

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 1837 : 2008**

**Xuất bản lần 2**

**TRƯỜNG THẠCH – PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH HÓA HỌC**

*Feldspar – Methods of chemical analysis*



Add: 8 Hoang Quoc Viet, Cau Giay, HN

Tel: (84-4) 37564268 - Fax: (84-4) 38361556

Website: [www.tcvninfo.org.vn](http://www.tcvninfo.org.vn)

**This copy has been made by Information  
Center for Standards, Metrology and Quality**

## Lời nói đầu

TCVN 1837 : 2008 thay thế TCVN 1837 : 1976.

TCVN 1837 : 2008 do Tiểu ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia  
TCVN/TC102/SC2 *Quặng sắt – Phân tích hoá học* biên soạn,  
Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị,  
Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## **Trường thạch – Phương pháp phân tích hóa học**

*Feldspar – 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 hóa sau đây của trường thạch:

- Hàm lượng mất khi nung (MKN)
- Hàm lượng silic dioxit ( $\text{SiO}_2$ );
- Hàm lượng nhôm oxit ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ );
- Hàm lượng canxi oxit ( $\text{CaO}$ );
- Hàm lượng magiê oxit ( $\text{MgO}$ );
- Hàm lượng titan dioxit ( $\text{TiO}_2$ );
- Hàm lượng sắt(III) oxit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ );
- Hàm lượng kali oxit ( $\text{K}_2\text{O}$ );
- Hàm lượng natri oxit ( $\text{Na}_2\text{O}$ ).

### **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 (nếu có).

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

TCVN 6533 : 1999 Vật liệu chịu lửa alumosilicat – Phương pháp phân tích hóa học.

TCVN 7149 (ISO 385) Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Buret.

TCVN 7151 (ISO 648) Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet một mức.

TCVN 7153 (ISO 1042) Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Bình định mức.

### 3 Thuốc thử

Sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích (TKPT) và nước phù hợp TCVN 4851 (ISO 3696) hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

3.1 Kali natri cacbonat ( $\text{KNaCO}_3$ ), khan.

3.2 Gelatin, dung dịch 1 % (thể tích).

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

3.4 Axit sulfuric ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ),  $d = 1,84 \text{ g/cm}^3$ , dung dịch (1+1), dung dịch (1+9), dung dịch (1+20).

3.5 Axit flohydric ( $\text{HF}$ ),  $d = 1,14 \text{ g/cm}^3$ .

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

3.7 Bạc nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ), dung dịch 0,5 % (thể tích).

3.8 Natri hydroxit ( $\text{NaOH}$ ), dung dịch 30 % (thể tích).

3.9 Natri florua ( $\text{NaF}$ ), dung dịch 3 % (thể tích).

3.10 Dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M và 0,025 M

Pha chế theo TCVN 6533 : 1999.

3.11 Axit axetic ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ),  $d = 1,055 \text{ g/cm}^3$ .

3.12 Amoni hydroxit ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ),  $d = 0,906 \text{ g/cm}^3$ .

3.13 Kali clorua ( $\text{KCl}$ ).

3.14 Xylenol da cam 1 % (khối lượng): 0,1 g chỉ thị xylenol da cam nghiền mịn với 10 g  $\text{KCl}$ .

3.15 Dung dịch đệm có pH từ 5,5 đến 5,6: cho 100 ml dung dịch amoni hydroxit (3.12) vào 200 ml nước, thêm 100 ml axit axetic (3.11), sau đó chuyển vào bình định mức dung tích 1 000 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

3.16 Dung dịch kẽm axetat  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  0,025 M: hòa tan khoảng 5,5 g  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  vào 100 ml nước có sẵn 2 ml axit axetic (3.11), sau đó chuyển vào bình định mức dung tích 1 000 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

Xác định hệ số nồng độ  $K$  của dung dịch kẽm axetat  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  0,025 M: dùng pipet lấy 20 ml dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,025 M vào bình tam giác dung tích 250 ml. Thêm 15 ml dung dịch đệm có pH từ 5,5 đến 5,6, thêm nước đến 100 ml, thêm một vài miligam chỉ thị xylenol da cam và chuẩn độ bằng dung dịch  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  0,025 M đến khi dung dịch xuất hiện màu hồng. Ghi thể tích dung dịch kẽm axetat chuẩn độ ( $V_2$ ).

