

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 180 : 2009

Xuất bản lần 3

QUẶNG APATIT – PHƯƠNG PHÁP THỬ

Apatit ores – Test methods

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 180 : 2009 thay thế cho TCVN 180 – 86.

TCVN 180 : 2009 do Tiểu Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC134/SC2 *Phân bón hóa học* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Quặng apatit – Phương pháp thử

Apatit ores – Test methods

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hóa học để xác định hàm lượng phospho pentoxit (P_2O_5), độ ẩm, silic dioxit (SiO_2), sắt oxit tổng (Fe_2O_3), nhôm oxit (Al_2O_3), canxi oxit (CaO) và magie oxit (MgO) trong quặng apatit.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây rất 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 1694 (ISO 8213) ¹⁾ Sản phẩm hóa học sử dụng trong công nghiệp – Lấy mẫu – Sản phẩm hóa học rắn ở dạng hạt từ bột đến tảng thô.

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

TCVN 7764 : 2007 (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).

Nước không có cacbon dioxit, nếu yêu cầu, có thể được chuẩn bị bằng cách đun sôi nước cất hoặc nước khử ion trong khoảng 10 min và tránh tiếp xúc với không khí trong lúc làm lạnh và bảo quản.

3.3 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.

¹⁾ Tiêu chuẩn này đang được soát xét.

TCVN 180 : 2009

3.4 Dung dịch pha loãng tính bằng phần trăm (%) biểu thị bằng số gam chất tan trong 100 ml nước. Ví dụ kali florua (KF), dung dịch 5 % là dung dịch gồm 5 g kali florua hòa tan trong 100 ml nước.

3.5 Khối lượng riêng (d) của thuốc thử đậm đặc được tính bằng gam trên mililit (g/ml).

3.6 Các chỉ tiêu phân tích được tiến hành trên mẫu thử được chuẩn bị theo Điều 6.

3.7 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.

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.

3.8 Việc xây dựng lại đường chuẩn (đối với các chỉ tiêu có sử dụng phương pháp trắc quang, quang phổ hấp thụ nguyên tử, quang kế ngọn lửa ...) được tiến hành định kỳ theo khuyến cáo của nhà sản xuất thiết bị và theo cách làm nêu trong tiêu chuẩn này.

4 Hóa chất, thuốc thử

4.1 Hóa chất rắn

4.1.1 **Hỗn hợp nung chảy:** Trộn natri cacbonat (Na_2CO_3) khan và kali cacbonat (K_2CO_3) khan theo tỷ lệ khối lượng (1+1).

4.1.2 **Axit periodic** (HIO_4) hoặc **kali periodat** (KIO_4).

4.1.3 **Amoni clorua** (NH_4Cl).

4.1.4 **Chỉ thị fluorexon:** Nghiền 0,1 g chỉ thị fluorexon với 10 g kali clorua (KCl), bảo quản trong lọ thủy tinh màu.

4.1.5 **Magie clorua tinh thể**, $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

4.1.6 **Natri pyrophosphat** ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$).

4.1.7 **Chuẩn bị cột trao đổi cation:** Cân 40 g nhựa trao đổi cationit dạng axit mạnh vào cốc dung tích 250 ml, dùng nước ngâm nhựa trong 24 h, sau đó rửa gạn vài lần bằng nước cho đến hết các hạt nổi. Chuyển nhựa vào cột trao đổi có đường kính khoảng 25 mm và chiều dài khoảng 250 mm. Rửa cột bằng HCl 10 % với tốc độ khoảng 8 ml/min đến 10 ml/min, lượng dung dịch axit được cho qua cột đến khi hết phản ứng định tính ion Fe^{3+} trong dung dịch chảy ra từ cột (phản ứng với amoni thioxyanat). Rửa cột chứa nhựa bằng nước không có cacbon dioxit đến môi trường trung tính (thử bằng dung dịch chỉ thị metyl da cam). Chuyển nhựa về dạng Na^+ bằng 250 ml dung dịch NaCl 5 % với tốc độ 10 ml/min. Tiếp tục rửa cột bằng nước không có cacbon dioxit đến môi trường trung tính (thử bằng dung dịch chỉ thị metyl da cam).

