \frac{(V_2 - V_1) \times 0,1 \times f \times 79,85}{G \times 1000} \times 100$$

trong đó

$V_2$  là thể tích dung dịch  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$  chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit;

$V_1$  là thể tích dung dịch  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$  chuẩn độ mẫu thực, tính bằng mililit;

$f$  là hệ số hiệu chỉnh của dung dịch  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ ;

$G$  là khối lượng mẫu phân tích, tính bằng gam;

79,85 là đương lượng gam của sắt(III) oxit  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .

Chênh lệch giữa các kết quả phân tích song song không lớn hơn 0,3 %.

## 10 Phân tích hàm lượng phospho pentaoxit ( $P_2O_5$ )

### 10.1 Nguyên tắc

Phân hủy mẫu bằng cách nung với NaOH ở nhiệt độ 650 °C, chuyển dung dịch về môi trường  $HNO_3$ , tạo phức với hỗn hợp  $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$  và  $NH_4VO_3$  rồi đo độ hấp thụ quang ở bước sóng  $\lambda = 400$  nm.

### 10.2 Cách tiến hành

Cân 0,3 g mẫu (đã được chuẩn bị như ở Điều 6) chính xác đến 0,0002 g vào chén niken, thêm 4 g NaOH (4.14), 0,1 g  $KNO_3$  (4.11), cho vào lò nung và nung ở nhiệt độ 650 °C trong thời gian 30 min. Lấy chén ra để nguội và cho vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml đã có sẵn 100 ml nước, đặt cốc lên bếp điện đun nóng cho tan khối nung chảy, rửa chén bằng nước. Thêm vào cốc 2 ml ethanol 96° (4.56) và đun sôi 3 min, lấy ra để nguội và chuyển vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Lọc dung dịch bằng giấy lọc định lượng vào cốc khô sạch. Dung dịch lọc gọi là dung dịch A.

Dùng pipet hút chính xác từ 10 ml đến 20 ml dung dịch A (phụ thuộc vào hàm lượng  $P_2O_5$  có trong mẫu) vào bình định mức dung tích 50 ml, thêm vài giọt phenolphthalein và trung hòa bằng  $HNO_3$  (1+1) đến hết màu hồng. Thêm 5 ml  $HNO_3$  (1+1) và 5 ml dung dịch hiện màu (4.50), lắc đều, thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Để yên 15 min rồi đo độ hấp thụ quang ở bước sóng 400 nm, dung dịch so sánh là nước. Đồng thời tiến hành mẫu trắng.

#### - Xây dựng đường chuẩn:

Dùng pipet hút chính xác lần lượt các thể tích 0,5 ml, 1,0 ml, 1,5 ml, 2,0 ml dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ 0,05 mg  $P_2O_5$ /ml (4.34) vào các bình định mức dung tích 50 ml. Thêm nước đến 35 ml, thêm 5 ml  $HNO_3$  (1+1) và 5 ml dung dịch hiện màu (4.50), lắc đều. Thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Để yên 15 min rồi đo độ hấp thụ quang ở bước sóng 400 nm. Dung dịch so sánh là dung dịch không chứa  $P_2O_5$  tiêu chuẩn.

### 10.3 Tính kết quả

Hàm lượng phospho pentaoxit ( $P_2O_5$ ) tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức sau:

$$P_2O_5(\%) = \frac{m}{G} \times \frac{250}{V_1} \times 100$$

trong đó

- $m$  là hàm lượng  $P_2O_5$  tìm thấy trong đồ thị, tính bằng gam;
- $V_1$  là thể tích dung dịch A lấy để phân tích, tính bằng millilit;
- $G$  là khối lượng mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa các kết quả phân tích song song không lớn hơn 0,02 %.

## 11 Phân tích hàm lượng crom(III) oxit ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ )

### 11.1 Nguyên tắc

Phương pháp dựa trên phản ứng diphenyl carbazide ( $\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{ON}_4$ ) với Cr(VI) trong môi trường axit sulfuric tạo thành phức màu đỏ rồi đo độ hấp thụ quang ở bước sóng 490 nm.