Hệ số nồng độ  $K$  của dung dịch  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  0,025 M được tính theo công thức sau:

$$K = \frac{V_1}{V_2} \quad (1)$$

trong đó

$V_1$  là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,025 M lấy để chuẩn độ, tính bằng mililit;

$V_2$  là thể tích dung dịch  $Zn(CH_3COO)_2$  0,025 M tiêu tốn, tính bằng mililit.

Khi xác định hệ số nồng độ ( $K$ ), lấy giá trị trung bình cộng của ba kết quả, tiến hành song song cho từng phép xác định.

**3.17 Amoni clorua ( $NH_4Cl$ ).**

**3.18 Amoni nitrat ( $NH_4NO_3$ ), dung dịch 2 % (thể tích).**

**3.29 Kali hydroxit ( $KOH$ ), dung dịch 25 % (thể tích).**

**3.20 Kali xyanua ( $KCN$ ), dung dịch 5 % (thể tích).**

**3.21 Fluorexon 1 % (khối lượng):** 0,1 g fluorexon nghiền mịn với 10 g KCl. Bảo quản trong chai thủy tinh sẫm màu.

**3.22 Dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,1 M.**

**3.23 Eriocrom-T đen (ETOO) 1 % (khối lượng):** 0,1 g chỉ thị ETOO nghiền mịn với 10 g KCl, bảo quản trong chai thủy tinh sẫm màu.

**3.24 Dung dịch đệm có pH = 10,5:** hòa tan 54 g amoni clorua vào 650 ml nước, thêm 350 ml amoni hydroxit (3.12), khuấy đều.

**3.25 O-phenanthroline, dung dịch 0,25 % (thể tích).**

**3.26 Hydroxylamin clohydric ( $NH_2OH.HCl$ ), dung dịch 20 % (thể tích).**

**3.27 Natri axetat ( $NaCH_3COO$ ), dung dịch nồng độ 3 M.**

**3.28 Dung dịch tiêu chuẩn gốc sắt(III) oxit  $Fe_2O_3$ :** cân khoảng 0,1 g  $Fe_2O_3$  (đã sấy ở nhiệt độ  $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$  đến khối lượng không đổi và để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng) chính xác đến 0,000 2 g vào bình tam giác dung tích 500 ml, thêm vào 50 ml dung dịch axit clohydric (1+1) (3.3), đậy nút, đun sôi trên bếp cách thủy đến khi mẫu hòa tan hết. Làm nguội dung dịch và chuyển vào bình định mức dung tích 1 000 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều, 1 ml dung dịch chứa 0,1 mg sắt(III) oxit.

Dung dịch tiêu chuẩn làm việc: dùng pipet lấy 10 ml dung dịch tiêu chuẩn gốc sắt(III) oxit vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm 1 ml dung dịch axit sulfuric (1+9). Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều, dung dịch làm việc có nồng độ 0,01 mg  $Fe_2O_3$ /ml. (Có thể chuẩn bị dung dịch tiêu chuẩn sắt bằng phèn sắt).

**3.29 Hydro peroxit ( $H_2O_2$ ), dung dịch 33 % (thể tích), dung dịch 3 % (thể tích).**

**3.30 Titan dioxit (TiO<sub>2</sub>).**

**3.31 Dung dịch tiêu chuẩn gốc titan dioxit TiO<sub>2</sub>:** cân chính xác 0,200 0 g titan dioxit (3.30) (đã được nung ở nhiệt độ 950 °C trong 1 h và làm nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng), cho vào chén bạch kim, thêm 4 g đến 5 g kali pyrosulfat (3.6) và nung trong 30 min ở nhiệt độ 750 °C. Lấy chén ra để nguội, hòa tan khối nung chảy trong cốc thủy tinh dung tích 250 ml đã có sẵn 100 ml dung dịch axit sulfuric (1+20). Đun sôi dung dịch cho tan muối, sau đó chuyển vào bình định mức dung tích 1 000 ml. Pha loãng bằng dung dịch axit sulfuric (1+20) đến vạch mức và lắc đều, 1 ml dung dịch chứa 0,000 2 g titan dioxit.