4.2 Hóa chất lỏng, dung dịch thuốc thử

- 4.2.1 Axit clohydric (HCl) đậm đặc** ($d = 1,19$).
- 4.2.2 Axit clohydric (HCl) dung dịch** (1+1).
- 4.2.3 Axit clohydric (HCl) dung dịch** 0,4 N và 2 N.
- 4.2.4 Axit sulfuric (H₂SO₄) đậm đặc** ($d = 1,84$).
- 4.2.5 Axit sulfuric (H₂SO₄) dung dịch** (1+1).
- 4.2.6 Axit sulfuric (H₂SO₄) dung dịch** 2 N.
- 4.2.7 Axit nitric (HNO₃) đậm đặc** ($d = 1,42$ đến $1,45$).
- 4.2.8 Axit nitric (HNO₃) dung dịch** 6 N.
- 4.2.9 Axit sulfuric (H₂SO₄) hoặc axit nitric (HNO₃) dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn** 0,1 N.
- 4.2.10 Hỗn hợp axit clohydric (HCl) ($d = 1,19$) và axit nitric (HNO₃) ($d = 1,42$ đến $1,45$) với tỷ lệ** (3+1).
- 4.2.11 Axit flohydric (HF) đậm đặc** (40 %).
- 4.2.12 Dung dịch amoniac (NH₄OH) đậm đặc** (25 %), dung dịch 10 %, 2,5 %.
- 4.2.13 Dung dịch amoniac (NH₄OH) (1+1) hay 6N.**
- 4.2.14 Kali nitrat (KNO₃) hoặc natri nitrat (NaNO₃), dung dịch** 1 %.
- 4.2.15 Bạc nitrat (AgNO₃), dung dịch** 0,5 %.
- 4.2.16 Natri hydroxit (NaOH), dung dịch** 10 %, 30 %.
- 4.2.17 Natri hydroxit (NaOH), dung dịch** 0,3 N và 6 N, bảo quản trong bình nhựa.
- 4.2.18 Kali hydroxit (KOH), dung dịch** 25 %, bảo quản trong bình nhựa.
- 4.2.19 Kali xyanua (KCN), dung dịch** 5 %.
- 4.2.20 Axit sulfosalisilic [C₆H₄(OH)SO₃H], dung dịch** 10 %.
- 4.2.21 Natri florua (NaF), dung dịch** 3 %, bảo quản trong bình nhựa.
- 4.2.22 Chỉ thị xylenol da cam, dung dịch** 0,1 % trong nước.
- 4.2.23 Chỉ thị Eriocrom T đen (ETOO), dung dịch** 0,1 % trong rượu etylic.
- 4.2.24 Chỉ thị phenolphthalein, dung dịch** 0,1 % trong rượu etylic.
- 4.2.25 Chỉ thị metyl da cam, dung dịch** 0,1 % trong nước.
- 4.2.26 Dung dịch đệm pH = 5,6:** Đổ từ từ 100 ml dung dịch amoniac đậm đặc vào khoảng 400 ml nước, lắc đều, thêm tiếp 100 ml axit axetic, thêm nước đến 1 lít và lắc đều.

TCVN 180 : 2009

4.2.27 Dung dịch đệm pH = 10,6: Hòa tan 54 g amoni clorua vào 500 ml nước, thêm tiếp 350 ml dung dịch amoniac đậm đặc, thêm nước đến 1 lít và lắc đều.

4.2.28 Dung dịch tiêu chuẩn EDTA ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 0,01 M và 0,025 M: pha từ ống chuẩn (fixanal).

4.2.29 Dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2]$ 0,025 M: pha từ ống chuẩn (fixanal).

4.2.30 Dung dịch tiêu chuẩn gốc Si^{4+} chứa 0,40 mg SiO_2/ml và 0,04 mg SiO_2/ml : pha từ dung dịch tiêu chuẩn 1 mg Si/ml.

4.2.31 Dung dịch tiêu chuẩn Mn(II) chứa 0,010 mg MnO/ml: pha từ dung dịch tiêu chuẩn 1 mg Mn/ml.

4.2.32 Dung dịch khử: hòa tan 1 g axit ascorbic, 25 g axit tartaric ($\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$) và 5 g axit xitric trong 100 ml nước.

4.2.33 Amoni molipdat $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ dung dịch 5 %: hòa tan 25 g amoni molipdat trong 200 ml nước, nếu cần đun ấm cho tan, (nếu dung dịch đục thì phải lọc) pha loãng thành 500 ml. Dung dịch sử dụng được trong bốn tuần, bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

4.2.34 Thuốc thử amoni molipdat, dung dịch 3 % được chuẩn bị như sau: Hòa tan 27 g amoni nitrat (NH_4NO_3); 26,3 g axit xitric ($\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) và 34 g amoni molipdat $[(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4]$ trong 832 ml nước; khuấy cho tan hết; thêm 127 ml dung dịch axit nitric đậm đặc. Đun sôi dung dịch và thêm 2 giọt dung dịch diamoni phosphat 10 %, để lắng kết tủa trong 24 h ở nhiệt độ phòng, lọc và bảo quản trong bình sẫm màu.

4.2.35 Amoni xitrat, dung dịch 50 % chuẩn bị như sau: Hòa tan 500 g axit xitric trong khoảng 200 ml nước, thêm khoảng 500 ml dung dịch amoni hydroxit 25 %, để nguội, thêm tiếp dung dịch amoni hydroxit 25 % đến môi trường trung tính (thử bằng giấy quỳ hoặc chỉ thị vạn năng). Sau đó để nguội, thêm nước đến 1000 ml và lọc.

4.2.36 Dung dịch hỗn hợp magie clorua-amoni clorua chuẩn bị như sau: Hòa tan 55 mg magie clorua ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) và 70 g amoni clorua (4.1.3) trong nước, thêm 250 ml dung dịch amoni hydroxit 10 % (NH_4OH). Thêm nước đến 1000 ml và lọc.

4.2.37 Dung dịch Zr^{4+} khoảng 0,025 M pha từ ZrOCl_2 hay ZrO_2 .

5 Thiết bị, dụng cụ

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

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

5.2 Lò nung có nhiệt độ nung đạt $1000\text{ }^\circ\text{C} \pm 50\text{ }^\circ\text{C}$.

5.3 Máy đo màu quang điện hoặc **phổ quang kế UV-VIS**, có khả năng đo độ hấp thụ quang ở bước sóng từ 380 nm đến 850 nm.

6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử

6.1 Lấy mẫu

Mẫu apatit dùng cho phân tích hóa học được lấy theo TCVN 1694 (ISO 8213).