### 11.2 Cách tiến hành

Dùng pipet hút chính xác từ 5 ml đến 10 ml dung dịch A (10.2) (phụ thuộc vào hàm lượng  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  có trong mẫu) vào bình định mức dung tích 50 ml. Thêm 1 giọt đến 2 giọt chỉ thị phenolphthalein (4.55), dùng  $\text{H}_2\text{SO}_4$  6 N trung hòa, thêm 2 ml nữa. Thêm 3 ml dung dịch diphenylkarbazid (4.44), thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Để yên 5 min rồi đo độ hấp thụ quang ở bước sóng 490 nm. Dung dịch so sánh là nước. Tiến hành phân tích mẫu trắng.

– Xây dựng đường chuẩn:

Dùng pipet hút chính xác lần lượt các thể tích 0,5 ml, 1,0 ml, 1,5 ml, 2,0 ml dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ 0,01 mg $\text{Cr}_2\text{O}_3$ /ml (4.35) vào các bình định mức dung tích 50 ml, thêm 40 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,2 N, 3 ml diphenylkarbazid, thêm  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,2 N đến vạch mức, lắc đều. Để yên 5 min rồi đo độ hấp thụ quang ở bước sóng 490 nm. Dung dịch so sánh là dung dịch không chứa chất chuẩn  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ .

### 11.3 Tính kết quả

Hàm lượng crom(III) oxit ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức sau:

$$\text{Cr}_2\text{O}_3(\%) = \frac{m}{G} \times \frac{250}{V_1} \times 100$$

trong đó

$m$  là khối lượng  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  tìm thấy ở đồ thị chuẩn, tính bằng gam;

$V_1$  là thể tích dung dịch A lấy phân tích, tính bằng mililit;

$G$  là khối lượng mẫu lấy phân tích, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa các kết quả phân tích song song không được lớn hơn 0,01 %.

## 12 Phân tích hàm lượng vanadi pentaoxit ( $\text{V}_2\text{O}_5$ )

### 12.1 Nguyên tắc

Dựa trên phản ứng tạo phức màu vàng của V(V) với  $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  trong môi trường axit sulfuric rồi đo độ hấp thụ quang ở bước sóng 400 nm.

## 12.2 Cách tiến hành

Dùng pipet hút chính xác từ 10 ml đến 20 ml dung dịch A (10.2) (phụ thuộc vào hàm lượng  $V_2O_5$  có trong mẫu) vào bình định mức dung tích 50 ml, trung hòa bằng dung dịch  $H_2SO_4$  6 N với giấy chỉ thị pH vạn năng. Thêm 5 ml  $H_2SO_4$  6 N, 5 ml dung dịch  $H_3PO_4$  5 N và 2,5 ml dung dịch  $Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$  (4.49). Đun sôi dung dịch từ 2 min đến 3 min, lấy ra để nguội, thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Đo độ hấp thụ quang ở bước sóng 400 nm.

- Xây dựng đường chuẩn:

Dùng pipet hút chính xác lần lượt các thể tích 0,5 ml, 1,0 ml, 1,5 ml, 2,0 ml dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ 0,01 mg vanadi/ml (4.51) vào các bình định mức dung tích 50 ml, thêm lần lượt 5 ml  $H_2SO_4$  6 N, 5 ml dung dịch  $H_3PO_4$  5 N, 2,5 ml dung dịch hiện màu (4.49). Đun sôi dung dịch từ 2 min đến 3 min, để nguội và thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Đo độ hấp thụ quang ở bước sóng 400 nm. Dung dịch so sánh là dung dịch không chứa vanadi.

## 12.3 Tính kết quả

Hàm lượng vanadi pentaoxid ( $V_2O_5$ ) tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức sau:

$$V_2O_5(\%) = \frac{m}{G} \times \frac{250}{V_1} \times 1,784 \times 100$$

trong đó

$m$  là khối lượng vanadi tìm thấy ở đồ thị, tính bằng gam;

1,784 là hệ số chuyển đổi V thành  $V_2O_5$ ;

$V_1$  là thể tích dung dịch A lấy để phân tích, tính bằng mililit.

Chênh lệch giữa các kết quả phân tích song song không được lớn hơn 0,02 %.