**3.32 Natri clorua (NaCl).**

**3.33 Dung dịch tiêu chuẩn gốc natri clorua (NaCl):** cân khoảng 2,542 g natri clorua (đã sấy ở nhiệt độ 140 °C đến khối lượng không đổi và để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng), chính xác đến 0,000 2 g, hòa tan trong nước. Sau đó chuyển vào bình định mức dung tích 1 000 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều, 1 ml dung dịch chứa 1 mg natri. Có thể dùng dung dịch tiêu chuẩn gốc natri oxit bán sẵn trên thị trường.

**3.34 Dung dịch tiêu chuẩn gốc kali clorua (KCl):** cân khoảng 1,907g kali clorua (đã sấy ở nhiệt độ 110 °C đến khối lượng không đổi và để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng), chính xác đến 0,000 2g, hòa tan trong nước. Sau đó chuyển vào bình định mức dung tích 1 000 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều, 1 ml dung dịch chứa 1 mg kali. Có thể dùng dung dịch tiêu chuẩn gốc kali oxit bán sẵn trên thị trường.

**3.35 Dung dịch làm việc:** dùng pipet lấy 10ml dung dịch tiêu chuẩn gốc (kali clorua hoặc natri clorua) cho vào bình định mức dung tích 100 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều. 1 ml dung dịch chứa 0,1 mg kali hoặc natri.

**4 Thiết bị, dụng cụ**

Các thiết bị, dụng cụ phòng thí nghiệm thông thường như buret, pipet một mức, bình định mức phù hợp với các quy định trong TCVN 7149 (ISO 385), TCVN 7151 (ISO 648) và TCVN 7153 (ISO 1042), (nếu không có quy định khác), và các thiết bị, dụng cụ sau.

**4.1 Cân phân tích,** có độ chính xác đến 0,000 1 g.

**4.2 Lò nung,** có khả năng điều chỉnh ở nhiệt độ 1 000 °C ± 50 °C.

**4.3 Tủ sấy,** có khả năng điều chỉnh ở nhiệt độ 150 °C ± 10 °C.

**4.4 Bếp điện, bếp cách cát, bếp cách thủy.**

**4.5 Bình hút ẩm.**

**4.6 Chén sứ,** dung tích 30 ml.



- 4.7 Chén bạch kim, dung tích 30 ml.
- 4.8 Cốc thủy tinh, dung tích thích hợp.
- 4.9 Máy đo màu, có khả năng đo được ở bước sóng từ 410 nm đến 490 nm.
- 4.10 Máy quang kế ngọn lửa, hoặc máy quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS) được trang bị thích hợp để đo kali và natri.
- 4.11 Giấy lọc định lượng.

## 5 Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu phòng thí nghiệm có khối lượng không nhỏ hơn 500 g với kích thước nhỏ hơn 3 mm. Trộn đều, dùng phương pháp chia tư lấy 125 g nghiền nhỏ qua rây 0,2 mm. Trộn đều, tiếp tục dùng phương pháp chia tư lấy 50 g, nghiền nhỏ qua rây 0,1 mm. Bằng phương pháp chia tư lấy 25 g làm mẫu phân tích hóa học. Phần còn lại bảo quản làm mẫu lưu.

Nghiền mịn mẫu phân tích hóa học đến cỡ hạt lọt qua rây 0,075 mm. Sấy mẫu ở nhiệt độ  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  đến khối lượng không đổi.