6.2 Chuẩn bị mẫu thử

6.2.1 Mẫu thử được đưa tới phòng thí nghiệm có khối lượng không ít hơn 500 g, kích thước hạt không lớn hơn 4 mm.

6.2.2 Trộn đều mẫu thử, dùng phương pháp chia tư lấy khoảng 100 g, nghiền nhỏ đến cỡ hạt không lớn hơn 0,20 mm. Dùng phương pháp chia tư lấy khoảng 50 g, tiếp tục nghiền nhỏ đến cỡ hạt không lớn hơn 0,10 mm. Khi chuẩn bị mẫu thử, nếu dụng cụ bằng thép, phải dùng nam châm để loại hết sắt lẫn vào mẫu. Dùng phương pháp chia tư lấy khoảng 25 g làm mẫu phân tích hóa học, phần còn lại bảo quản trong túi nylon hoặc bình thủy tinh làm mẫu lưu. Sau đó nghiền mịn mẫu phân tích trên cối mã não hay máy nghiền mẫu đến lọt qua sàng 0,063 mm, sấy mẫu ở nhiệt độ $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi.

7 Phương pháp thử

CẢNH BÁO: Tất cả các thao tác được thực hiện trong tủ hút có thông gió tốt.

7.1 Xác định hàm lượng phospho pentoxit

7.1.1 Xác định hàm lượng phospho pentoxit (P_2O_5) toàn phần bằng phương pháp khối lượng (phương pháp trọng tài).

CHÚ THÍCH: Phụ lục A giới thiệu phương pháp nhanh (phương pháp thể tích) xác định hàm lượng phospho pentoxit (P_2O_5).

7.1.1.1 Nguyên tắc

Dùng hỗn hợp axit mạnh để phân hủy mẫu. Kết tủa phosphat dưới dạng magie amoni phosphat (MgNH_4PO_4) bằng dung dịch hỗn hợp magie clorua – amoni clorua. Nung kết tủa ở nhiệt độ cao để chuyển thành magie pyrophosphat ($\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$). Cân và tính ra thành phần phospho pentoxit.

7.1.1.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 2,5 g mẫu, chính xác đến 0,0002 g, và chuyển vào cốc dung tích 250 ml. Tẩm ướt bằng nước, thêm 40 ml hỗn hợp axit clohydric và axit nitric (3+1) (4.2.10).

Đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ. Đun sôi nhẹ trên bếp điện trong khoảng 30 min, thỉnh thoảng khuấy mẫu bằng đũa thủy tinh, lấy ra để nguội. Dùng nước tráng cẩn thận mặt kính đồng hồ. Chuyển hết dung dịch vào bình định mức dung tích 250 ml, định mức đến vạch bằng nước, lắc kỹ. Lọc khô dung dịch vào bình nón, bỏ phần nước lọc đầu. Lấy chính xác 50 ml dung dịch vào cốc dung tích 250 ml, thêm nước đến khoảng 100 ml. Cho vào 15 ml đến 17 ml amoni xitrat (4.2.35) và trung hòa bằng dung dịch amoniac 25 % (4.2.12) đến xuất hiện màu hồng của dung dịch theo chỉ thị

TCVN 180 : 2009

phenolphthalein (4.2.24). Sau đó thêm từ từ 30 ml đến 35 ml dung dịch hỗn hợp magie clorua – amoniac clorua (4.2.36), vừa thêm vừa khuấy cho đến khi xuất hiện kết tủa trắng, thêm 15 ml đến 20 ml dung dịch amoniac 25 % (4.2.12) và tiếp tục khuấy liên tục trong 30 min, sau đó để yên dung dịch trong 1 h. Nếu không khuấy liên tục trong 30 min thì để yên dung dịch 4 h đến 6 h. Lọc qua giấy lọc định lượng loại mịn. Rửa gạn vài lần bằng dung dịch amoniac 2,5 % (4.2.12), sau đó chuyển kết tủa lên giấy lọc. Tiếp tục dùng dung dịch amoniac 2,5 % (4.2.12) rửa kết tủa và giấy lọc cho đến khi thể tích nước rửa được khoảng 100 ml đến 150 ml. Chuyển kết tủa và giấy lọc vào chén đã nung và cân đến khối lượng không đổi. Đốt cháy giấy lọc và nung ở nhiệt độ $1000\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 2 h. Để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng, nung và cân. Nung lại ở nhiệt độ trên đến khối lượng không đổi (m_1).

7.1.1.3 Tính kết quả

Hàm lượng phospho pentoxit (P_2O_5) tổng, tính bằng %, theo công thức sau:

$$\% \text{P}_2\text{O}_5 = \frac{m_1 \times 0,6379}{m} \times 100$$

trong đó

m là khối lượng mẫu lấy tương ứng với thể tích dung dịch để kết tủa, tính bằng gam;

m_1 là khối lượng kết tủa của magie pyrophosphat cân được, tính bằng gam;

0,6379 là hệ số chuyển magie pyrophosphat ($\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$) ra phospho pentoxit.

Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả xác định song song không quá 0,20 %.

7.2 Xác định độ ẩm

7.2.1 Nguyên tắc

Mẫu thử được sấy ở nhiệt độ $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi. Từ sự giảm khối lượng tính ra độ ẩm có trong mẫu.

7.2.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 50 g mẫu, chính xác đến 0,01 g, chuyển vào hộp làm ẩm đã được sấy ở $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi. Mở nắp hộp, sấy hộp có mẫu ở nhiệt độ $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong khoảng 3 h. Lấy ra, đậy nắp kín, để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân. Lặp lại quá trình sấy ở nhiệt độ trên trong 15 min, làm nguội và cân đến khối lượng không đổi.

7.2.3 Tính kết quả

Độ ẩm (X), tính bằng %, theo công thức sau:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100$$

trong đó

m , là khối lượng mẫu và hộp làm ẩm trước khi sấy, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng mẫu và hộp làm ẩm sau khi sấy, tính bằng gam;

m là khối lượng mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam.

Chênh lệch cho phép giữa hai phép xác định song song không quá 0,2 %.