## 13 Phân tích hàm lượng zirconii dioxit ( $ZrO_2$ )

### 13.1 Nguyên tắc

Phân hủy mẫu bằng hỗn hợp nung chảy  $K_2CO_3:Na_2CO_3:Na_2B_4O_7$  tỉ lệ (1+1+1) rồi hòa tan mẫu bằng HCl 1 N và chuẩn độ bằng dung dịch EDTA tiêu chuẩn với chỉ thị xylenol da cam.

### 13.2 Cách tiến hành

Cân 0,1 g mẫu (đã được chuẩn bị như ở Điều 6) chính xác đến 0,0002 g vào chén bạch kim, thêm từ 4 g đến 5 g hỗn hợp nung chảy  $K_2CO_3:Na_2CO_3:Na_2B_4O_7$  tỉ lệ (1+1+1), cho vào lò nung và nung ở nhiệt độ 950 °C trong thời gian 30 min. Lấy chén chứa mẫu ra để nguội và cho vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml có chứa 100 ml dung dịch HCl 1 N, đun nóng cho tan kết tủa. Rửa chén bạch kim bằng HCl 1 N, đun sôi dung dịch từ 2 min đến 3 min. Chuyển dung dịch vào bình tam giác thủy tinh

dung tích 500 ml. Thêm vào bình 10 ml hydroxylamin hydrocloric 20 % (4.32) (nếu dung dịch không hết màu vàng của  $\text{FeCl}_3$  thì thêm tiếp hydroxylaminehydrocloric và đun đến hết màu vàng), đun sôi dung dịch 3 min, lấy ra thêm vài hạt chỉ thị xylenol da cam (4.51) và dùng dung dịch EDTA tiêu chuẩn (4.38) để chuẩn độ đến màu hồng. Đun tiếp 3 min nữa rồi lại chuẩn độ đến màu hồng. Ghi tổng thể tích dung dịch EDTA tiêu chuẩn đã tiêu tốn để chuẩn độ (V).

### 13.3 Tính kết quả

Hàm lượng zircon biểu thị dưới dạng  $\text{ZrO}_2$  tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức sau:

$$\text{ZrO}_2(\%) = \frac{V \times N \times 123,22}{G \times 1000} \times 100$$

trong đó

V là thể tích dung dịch EDTA chuẩn độ, tính bằng mililit;

G là khối lượng mẫu phân tích, tính bằng gam;

N là nồng độ của dung dịch EDTA;

123,22 là đương lượng gam  $\text{ZrO}_2$ .

Chênh lệch giữa các kết quả phân tích song song không lớn hơn 0,2 %.

## 14 Phân tích hàm lượng mangan oxit ( $\text{MnO}$ )

### 14.1 Nguyên tắc

Phân huỷ mẫu bằng hỗn hợp nung kali hidroxit KOH và  $\text{KNO}_3$ . Dùng  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$  oxy hóa Mn(II) thành Mn(VII) trong môi trường axit có  $\text{AgNO}_3$  làm xúc tác, sau đó chuẩn độ Mn(VII) bằng dung dịch muối Mohr.

### 14.2 Cách tiến hành

Cân 0,5 g mẫu (đã được chuẩn bị như ở Điều 6) chính xác đến 0,0002 g vào chén niken, thêm 4 g KOH (4.13) và 0,1 g  $\text{KNO}_3$  (4.11) và nung ở nhiệt độ 650 °C trong 30 min. Lấy chén ra để nguội rồi cho vào cốc dung tích 250 ml có sẵn 100 ml nước và đun sôi cho tan khối nung chảy, rửa sạch chén và đun sôi từ 2 min đến 3 min.

Thêm vài giọt  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  bão hoà (4.30), trung hoà dung dịch bằng  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1+1) cho đến khi vừa tan kết tủa, chuyển toàn bộ dung dịch vào bình tam giác dung tích 500 ml, tráng cốc bằng nước. Thêm  $\text{H}_2\text{SO}_4$  sao cho dung dịch có nồng độ  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5 %, thêm 12 ml  $\text{H}_3\text{PO}_4$  ( $d = 1,69 \text{ g/cm}^3$ ), 5 ml  $\text{AgNO}_3$  1 %, (4.26) 20 ml  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$  25 % (4.24) mới pha. Đun sôi dung dịch khoảng 15 min để phân huỷ hết  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ . Làm nguội nhanh dung dịch rồi chuẩn độ bằng dung dịch muối Mohr đến màu phớt hồng rồi thêm vài giọt chỉ thị natriđiphenylamin sulfonat (4.52) và chuẩn độ đến khi hết màu tím. Tiến hành phân tích đồng thời mẫu trắng.