## 6 Phương pháp thử

### 6.1 Quy định chung

#### 6.1.1 Khối lượng không đổi

Khối lượng không đổi được xác định như sau: nung mẫu đến nhiệt độ xác định và giữ ở nhiệt độ này trong 15 min, để nguội mẫu trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân. Quá trình được lặp lại cho đến khi độ chênh lệch giữa hai lần cân liên tiếp không vượt quá 0,000 5 g.

6.1.2 Việc xây dựng đường chuẩn cho mỗi phép xác định được tiến hành theo yêu cầu và thiết bị.

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

### 6.2 Xác định hàm lượng mất khi nung (MKN)

#### 6.2.1 Nguyên tắc

Nung mẫu thử ở nhiệt độ  $1\ 000\text{ }^{\circ}\text{C}$  đến khối lượng không đổi, từ sự giảm khối lượng sau khi nung tính ra hàm lượng mất khi nung (MKN).

### 6.2.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 1 g mẫu (đã chuẩn bị theo Điều 5) chính xác đến 0,000 2 g vào chén sứ (đã được nung ở nhiệt độ 1 000 °C đến 1 050 °C trong 30 min đến khối lượng không đổi). Cân chén có chứa mẫu, ghi khối lượng ( $m_1$ ). Cho chén chứa mẫu vào lò nung ở nhiệt độ 1 000 °C trong 1 h. Lấy chén ra để nguội trong bình hút ẩm 45 min và cân. Nung lại chén 15 min nữa. Ghi khối lượng của chén chứa mẫu sau khi nung ( $m_2$ ).

### 6.2.3 Tính kết quả

Hàm lượng mất khi nung (MKN) tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức sau:

$$MKN(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad (2)$$

trong đó

$m_1$  là khối lượng chén và mẫu trước khi nung, tính bằng gam;

$m_2$  là khối lượng chén và mẫu sau khi nung, tính bằng gam;

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

Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không lớn hơn 0,20 % (thể tích).

## 6.3 Xác định hàm lượng silic dioxit (SiO<sub>2</sub>)

### 6.3.1 Nguyên tắc

Phân huỷ mẫu thử bằng cách nung chảy mẫu với kali natri cacbonat (3.1). Hoà tan khối nung chảy bằng axit clohydric (3.3), cô khô dung dịch (2 lần) để tách nước của axit silixic. Lọc kết tủa silic, nung, cân, sau đó xử lý bằng axit flohydric (3.5).

### 6.3.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 0,5 g mẫu (đã chuẩn bị theo Điều 5) chính xác đến 0,000 2 g cho vào chén bạch kim, thêm 7 g đến 8 g kali natri cacbonat (3.1), trộn đều, phủ lên bề mặt mẫu khoảng 2 g kali natri cacbonat (3.1) nữa. Nung mẫu ở nhiệt độ 1 000 °C trong 1 h, lấy chén ra, để nguội và chuyển toàn bộ khối nung chảy vào cốc thuỷ tinh dung tích 500 ml đã có sẵn 100 ml dung dịch axit clohydric (1+1) (3.3), dùng nước tráng sạch chén bạch kim, dùng đĩa thuỷ tinh khuấy đều dung dịch, cô khô dung dịch trên bếp cách thuỷ hoặc bếp điện. Để nguội mẫu thử, thêm 10 ml axit clohydric ( $d = 1,19 \text{ g/cm}^3$ ) (3.3) và cô khô, lặp lại một lần nữa. Để nguội dung dịch, thêm 10 ml axit clohydric ( $d = 1,19 \text{ g/cm}^3$ ) (3.3), dùng đĩa thuỷ tinh dầm nhỏ các hạt muối, sau khoảng 10 min thêm 10 ml gelatin (3.2), 100 ml nước nóng, khuấy đều. Đun sôi dung dịch trong khoảng 3 min đến 5 min. Để nguội dung dịch và lọc qua giấy lọc định lượng vào bình định mức dung tích 500 ml. Dung dịch trong bình định mức gọi là *dung dịch 1*.