7.3 Xác định hàm lượng silic dioxit

7.3.1 Xác định hàm lượng silic dioxit ở dạng kết tủa silicic bằng phương pháp khối lượng

7.3.1.1 Nguyên tắc

Phân giải mẫu bằng hỗn hợp nung chảy (4.1.1), hòa tan khối nóng chảy bằng dung dịch axit clohydric, cô cạn để tách nước của axit silicic. Nung kết tủa ở $1000\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$, dùng dung dịch axit flohydric (4.2.11) để tách silic ở dạng silic tetraflorua, nung và cân. Hiệu số khối lượng của hai lần cân là hàm lượng silic dioxit.

7.3.1.2 Phân giải mẫu

Cân khoảng 1 g mẫu với độ chính xác đến 0,0002 g vào chén bạch kim đã lót sẵn 3 g đến 4 g hỗn hợp nung chảy (4.1.1), phủ lên trên khoảng 4 g đến 5 g hỗn hợp nung chảy nữa và nung ở nhiệt độ $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong vòng 30 min (khi nung được 15 min thì lắc đều chén). Lấy chén ra khỏi lò nung và để nguội.

7.3.1.3 Cách tiến hành

Chuyển toàn bộ khối nung chảy trên vào bát sứ dung tích 300 ml, dùng dung dịch HCl (1+1) (4.2.2) rửa chén bạch kim và chuyển toàn bộ phần rửa vào bát sứ. Đậy bát sứ bằng kính đồng hồ và thêm từ từ 30 ml dung dịch HCl đậm đặc (4.2.1) để hòa tan toàn bộ khối nung chảy. Đun nhẹ dung dịch ở nhiệt độ $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ cho đến khi dung dịch khô hoàn toàn. Trong quá trình đun dùng đũa thủy tinh dầm nhỏ những cục muối tạo thành. Thêm 10 ml dung dịch HCl đậm đặc (4.2.1), lại đun mẫu cho đến khi dung dịch khô hoàn toàn và duy trì ở nhiệt độ trên trong 30 min.

Để nguội, thêm vào bát sứ 10 ml dung dịch HCl đậm đặc (4.2.1), 100 ml nước sôi, khuấy đều, đun nhẹ đến tan hết các muối kết tinh, tráng mặt kính đồng hồ và thành bát bằng nước sôi, lấy bát ra và để nguội đến khoảng $60\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Lọc dung dịch qua giấy lọc định lượng có độ mịn trung bình vào bình định mức dung tích 250 ml và chuyển định lượng kết tủa lên giấy lọc. Rửa giấy lọc bằng nước nóng đến khi giấy lọc không còn axit (thử bằng giấy pH) hay ion Cl^- [thử bằng dung dịch AgNO_3 0,5 % (4.2.15)], dung dịch này gọi là "dung dịch 1". Chuyển giấy lọc có kết tủa chứa silic dioxit vào chén bạch kim. Đốt cháy giấy lọc trên bếp điện thành than. Đưa chén vào lò nung và nung ở nhiệt độ $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 1 h. Lấy chén ra, để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng rồi cân. Nung lại chén ở nhiệt độ trên trong 15 min và lặp lại quá trình nung cân cho đến khi nhận được khối lượng không đổi. Ghi khối lượng chén và kết tủa thu được (m_1).

Tắm ướt kết tủa trong chén bằng vài giọt nước, thêm vào chén 2 - 3 giọt dung dịch axit H_2SO_4 (1+1) (4.2.5) và 5 ml dung dịch HF (4.2.11). Làm bay hơi dung dịch trong chén đến khô và ngừng bốc khói

TCVN 180 : 2009

trắng. Cho chén vào lò nung ở nhiệt độ $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 30 min, lấy ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân. Nung lại chén ở nhiệt độ trên trong 15 min và lặp lại quá trình nung cân cho đến khi nhận được khối lượng không đổi. Ghi khối lượng chén và cặn thu được (m_2).

Nung cặn còn lại trong chén bạch kim với 2 g đến 3 g hỗn hợp nung chảy (4.1.1) ở nhiệt độ $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 20 min. Lấy ra để nguội, chuyển định lượng khối nung chảy vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml, dùng dung dịch HCl (1+1) (4.2.2) tráng rửa chén và hòa tan khối nung chảy trên đến tan trong. Để nguội, gộp dung dịch này với "dung dịch 1", thêm nước đến vạch mức, lắc đều, thu được "dung dịch 2" để xác định các thành phần SiO_2 hòa tan, Fe_2O_3 , Al_2O_3 , CaO, MgO có trong mẫu.

7.3.1.4 Tính kết quả

Hàm lượng silic dioxit (SiO_2) kết tủa, tính bằng %, theo công thức sau:

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100$$

trong đó

m_1 là khối lượng chén và kết tủa cân được trước khi xử lý bằng HF, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng chén và kết tủa cân được sau khi xử lý bằng HF, tính bằng gam;

m là khối lượng mẫu tương ứng với thể tích lấy để kết tủa, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa hai phép xác định song song là không quá 0,20 %.

7.3.2 Xác định hàm lượng silic dioxit ở dạng hòa tan bằng phương pháp đo màu

7.3.2.1 Nguyên tắc

H_2SiO_3 hòa tan được đo màu ở dạng phức dị đa tạo thành giữa silic và molybdat, sau đó khử phức này bằng axit ascobic thành dạng phức màu xanh, đo màu ở bước sóng $\lambda = 750\text{ nm}$.

7.3.2.2 Cách tiến hành

Dùng pipet lấy 25 ml "dung dịch 2" vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm nước đến khoảng 50 ml và thêm 10 ml dung dịch amoni molipdat 5 % (4.2.33) lắc đều. Sau 10 min thêm 10 ml dung dịch HCl (1+1) (4.2.2), lắc đều. Sau 10 min thêm 5 ml dung dịch khử (4.2.32), lắc đều. Sau 30 min đo độ hấp thụ quang của dung dịch ở bước sóng 750 nm, dung dịch so sánh gồm đầy đủ các thuốc thử nhưng không có mẫu.