### 14.3 Tính kết quả

Hàm lượng mangan oxit (MnO) tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức sau:

$$MnO(\%) = \frac{(V - V_0) \times N_1 \times 10,99 \times 1,2912}{G \times 1000} \times 100$$

trong đó

$V$  là thể tích dung dịch Mohr chuẩn độ mẫu phân tích, tính bằng mililit;

$V_0$  là thể tích dung dịch Mohr chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit;

$N_1$  là nồng độ đương lượng dung dịch muối Mohr;

10,99 là đương lượng gam của Mn;

1,2912 là hệ số chuyển đổi Mn thành MnO;

$G$  là khối lượng mẫu phân tích, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa các kết quả phân tích song song không lớn hơn 0,2 %.

## 15 Phân tích hàm lượng nhôm oxit (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

### 15.1 Nguyên tắc

Dựa trên phản ứng tạo phức của nhôm Al<sup>3+</sup> với EDTA ở pH = 5,6. Dùng dung dịch Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub> chuẩn độ lượng dư EDTA, sau đó phá hủy phức nhôm với EDTA bằng NaF và chuẩn độ EDTA giải phóng khỏi phức với nhôm bằng Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>.

### 15.2 Cách tiến hành

Dùng pipet hút chính xác 100 ml dung dịch A (10.2) cho vào cốc thủy tinh dung tích 400 ml, thêm 20 ml dung dịch EDTA 0,025 M (4.38), vài hạt chỉ thị xylenol da cam (4.51) và dùng dung dịch HCl (1+1) chỉnh đến khi dung dịch xuất hiện màu vàng. Thêm 15 ml dung dịch đệm pH 5,6 (4.45) rồi đun sôi 3 min, sau đó làm nguội nhanh đến nhiệt độ phòng. Thêm vài hạt chỉ thị xylenol da cam rồi chuẩn độ bằng dung dịch Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub> (4.42) đến khi dung dịch chuyển từ màu vàng sang phớt hồng.

Thêm 10 ml dung dịch NaF bão hoà (4.31), đun dung dịch sôi 3 min, lấy bình ra làm nguội nhanh đến nhiệt độ phòng và dùng dung dịch Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub> chuẩn độ đến màu phớt hồng. Ghi thể tích dung dịch Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub> tiêu tốn ( $V$ ).

### 15.3 Tính kết quả

Hàm lượng nhôm oxit (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức sau:

$$Al_2O_3(\%) = \frac{V \times K \times 0,0012745}{m} \times 100$$

trong đó

*V* là thể tích  $Zn(CH_3COO)_2$  tiêu tốn để chuẩn độ lượng EDTA giải phóng ra từ phức của nhôm, tính bằng millilit.

*K* là hệ số hiệu chỉnh nồng độ dung dịch kẽm axetat;

*m* là khối lượng mẫu dùng để chuẩn độ, tính bằng gam;

0,0012745 là khối lượng  $Al_2O_3$  tương ứng với 1 ml EDTA 0,025 M.

Chênh lệch giữa các kết quả phân tích song song không lớn hơn 0,2 %.

## 16 Phân tích hàm lượng silic dioxit ( $SiO_2$ )

### 16.1 Nguyên tắc

Phân hủy mẫu bằng hỗn hợp ( $K_2CO_3 + Na_2CO_3$ ) (1+1) Hòa tan khối nung chảy bằng HCl. Cô cạn dung dịch 2 lần với HCl để tách nước của axit silicic, nung kết tủa axit silicic ở 950 °C và xử lý bằng HF.