Rửa kết tủa trên giấy lọc bằng nước nóng đến hết ion clorua (Cl<sup>-</sup>), thử bằng dung dịch bạc nitrat (3.7). Chuyển kết tủa và giấy lọc vào chén bạch kim, tro hoá ở nhiệt độ 1 000 °C trong khoảng 45 min đến 60 min. Lấy chén ra khỏi lò nung, để nguội trong bình hút ẩm 30 min và cân. Nung lại 30 min nữa, làm nguội và cân. Lặp lại quá trình nung đến khi thu được khối lượng không đổi ( $m_1$ ).

Thấm ướt kết tủa bằng vài giọt nước, thêm 0,5 ml dung dịch axit sulfuric (1+1) và 5 ml đến 6 ml axit flohydric, đặt chén lên bếp điện cô đến khi khói trắng bốc lên, thêm tiếp vào chén 5 ml đến 6 ml axit flohydric và cô đến khi hết khói trắng bốc lên.

Nung chén trong lò nung ở nhiệt độ 1 000 °C trong khoảng 45 min đến 60 min, lấy chén ra, để nguội trong bình hút ẩm 30 min và cân. Nung lại 15 min nữa, làm nguội, cân. Lặp lại quá trình nung đến khi thu được khối lượng không đổi ( $m_2$ ).

Nung chảy cặn còn lại trong chén với 3 g đến 4 g kali pyrosulfat (3.6) ở nhiệt độ 750 °C trong 15 min. Lấy chén ra, để nguội và hoà tan khối nóng chảy bằng nước có mặt 2 ml đến 3 ml axit clohydric, đun sôi cho tan muối. Chuyển dung dịch này vào bình định mức dung tích 500 ml (đã chứa *dung dịch 1*). Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều. *Dung dịch 1* dùng để xác định hàm lượng nhôm oxit, sắt oxit, canxi oxit, maglê oxit, titan dioxit.

### 6.3.3 Tính kết quả

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

$$SiO_2 (\%) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad (3)$$

trong đó

$m_1$  là khối lượng chén bạch kim và kết tủa trước khi xử lý bằng axit flohydric, tính bằng gam;

$m_2$  là khối lượng chén bạch kim và cặn sau khi xử lý bằng axit flohydric, tính bằng gam;

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

Chênh lệch giữa hai lần xác định song song không lớn hơn 0,30 %.

## 6.4 Xác định hàm lượng nhôm oxit (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

### 6.4.1 Nguyên tắc

Tách nhôm khỏi các thành phần khác bằng kiềm mạnh, tạo phức nhôm với EDTA dư, giải phóng EDTA khỏi nhôm bằng natri florua, chuẩn độ lượng EDTA được giải phóng ra bằng dung dịch kẽm axetat tiêu chuẩn với chỉ thị là xylenol da cam tại pH từ 5,5 đến 5,6.

### 6.4.2 Cách tiến hành

Dùng pipet lấy 50 ml *dung dịch 1* (6.3.2) vào cốc thuỷ tinh dung tích 250 ml, thêm nước đến 100 ml, thêm 25 ml dung dịch natri hydroxit (3.8), đun sôi trong khoảng 2 min đến 3 min. Để nguội dung dịch,

sau đó chuyển vào bình định mức dung tích 250 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều. Lọc dung dịch qua giấy lọc định lượng vào cốc thủy tinh khô và sạch.

Dùng pipet lấy 50 ml dung dịch lọc vào một cốc thủy tinh dung tích 400 ml, thêm 50 ml nước, 10 ml dung dịch EDTA 0,1 M và vài milligam chỉ thị xylenol da cam, dùng dung dịch axit clohydric (1+1) (3.3) điều chỉnh đến khi dung dịch xuất hiện màu vàng. Thêm vào cốc 15 ml dung dịch đệm có pH từ 5,5 đến 5,6 và đun sôi trong khoảng 2 min đến 3 min, làm nguội dung dịch và dùng dung dịch kẽm axetat (3.16) chuẩn độ đến khi dung dịch xuất hiện màu hồng. Không cần ghi thể tích kẽm axetat (3.16) tiêu tốn này. Thêm vào cốc 10 ml dung dịch natri florua (3.9) và đun sôi trong khoảng 2 min đến 3 min, dung dịch sẽ chuyển dần sang màu vàng. Làm nguội dung dịch, dùng dung dịch kẽm axetat 0,025 M (3.16) chuẩn độ lượng EDTA vừa được giải phóng ra khỏi phức với nhôm đến khi dung dịch xuất hiện màu hồng. Ghi thể tích dung dịch kẽm axetat 0,025 M (3.16) tiêu tốn trong quá trình chuẩn độ (V).