Đồng thời tiến hành xây dựng đường chuẩn như sau: Lấy vào 6 bình định mức dung tích 100 ml lượng dung dịch tiêu chuẩn 0,04 mg SiO_2/ml (4.2.30) theo thứ tự sau : 0; 1; 2; 4; 6 và 7 ml. Thêm nước đến khoảng 50 ml, thêm tiếp vài giọt chỉ thị phenolphthalein (4.2.24) và dùng dung dịch axit clohydric (1+1) (4.2.2) nhỏ từ từ từng giọt đến mất màu hồng, thêm 2 ml dung dịch axit nữa, lắc đều. Thêm 10 ml dung dịch amoni molipdat 5 % (4.2.33) và tiếp tục tiến hành như các phần trên, xây dựng đường chuẩn từ các kết quả đo được. Từ giá trị độ hấp thụ quang đo được của dung dịch mẫu, dựa vào đường chuẩn tính được lượng SiO_2 có trong 25 ml mẫu (m_3).

7.3.2.3 Tính kết quả

Hàm lượng silic dioxit (SiO_2) hòa tan, tính bằng %, theo công thức sau:

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{m_3}{m} \times 100$$

trong đó:

m_3 là khối lượng SiO_2 , tìm được từ đường chuẩn, tính bằng gam;

m là khối lượng của mẫu tương ứng thể tích lấy để đo màu, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa hai phép xác định song song là không quá 0,20 %.

7.3.3 Xác định hàm lượng SiO_2 tổng

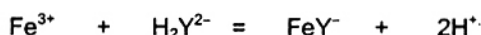
Hàm lượng silic dioxit tổng, tính bằng %, theo công thức sau.

$$\% \text{SiO}_2 \text{ tổng} = \% \text{SiO}_2 \text{ kết tủa} + \% \text{SiO}_2 \text{ hòa tan.}$$

7.4 Xác định hàm lượng sắt oxit tổng

7.4.1 Nguyên tắc

Chuẩn độ Fe^{3+} bằng dung dịch EDTA theo chỉ thị axit sulfosalisilic tại pH 1,5 đến 2,0 theo phản ứng sau:



7.4.2 Cách tiến hành

Dùng pipet lấy 25 ml “dung dịch 2” vào cốc dung tích 250 ml, thêm 2 ml dung dịch axit sulfosalisilic 10 % (4.2.20), thêm nước đến thể tích khoảng 100 ml. Dùng dung dịch axit clohydric (1+1) (4.2.2) và dung dịch NaOH 10 % (4.2.16) điều chỉnh pH dung dịch từ 1,5 đến 2,0 (thử bằng giấy pH). Đun nóng dung dịch trên bếp điện đến khi dung dịch có nhiệt độ xấp xỉ 70 °C. Chuẩn độ dung dịch bằng dung dịch EDTA 0,01 M (4.2.28) đến khi màu của dung dịch chuyển từ đỏ nho sang vàng rơm, ở giai đoạn cuối cần chuẩn độ từ từ. Ghi thể tích dung dịch EDTA tiêu tốn (V).

7.4.3 Tính kết quả

Hàm lượng sắt oxit (Fe_2O_3) tổng, tính bằng %, theo công thức:

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{0,0007985 \times V}{m} \times 100$$

trong đó

V là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit;

m là khối lượng mẫu tương ứng thể tích lấy để chuẩn độ, tính bằng gam;

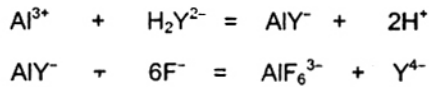
0,0007985 là khối lượng Fe_2O_3 tương ứng với 1 ml dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa hai phép xác định song song là không lớn hơn 0,15 %.

7.5 Xác định hàm lượng nhôm oxit

7.5.1 Nguyên tắc

Tách nhôm khỏi các nguyên tố ảnh hưởng bằng kiềm mạnh. Tạo phức giữa nhôm với EDTA ở pH = 5,6. Chuẩn độ lượng dư EDTA bằng dung dịch kẽm axetat với chỉ thị xylenol da cam. Dùng natri florua để giải phóng lượng EDTA tương ứng với nhôm ra khỏi phức nhôm, dùng dung dịch kẽm axetat chuẩn độ lượng EDTA được giải phóng ra, từ đó suy ra lượng nhôm tương ứng. Nguyên tắc chuẩn độ theo phản ứng sau:



7.5.2 Cách tiến hành

Dùng pipet lấy 50 ml "dung dịch 2" vào cốc dung tích 250 ml, đổ nhanh vào cốc 30 ml dung dịch NaOH 30 % (4.2.16). Khuấy đều, đun sôi dung dịch trong khoảng 2 min và để nguội. Chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm nước đến vạch định mức, lắc đều và lọc khô. Lấy 100 ml dung dịch lọc vào cốc dung tích 250 ml, thêm 20 ml dung dịch EDTA 0,025 M (4.2.28) và 2 giọt chỉ thị phenolphthalein (4.2.24). Dùng dung dịch axit clohydric (1+1) (4.2.2) điều chỉnh đến vừa mất màu hồng của phenolphthalein trong dung dịch, thêm 20 ml dung dịch đệm pH 5,6 (4.2.26). Đun nóng dung dịch đến sôi và để nguội đến khoảng 70 °C, thêm vào dung dịch vài giọt chỉ thị xylenol da cam (4.2.22) và dùng dung dịch kẽm axetat (4.2.29) chuẩn độ đến khi màu dung dịch vừa chuyển sang hồng (giai đoạn này không đọc kết quả). Thêm vào dung dịch 20 ml dung dịch natri florua (4.2.21) và đun sôi nhẹ dung dịch trên bếp điện khoảng 2 min. Để nguội dung dịch đến khoảng 70 °C và lại dùng dung dịch kẽm chuẩn độ (4.2.29) chuẩn độ đến khi dung dịch vừa chuyển sang hồng. Ghi thể tích dung dịch kẽm axetat tiêu tốn (V).