### 16.2 Cách tiến hành

Cân 0,5 g mẫu (đã được chuẩn bị như ở Điều 6) chính xác đến 0,0002 g vào chén bạch kim, thêm từ 4 g đến 5 g hỗn hợp nung chảy ( $K_2CO_3 + Na_2CO_3$ ) (4.7) rồi cho vào lò nung, nung ở nhiệt độ 950 °C trong khoảng từ 45 min đến 60 min. Lấy chén nung ra để nguội, cho vào cốc thủy tinh dung tích 500 ml đã có sẵn 100 ml HCl (1+1), hoà tan khối nung chảy, rửa sạch chén bằng nước. Cô mẫu trên bếp điện đến khô, thêm 10 ml HCl ( $d = 1,19 \text{ g/cm}^3$ ), cô khô, tiến hành thêm một lần nữa. Thêm 20 ml HCl ( $d = 1,19 \text{ g/cm}^3$ ), sau đó thêm từ 5 ml đến 7 ml gelatin 1 % (4.48), thêm 100 ml nước nóng. Đun sôi dung dịch 5 min, lấy ra để nguội và lọc qua giấy lọc định lượng bằng xanh vào bình định mức dung tích 250 ml. Rửa kết tủa 3 lần bằng HCl 0,5 % nóng. Sau đó rửa bằng nước nóng đến hết clorua Cl<sup>-</sup>. Dung dịch thu được trong bình định mức, thêm 10 ml HCl ( $d = 1,19 \text{ g/cm}^3$ ), định mức bằng nước đến vạch mức, lắc đều, gọi là dung dịch B dùng để xác định hàm lượng CaO, MgO. Cho giấy lọc và kết tủa vào chén bạch kim, than hóa trên bếp điện rồi nung ở nhiệt độ 950 °C trong 2 h, lấy ra để nguội trong bình hút ẩm 30 min, cân, ghi khối lượng  $m_1$ .

Thêm vào chén vài giọt nước để thấm ướt, 0,5 ml  $H_2SO_4$  (1+1), thêm từ 5 ml đến 7 ml HF ( $d = 1,14 \text{ g/cm}^3$ ) và cô trên bếp điện đến khi có khói trắng bốc lên. Lại thêm từ 3 ml đến 5 ml HF và cô đến hết khói trắng bốc lên. Sau đó nung trong lò nung ở nhiệt độ 950 °C trong thời gian 60 min. Lấy chén ra để nguội trong bình hút ẩm rồi cân. Ghi khối lượng  $m_2$ .

### 16.3 Tính kết quả

Hàm lượng silic dioxide ( $\text{SiO}_2$ ) tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức sau:

$$\text{SiO}_2(\%) = \frac{m_1 - m_2}{G} \times 100$$

trong đó

- $m_1$  là khối lượng chén và kết tủa trước khi thêm HF, tính bằng gam;
- $m_2$  là khối lượng chén và cặn sau khi cô HF, tính bằng gam;
- G là khối lượng mẫu, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa các kết quả phân tích song song không lớn hơn 0,2 %.

## 17 Xác định hàm lượng canxi oxit (CaO)

### 17.1 Nguyên tắc

Chuẩn độ lượng canxi bằng dung dịch EDTA tiêu chuẩn ở pH lớn hơn 12 với chỉ thị fluorexon sau khi tách canxi và magiê khỏi các nguyên tố ảnh hưởng dung dịch trong dung dịch như Zr, Ti, Al, Fe ..., ở điểm tương đương dung dịch mất màu xanh huỳnh quang.

### 17.2 Cách tiến hành

Dùng pipet hút chính xác 100 ml dung dịch B 16.2) vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml, thêm 2 g  $\text{NH}_4\text{Cl}$  (4.10) và đun nóng dung dịch đến nhiệt độ khoảng từ 70 °C đến 80 °C. Thêm từ từ  $\text{NH}_4\text{OH}$  ( $d = 0,906 \text{ g/cm}^3$ ) vào dung dịch, vừa thêm vừa khuấy đến khi xuất hiện mùi  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Khuấy đều và đun nóng dung dịch ở nhiệt độ khoảng từ 70 °C đến 80 °C để loại bớt  $\text{NH}_4\text{OH}$  dư.