#### 6.4.3 Tính kết quả

Hàm lượng nhôm oxit ( $Al_2O_3$ ) tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức sau:

$$Al_2O_3 (\%) = \frac{V \times K \times 0,0012745}{m} \times \frac{250}{50} \times \frac{250}{50} \times 100 \quad (4)$$

$$= \frac{V \times K \times 0,0012745}{m} \times 25 \times 100$$

trong đó

V là thể tích dung dịch kẽm axetat 0,025 M (3.16) dùng để chuẩn độ EDTA giải phóng ra từ phức nhôm, tính bằng mililit;

K là hệ số hiệu chỉnh nồng độ của dung dịch kẽm axetat (3.16);

0,0012745 là khối lượng nhôm oxit tương ứng với 1ml dung dịch kẽm axetat (3.16), tính bằng gam trên mililit;

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

Chênh lệch giữa hai lần phân tích song song không lớn hơn 0,20 %.

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

#### 6.5.1 Nguyên tắc

Tách canxi và magiê khỏi sắt, nhôm, titan bằng amoni hydroxit, chuẩn độ lượng canxi bằng dung dịch tiêu chuẩn EDTA có pH lớn hơn 12 với chỉ thị fluorexon, ở điểm tương đương dung dịch mất màu xanh huỳnh quang.

### 6.5.2 Cách tiến hành

Dùng pipet lấy 100 ml *dung dịch 1* (6.3.2) vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml, thêm 1 g amoni clorua và đun nóng dung dịch ở nhiệt độ khoảng 70 °C đến 80 °C. Nhỏ từ từ dung dịch amoni hydroxit (3.12) và khuấy đều đến khi xuất hiện kết tủa hydroxit. Cho dư vài giọt amoni hydroxit nữa. Đun nóng dung dịch ở nhiệt độ khoảng 70 °C đến 80 °C trong 20 min để loại bớt amoni hydroxit dư. Lọc dung dịch qua giấy lọc định lượng vào bình định mức dung tích 250 ml. Dùng dung dịch amoni nitrat (3.18) nóng rửa kết tủa trên giấy lọc đến hết ion clorua (Cl<sup>-</sup>) (thử bằng dung dịch bạc nitrat). Để nguội dung dịch. Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều. Dung dịch trong bình định mức này gọi là *dung dịch 2*.

Dùng pipet lấy 100 ml *dung dịch 2* vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml, thêm 20 ml dung dịch kali hydroxit (3.19), 2 ml kali xyanua (3.20) và vài miligam chỉ thị fluorexon (3.21), khuấy đều dung dịch. Dùng dung dịch EDTA 0,01 M chuẩn độ đến khi dung dịch mất màu xanh huỳnh quang. Ghi thể tích dung dịch EDTA 0,01 M chuẩn độ ( $V_1$ ).

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

### 6.5.3 Tính kết quả

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

$$\begin{aligned} \text{CaO}(\%) &= \frac{0,00056 \times V}{m} \times \frac{250}{100} \times \frac{250}{100} \times 100 & (5) \\ &= \frac{0,00056 \times V \times 6,25}{m} \times 100 \end{aligned}$$

trong đó

$V$  là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu tốn khi chuẩn độ canxi  $V = (V_1 - V_0)$ , tính bằng mililit;

$V_0$  là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit;

$V_1$  là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu tốn khi chuẩn độ *dung dịch 2* (6.5.2), tính bằng mililit;

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

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

Chênh lệch giữa hai kết quả phân tích song song không lớn hơn 0,10 %.