7.5.2 Tính kết quả

Hàm lượng nhôm oxit (Al_2O_3), tính bằng %, theo công thức

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{0,0012745 \times V}{m} \times 100$$

trong đó:

- V là thể tích dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat 0,025 M dùng để chuẩn độ lần 2, tính bằng mililit;
- m là khối lượng mẫu tương ứng thể tích lấy để chuẩn độ, tính bằng gam;
- 0,0012745 là khối lượng nhôm oxit tương ứng với 1 ml dung dịch kẽm axetat 0,025 M, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không quá 0,20 %.

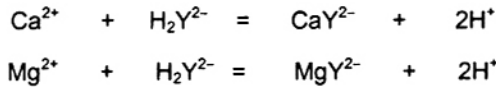
7.6 Xác định hàm lượng canxi oxit và magie oxit

7.6.1 Xác định hàm lượng canxi oxit và magie oxit sau khi tách photphat bằng cột trao đổi ion (phương pháp trọng tài)

CHÚ THÍCH: Phụ lục B giới thiệu phương pháp nhanh (phương pháp chuẩn độ) xác định hàm lượng canxi oxit và magie oxit.

7.6.1.1 Nguyên tắc

Tách PO_4^{3-} khỏi các kim loại bằng nhựa trao đổi ion, tách Ca^{2+} và Mg^{2+} khỏi các kim loại khác bằng amoniac. Chuẩn độ Ca^{2+} bằng EDTA trong môi trường KOH với chỉ thị fluorexon, chuẩn độ tổng Ca^{2+} và Mg^{2+} bằng EDTA trong môi trường đệm pH 10,6 với chỉ thị ETOO theo phản ứng sau:



7.6.1.2 Cách tiến hành

Dùng pipet lấy 50 ml "dung dịch 2" vào cốc dung tích 250 ml, thêm 100 ml nước không có cacbon dioxit, dùng dung dịch NaOH 6 N (4.2.17) trung hòa đến pH khoảng 1 (thử bằng giấy pH), chuyển dung dịch vào cột cationit (4.1.7), đồng thời mở khóa để dung dịch chảy qua cột với tốc độ khoảng 10 ml/min, sau đó rửa cột bằng 100 ml nước không có cacbon dioxit với tốc độ khoảng 10 ml/min đến sạch axit theo chỉ thị metyl da cam.

Đội qua cột 100 ml dung dịch HCl 0,4 N (4.2.3) với tốc độ 10 ml/min để đảm bảo triệt để các ion kim loại ra khỏi nhựa, sau đó tiếp tục rửa cột bằng 10 ml nước không có cacbon dioxit với tốc độ khoảng 10 ml/min đến sạch axit theo chỉ thị metyl da cam. Dung dịch axit đội qua cột và nước rửa được hứng vào cốc dung tích 250 ml.

Cho từ từ dung dịch amoniac (1+1) (4.2.13) vào cốc đến môi trường trung tính (thử bằng giấy pH) và cho dư 5 giọt nữa để kết tủa hoàn toàn Fe^{3+} , Al^{3+} ... Đun sôi nhẹ dung dịch đến pH khoảng 7,5, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm nước đến vạch mức, lắc đều và lọc khô.

Dùng pipet lấy 100 ml dung dịch lọc vào cốc dung tích 250 ml, thêm 25 ml dung dịch KOH 25 % (4.2.18), 1 ml dung dịch KCN (4.2.19), một ít chỉ thị fluorexon (4.1.4) và dùng dung dịch EDTA 0,01 M (4.2.28) chuẩn độ dung dịch đến mất màu chỉ thị huỳnh quang trên nền đen. Ghi thể tích dung dịch EDTA tiêu tốn (V_1). Đồng thời tiến hành thí nghiệm trắng với đầy đủ các thuốc thử nhưng không có mẫu. Ghi thể tích dung dịch EDTA tiêu tốn (V_2).

Dùng pipet lấy 100 ml dung dịch lọc vào cốc dung tích 250 ml, thêm 25 ml dung dịch đệm pH 10,6 (4.2.27); 1 ml dung dịch KCN (4.2.19), một ít chỉ thị ETOO (4.2.23) và dùng dung dịch EDTA 0,01 M (4.2.28) chuẩn độ đến chuyển màu dung dịch từ đỏ nho sang xanh sáng. Ghi thể tích dung dịch EDTA tiêu tốn (V_3). Đồng thời tiến hành thí nghiệm trắng với đầy đủ các thuốc thử nhưng không có mẫu. Ghi thể tích dung dịch EDTA tiêu tốn (V_4).

7.6.1.3 Tính kết quả

a) Hàm lượng canxi oxit (CaO), tính bằng %, theo công thức sau:

TCVN 180 : 2009

$$\% \text{CaO} = \frac{(V_1 - V_2) \times 0,00056}{m} \times 100$$

trong đó:

- V_1 là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01M dùng để chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit;
 V_2 là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01M dùng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit;
 m là khối lượng mẫu tương ứng thể tích lấy mẫu để chuẩn độ, tính bằng gam.
0,00056 là khối lượng canxi oxit tương ứng với 1 ml dung dịch EDTA 0,01 M, tính bằng gam.