Lọc dung dịch qua giấy lọc định lượng bằng vàng vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml, rửa kết tủa 5 lần đến 6 lần bằng dung dịch  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  2 % (4.23) nóng đến hết ion  $\text{Cl}^-$ . Để nguội dung dịch và định mức đến vạch mức bằng nước, lắc đều. Dung dịch thu được là dung dịch C.

Dùng pipet hút chính xác 100 ml dung dịch C vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml, thêm 20 ml dung dịch kali hidroxit KOH 25 %, (4.27) khuấy đều, thêm tiếp 2 ml KCN 5 %, (4.28) vài hạt chỉ thị fluorexon (4.53), khuấy đều rồi chuẩn độ bằng dung dịch EDTA 0,01 M (4.37) đến hết màu huỳnh quang xanh. Ghi thể tích dung dịch EDTA 0,01 M đã dùng để chuẩn độ ( $V_1$ ).

Thực hiện đồng thời thí nghiệm trắng, ghi thể tích dung dịch EDTA 0,01 M đã dùng để chuẩn độ ( $V_0$ ).

### 17.3 Tính kết quả

Hàm lượng canxi oxit (CaO) tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức sau:

$$CaO(\%) = \frac{56,077 \times V \times N}{m \times 1000} \times 100$$

trong đó

- N** là nồng độ chính xác của dung dịch tiêu chuẩn EDTA, tính bằng mol/l;
  - V** là thể tích dung dịch EDTA tiêu chuẩn tiêu tốn khi chuẩn độ canxi trong mẫu,  $V = V_1 - V_0$ , tính bằng millilit;
  - V<sub>1</sub>** là thể tích dung dịch EDTA tiêu chuẩn tiêu tốn khi chuẩn độ dung dịch mẫu, tính bằng millilit;
  - V<sub>0</sub>** là thể tích dung dịch EDTA 0,01 tiêu chuẩn tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng millilit;
  - m** là khối lượng mẫu dùng để chuẩn độ, tính bằng gam;
- 56,077 là đương lượng gam của canxi oxit, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa các kết quả phân tích song song không lớn hơn 0,1 %.

## **18 Phân tích hàm lượng magiê oxit (MgO)**

### **18.1 Nguyên tắc**

Chuẩn độ tổng hàm lượng canxi và magiê trong mẫu bằng dung dịch tiêu chuẩn EDTA ở pH khoảng 10,2 với chỉ thị eriocrom-T đen (ETOO) sau khi tách canxi và magiê khỏi các nguyên tố ảnh hưởng như Zr, Ti, Al, Fe ... Xác định hàm lượng MgO theo hiệu số thể tích dung dịch EDTA chuẩn độ tổng hàm lượng canxi, magiê và canxi.

### **18.2 Cách tiến hành**

Dùng pipet hút chính xác 100 ml dung dịch C (17.2) vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml, thêm 20 ml dung dịch đệm pH= 10,2 (4.46), 2 ml KCN 5 % (4.28) và vài hạt chỉ thị Eriocrom-T đen 1 %, (4.54) khuấy đều. Dùng dung dịch EDTA tiêu chuẩn 0,01 M (4.37) chuẩn độ đến khi dung dịch chuyển từ màu đỏ tím sang màu xanh nước biển, ghi thể tích EDTA 0,01 M chuẩn độ ( $V_2$ )

Thực hiện đồng thời thí nghiệm trắng, ghi thể tích dung dịch EDTA tiêu chuẩn 0,01 M chuẩn độ ( $V_0$ ).

### **18.3 Tính kết quả**

Hàm lượng magiê oxit (MgO) tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức sau:

$$MgO(\%) = \frac{40,304 \times [V_2 - (V + V_0)] \times N}{m \times 1000} \times 100$$

trong đó

- $N$  là nồng độ chính xác của dung dịch EDTA tiêu chuẩn, tính bằng mol/l;
- $V_0$  là thể tích dung dịch EDTA 0,01 M tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit;
- $V$  là thể tích dung dịch EDTA 0,01 M tiêu tốn khi chuẩn độ xác định hàm lượng canxi (theo 17.3), tính bằng mililit;
- $V_2$  là thể tích dung dịch EDTA 0,01 M khi chuẩn độ xác định tổng hàm lượng canxi và magiê, tính bằng mililit;
- 40,304 là đương lượng gam của magiê oxit, tính bằng gam;
- $m$  là khối lượng mẫu dùng để chuẩn độ, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa các kết quả phân tích song song không lớn hơn 0,1 %.