## 6.6 Xác định hàm lượng magiê oxit (MgO)

### 6.6.1 Nguyên tắc

Chuẩn độ tổng lượng canxi và magiê trong mẫu bằng dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M có pH khoảng 10,2 với chỉ thị eriocrom-T đen (3.23). Xác định hàm lượng magiê oxit theo hiệu số thể tích dung dịch EDTA chuẩn độ tổng hàm lượng canxi, magiê và canxi.

### 6.6.2 Cách tiến hành

Dùng pipet lấy 100 ml *dung dịch 2* (6.5.2) vào cốc dung tích 250 ml, thêm 15 ml dung dịch đệm có pH = 10,5 và 2 ml dung dịch kali xyanua (3.20), vài miligam chỉ thị eriocrom-T đen (3.23), khuấy đều. Chuẩn độ tổng hàm lượng canxi và magiê trong dung dịch bằng dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M. Kết thúc quá trình chuẩn độ khi dung dịch chuyển màu từ đỏ nho sang xanh nước biển. Ghi thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu tốn ( $V_2$ ).

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

### 6.6.3 Tính kết quả

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

$$\begin{aligned} \text{MgO}(\%) &= \frac{0,000403 \times [V_2 - (V + V_0)]}{m} \times \frac{250}{100} \times \frac{250}{100} \times 100 \\ &= \frac{0,000403 \times [V_2 - (V + V_0)] \times 6,25}{m} \times 100 \end{aligned} \quad (6)$$

trong đó

- $V_0$  là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit;
- $V$  là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu tốn khi chuẩn độ xác định hàm lượng canxi oxit, tính bằng mililit;
- $V_2$  là thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M khi chuẩn độ xác định tổng hàm lượng canxi oxit và magiê oxit, tính bằng mililit;
- 0,000403 là khối lượng magiê oxit tương ứng với 1 ml EDTA 0,01 M tính bằng gam trên mililit;
- $m$  là khối lượng mẫu đem phân tích, tính bằng gam.

Chênh lệch giữa hai kết quả phân tích song song không lớn hơn 0,10 %.

## 6.7 Xác định tổng hàm lượng sắt (III) oxit ( $Fe_2O_3$ )

### 6.7.1 Nguyên tắc

Dựa trên phản ứng tạo phức màu của O-phenanthroline với sắt(II) ở trong môi trường axetat và tiến hành đo màu ở bước sóng 490 nm hoặc kính lọc màu tương đương.

### 6.7.2 Cách tiến hành

Dùng pipet lấy 5 ml đến 10 ml *dung dịch 1* [tùy thuộc hàm lượng sắt(III) oxit có trong mẫu] cho vào bình định mức dung tích 50 ml, thêm 1 ml hydroxylamin clohydric (3.26), để yên trong 15 min, sau đó thêm 12,5 ml dung dịch natri axetat (3.27), thêm 3 ml dung dịch O-phenanthroline, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều. Sau 30 min tiến hành đo màu ở bước sóng 490 nm hoặc kính lọc màu tương đương.

*Xây dựng đường chuẩn:*

Dùng pipet lấy 0,5 ml; 1,0 ml; 1,5 ml; 2,0 ml dung dịch tiêu chuẩn làm việc sắt(III) oxit (3.28) vào các bình định mức dung tích 50 ml. Thêm vào mỗi bình 1 ml hydroxylamin clohydric (3.26), để yên trong 15 min, thêm tiếp 12,5 ml natri axetat (3.27) và 3 ml O-phenanthroline. Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều. Sau 30 min đo màu ở bước sóng 490 nm hoặc kính lọc màu tương đương. Dung dịch so sánh là dung dịch không chứa sắt(III) oxit.