Chênh lệch cho phép giữa hai phép xác định song song không quá 0,20 %.

b) Hàm lượng magie oxit (MgO), tính bằng %, theo công thức sau:

$$\% \text{MgO} = \frac{[(V_3 - V_4) - (V_1 - V_2)] \times 0,00040}{m} \times 100$$

trong đó:

- V_1 là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01M dùng để chuẩn độ CaO, tính bằng mililit;
 V_2 là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01M dùng để chuẩn mẫu trắng cho CaO, tính bằng mililit;
 V_3 là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01M dùng để chuẩn độ MgO, tính bằng mililit;
 V_4 là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01M dùng để chuẩn mẫu trắng cho tổng, tính bằng mililit;
 m là khối lượng mẫu tương ứng thể tích lấy để chuẩn độ, tính bằng gam;
0,00040 là khối lượng MgO tương ứng với 1 ml dung dịch EDTA 0,01 M, tính bằng gam.

Chênh lệch cho phép giữa hai phép xác định song song không quá 0,20 %.

7.7 Xác định hàm lượng mangan oxit

7.7.1 Nguyên tắc

Oxy hóa hợp chất mangan bằng peiodat, đo độ hấp thụ quang ở bước sóng $\lambda = 530 \text{ nm}$.

7.7.2 Cách tiến hành

Tùy theo hàm lượng MnO, dùng pipet lấy từ 10 ml đến 25 ml "dung dịch 2" vào bình định mức dung tích 50 ml, thêm 3 giọt dung dịch bão hòa HIO₄ (4.1.2), thêm tiếp 1 g natri pyrophosphat (4.1.6), lắc đều, nếu cần dùng dung dịch amoniac (1+1) (4.2.13) trung hòa dung dịch đến pH khoảng từ 7 đến 8,5. Thêm nước đến vạch định mức và lắc đều. Sau 15 min đo độ hấp thụ quang của dung dịch tại bước sóng 530 nm, cuvet 1 cm, dung dịch so sánh gồm đầy đủ các thuốc thử nhưng không có mẫu.

Đồng thời tiến hành xây dựng đường chuẩn như sau: Lấy vào bình định mức dung tích 50 ml lần lượt 1, 2, 4, 8, 16 và 20 ml dung dịch tiêu chuẩn 0,01 mg MnO/ml (4.2.31), thêm vào mỗi bình 3 giọt dung dịch bão hòa HIO₄ (4.1.2) và tiến hành như phần xác định mẫu. Từ lượng MnO và độ hấp thụ quang đo được, lập đường chuẩn.

So sánh độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu với đường chuẩn suy ra lượng MnO có trong mẫu.

7.7.3 Tính kết quả

Hàm lượng mangan oxit (MnO), tính bằng %, theo công thức sau:

$$\% \text{ MnO} = \frac{a}{g} \times 100$$

trong đó:

- a* là lượng MnO tìm thấy từ đường chuẩn, tính bằng gam;
- g* là khối lượng mẫu tương ứng thể tích lấy để đo màu, tính bằng gam.

Chênh lệch cho phép giữa hai phép thử xác định song song không quá 0,10 %.

8 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, tháng, năm thử nghiệm.

Phụ lục A

(tham khảo)

Xác định hàm lượng phospho pentoxit bằng phương pháp thể tích**A.1 Nguyên tắc**

Kết tủa phosphat dưới dạng phức dị đa phospho molipdic. Hòa tan kết tủa bằng dung dịch natri hydroxit và chuẩn độ lượng dư natri hydroxit bằng dung dịch axit chuẩn độ tiêu chuẩn.

A.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 1 g mẫu, chính xác 0,0002 g, vào cốc dung tích 250 ml. Tắm ướt mẫu bằng nước, thêm từ từ 40 ml axit nitric đậm đặc (4.2.7), đậy mặt kính đồng hồ. Đun sôi nhẹ và để sôi liên tục trong khoảng 30 min đến 45 min, thỉnh thoảng khuấy đều để mẫu dễ tan. Để nguội, tráng mặt kính đồng hồ bằng nước, cẩn thận chuyển hết dung dịch vào bình định mức dung tích 250 ml, định mức đến vạch mức bằng nước. Lắc kỹ, lọc khô dung dịch vào bình nón, tráng bỏ phần nước lọc đầu. Lấy 25 ml đến 50 ml dung dịch vào cốc dung tích 250 ml, thêm từng giọt dung dịch amoni hydroxit 6 N (4.2.13) đến khi bắt đầu xuất hiện kết tủa, sau đó dùng dung dịch axit nitric 6 N (4.2.8) hòa tan kết tủa. Thêm khoảng 25 ml đến 30 ml nước, đun sôi. Sau đó vừa khuấy vừa thêm từ từ 50 ml dung dịch amoni molipdat 3 % (4.2.34), tiếp tục đun sôi 3 min nữa. Để lắng 30 min, lọc qua giấy lọc định lượng có độ mịn trung bình. Rửa kết tủa bằng dung dịch kali nitrat hoặc natri nitrat (4.2.14) cho đến hết axit (cách thử: 5 ml nước rửa thêm 1 giọt natri hydroxit 0,1 N (4.2.17); 1 giọt dung dịch chỉ thị phenolphtalein (4.2.24) nếu không mất màu hồng là được). Chuyển kết tủa và giấy lọc vào cốc đã kết tủa. Dùng buret cho từ từ dung dịch natri hydroxit 0,3 N (4.2.17) vào cốc để hòa tan kết tủa, cho dư khoảng 5 ml nữa, ghi thể tích tiêu tốn (V_1). Thêm 3 giọt đến 5 giọt dung dịch chỉ thị phenolphalein (4.2.24), chuẩn độ lượng dư natri hydroxit bằng dung dịch axit sulfuric hoặc axit nitric chuẩn độ tiêu chuẩn 0,1 N (4.2.9) đến mất màu hồng, ghi thể tích dung dịch axit tiêu tốn (V_2).