## 19 Phân tích hàm lượng chì (Pb)

### 19.1 Nguyên tắc

Dựa trên nguyên tắc tách chì (Pb) ở dạng chì sulfat  $PbSO_4$  kết tủa, hòa tan kết tủa bằng dung dịch đệm axetat pH từ 5,4 đến 5,8 rồi chuyển vào nền cực phổ và ghi sóng cực phổ trong khoảng điện thế  $-0,4$  V đến  $-0,6$  V.

### 19.2 Cách tiến hành

Cân 0,5 g mẫu (đã được chuẩn bị như ở Điều 6) chính xác đến 0,0002 g vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml, thấm ướt mẫu bằng nước, thêm 15 ml HCl ( $d = 1,19$  g/cm<sup>3</sup>), đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ, đun sôi từ 5 min đến 10 min, thêm 5 ml HNO<sub>3</sub> ( $d = 1,39$  g/cm<sup>3</sup>), đun sôi nhẹ cho đến khi thể tích dung dịch còn khoảng từ 3 ml đến 5 ml, cho tiếp 10 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1+1), đun đến khi có khói trắng bốc lên, tráng thành cốc và đun tiếp 2 min đến 3 min. Lấy cốc ra để nguội, thêm 100 ml nước và đun sôi dung dịch 5 min, làm nguội dung dịch và để yên 1 h.

Lọc dung dịch qua giấy lọc định lượng bằng xanh. Rửa dung dịch H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (3+100) rửa kết tủa hai lần, sau đó bằng rửa bằng nước 3 lần đến 4 lần.

Chuyển kết tủa và giấy lọc trở lại vào cốc vừa kết tủa, thêm 30 ml dung dịch đệm axetat pH từ 5,6 đến 5,8 (4.47), đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ, đun nhẹ đến gần sôi trong khoảng từ 20 min. Làm nguội dung dịch, lọc dung dịch vào bình định mức dung tích 50 ml, rửa nhiều lần bằng nước nóng. Định mức bằng nước đến vạch mức, lắc đều.

Dùng pipet hút chính xác 5 ml dung dịch lọc chuyển vào bình điện phân và ghi sóng cực phổ ở điện thế  $-0,4$  V đến  $-0,6$  V. Đo chiều cao của sóng cực phổ ( $h_1$ ).

Thêm chính xác vào bình điện phân 0,1 ml dung dịch chỉ tiêu chuẩn nồng độ 0,1 mg Pb/ml, lắc đều và ghi phổ sóng cực phổ ở điện thế  $-0,4$  V đến  $-0,6$  V. Đo chiều cao của sóng cực phổ ( $h_2$ ).

**19.3 Tính kết quả**

Hàm lượng chì (Pb) trong mẫu tính bằng milligam trên kilogam theo công thức sau:

$$Pb(\%) = \frac{h_1 \times V \times 0,1 \times 50 \times 1000}{(h_2 - h_1) \times G \times V_1}$$

trong đó

- $h_1$  là chiều cao sóng cực phổ của mẫu, tính bằng milimet;
- $h_2$  là chiều cao sóng cực phổ của mẫu khi thêm dung dịch tiêu chuẩn chì, tính bằng milimet;
- $V$  là thể tích dung dịch tiêu chuẩn thêm vào bình điện phân, tính bằng mililit;
- $V_1$  là thể tích dung dịch mẫu lấy để phân tích, tính bằng mililit;
- $G$  là khối lượng mẫu cân đem phân tích, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa các kết quả phân tích song song không lớn hơn 5 mg/kg.

**20 Báo cáo thử nghiệm**

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm ít nhất các thông tin sau :

- Viện dẫn tiêu chuẩn này
  - Các chi tiết cần thiết để nhận biết mẫu thử
  - Các đặc điểm bất thường ghi nhận trong quá trình thử
  - Các thao tác bất kỳ được thực hiện không quy định trong tiêu chuẩn này.
  - Ngày thử nghiệm.
-