A.3 Tính kết quả

Hàm lượng phospho pentoxit (P_2O_5) tổng, tính bằng %, theo công thức sau:

$$\% P_2O_5 = \frac{(3V_1 - V_2) \times 0,0003087}{m} \times 100$$

trong đó

- V_1 là thể tích dung dịch natri hydroxit 0,3 N dùng để hòa tan kết tủa, tính bằng mililit;
- V_2 là thể tích dung dịch axit sulfuric hoặc axit nitric chuẩn độ tiêu chuẩn 0,1 N, tính bằng mililit;
- 0,0003087 là khối lượng phospho pentoxit (P_2O_5) tương ứng với 1 ml dung dịch natri hydroxit 0,1 N, tính bằng gam;
- m là khối lượng mẫu cân để phân tích, tính bằng gam.

Chênh lệch cho phép giữa hai phép xác định song song không quá 0,30 %.

Phụ lục B

(tham khảo)

Xác định canxi oxit và magie oxit bằng phương pháp thể tích

B.1 Nguyên tắc

Tách PO_4^{3-} khỏi các kim loại bằng ion Zr^{4+} dưới dạng zirconophosphat, tách Ca^{2+} , Mg^{2+} và Zr^{4+} khỏi các kim loại bằng amoniac. Chuẩn độ Ca^{2+} bằng dung dịch EDTA trong môi trường KOH với chỉ thị fluorexon, chuẩn độ tổng lượng Ca^{2+} và Mg^{2+} bằng dung dịch EDTA trong môi trường đệm pH là 10,6 với chỉ thị metyl da cam.

B.2 Cách tiến hành

Dùng pipet lấy 50 ml "dung dịch 2" vào cốc dung tích 250 ml, thêm 10 ml dung dịch HCl (1+1) (4.2.2), 50 ml dung dịch Zr^{4+} (4.2.37) và đun sôi nhẹ trong khoảng 5 min. Cho từ từ dung dịch amoniac (1+1) (4.2.13) vào cốc đến môi trường trung tính (thử bằng giấy pH) và cho dư 5 giọt nữa để kết tủa hoàn toàn Fe^{3+} , Al^{3+} ... Đun sôi nhẹ dung dịch đến pH khoảng 7,5, để nguội, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm nước đến vạch mức, lắc đều và lọc khô.

Dùng pipet lấy 100 ml dung dịch lọc vào cốc dung tích 250 ml, thêm 25 ml dung dịch KOH 25 % (4.2.18), 1 ml dung dịch KCN (4.2.19), một ít chỉ thị fluorexon (4.1.4) và dùng dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M (4.2.28) chuẩn độ dung dịch đến mất màu chỉ thị huỳnh quang trên nền đen. Ghi thể tích dung dịch EDTA tiêu tốn (V_1). Đồng thời tiến hành thí nghiệm trắng với đầy đủ các thuốc thử nhưng không có mẫu. Ghi thể tích dung dịch EDTA tiêu tốn (V_2).

Dùng pipet lấy 100 ml dung dịch lọc vào cốc dung tích 250 ml, thêm 25 ml dung dịch đệm pH 10,6 (4.2.27); 1 ml dung dịch KCN (4.2.19), một ít chỉ thị ETOO (4.2.24) và dùng dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M (4.2.28) chuẩn độ đến chuyển màu dung dịch từ đỏ nho sang xanh sáng. Ghi thể tích dung dịch EDTA tiêu tốn (V_3). Đồng thời tiến hành thí nghiệm trắng với đầy đủ các thuốc thử nhưng không có mẫu. Ghi thể tích dung dịch EDTA tiêu tốn (V_4).

B.3 Tính kết quả

a) Hàm lượng canxi oxit (CaO), tính bằng %, theo công thức sau:

$$\% \text{ CaO} = \frac{(V_1 - V_2) \times 0,00056}{m} \times 100$$

trong đó

- V_1 là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01M dùng để chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit;
- V_2 là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01M dùng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit;

TCVN 180 : 2009

m là khối lượng mẫu tương ứng thể tích lấy mẫu để chuẩn độ, tính bằng gam.

0,00056 là khối lượng canxi oxit tương ứng với 1 ml dung dịch EDTA 0,01 M, tính bằng gam.

Chênh lệch cho phép giữa hai phép xác định song song không quá 0,20 %.

b) Hàm lượng magie oxit (MgO), tính bằng %, theo công thức sau:

$$\% \text{ MgO} = \frac{[(V_3 - V_4) - (V_1 - V_2)] \times 0,00040}{m} \times 100$$

trong đó:

V_1 là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01M dùng để chuẩn độ CaO, tính bằng mililit;

V_2 là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01M dùng để chuẩn mẫu trắng cho CaO, tính bằng mililit;

V_3 là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01M dùng để chuẩn độ MgO, tính bằng mililit;

V_4 là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01M dùng để chuẩn mẫu trắng cho tổng, tính bằng mililit;

m là khối lượng mẫu tương ứng thể tích lấy để chuẩn độ, tính bằng gam;

0,00040 là khối lượng MgO tương ứng với 1 ml dung dịch EDTA 0,01 M, tính bằng gam.

Chênh lệch cho phép giữa hai phép xác định song song không quá 0,25 %.