### 6.7.3 Tính kết quả

Hàm lượng sắt(III) oxit ( $Fe_2O_3$ ) tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức sau:

$$Fe_2O_3 (\%) = \frac{m_1 \times 250}{V_1 \times m} \times 100 \quad (7)$$

trong đó

$m_1$  là khối lượng sắt(III) oxit xác định trên đường chuẩn, tính bằng gam;

$V_1$  là thể tích *dung dịch 1* (6.3.2) lấy để phân tích, tính bằng millilit;

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

Chênh lệch giữa hai lần phân tích song song không lớn hơn 0,05 %.

## 6.8 Xác định hàm lượng titan dioxit ( $TiO_2$ )

### 6.8.1 Nguyên tắc

Titan (IV) tác dụng với hydro peroxit tạo thành phức màu vàng trong môi trường axit sulfuric và đo màu ở bước sóng 410 nm.



**6.8.2 Cách tiến hành**

Dùng pipet lấy 10 ml *dung dịch 1* (6.3.2) vào bình định mức dung tích 50 ml, thêm dung dịch axit sulfuric (1+20) đến thể tích 35 ml đến 40 ml, thêm 3 ml hydro peroxit (3.29). Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều. Đo màu ở bước sóng 410 nm. Dùng nước làm dung dịch so sánh.

*Xây dựng đường chuẩn:*

Dùng pipet lấy 0,5 ml; 1,0 ml; 1,5 ml; 2,0 ml dung dịch tiêu chuẩn titan dioxit vào các bình định mức dung tích 50 ml, thêm axit sulfuric (1+20) đến thể tích 35 ml đến 40 ml, thêm 3 ml hydro peroxit (3.29), thêm dung dịch axit sulfuric (1+20) đến vạch mức và lắc đều. Đo màu ở bước sóng 410 nm.

**6.8.3 Tính kết quả**

Hàm lượng titan dioxit ( $TiO_2$ ) tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức sau.

$$TiO_2 (\%) = \frac{m_1 \times 250}{V_1 \times m} \times 100 \quad (8)$$

trong đó

$m_1$  là khối lượng titan dioxit xác định trên đường chuẩn, tính bằng gam;

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

$V_1$  là thể tích *dung dịch 1* (6.3.2) đã lấy để phân tích, tính bằng mililit.

Chênh lệch giữa hai lần phân tích song song không lớn hơn 0,02 %.

**6.9 Xác định hàm lượng natri oxit ( $Na_2O$ ) và kali oxit ( $K_2O$ )****6.9.1 Nguyên tắc**

Phân huỷ mẫu bằng hỗn hợp axit sulfuric và axit flohydric, tách nhôm, sắt, titan. Chuyển natri và kali về dạng natri clorua và kali clorua và đo mẫu trên máy quang kế ngọn lửa với kính lọc màu của natri và kali.

**6.9.2 Cách tiến hành**

Cân khoảng 0,5 g mẫu (đã chuẩn bị theo Điều 5) chính xác đến 0,000 2 g cho vào chén bạch kim, thấm ướt mẫu bằng vài giọt nước. Thêm 0,5 ml dung dịch axit sulfuric (1+1), 10 ml axit flohydric (3.5) rồi cô trên bếp điện đến khi khói trắng bốc lên. Thêm tiếp 10 ml axit flohydric nữa và cô đến khi hết khói trắng bốc lên.

Nung mẫu ở nhiệt độ 700 °C đến 800 °C trong thời gian 5 min đến 10 min, lấy ra và để nguội.

Hoà tan cạn bằng 2 ml axit clohydric ( $d = 1,19 \text{ g/cm}^3$ ) (3.3) và vài giọt nước nóng. Thêm dung dịch amoni hydroxit (3.12) đến khi xuất hiện mùi amoniac. Đun sôi dung dịch trong khoảng 2 min đến



3 min và lọc bằng giấy lọc định lượng vào bình định mức dung tích 50 ml. Rửa cặn 2 đến 3 lần bằng nước nóng.

Thêm vào bình định mức 2 ml đến 3 ml axit clohydric ( $d = 1,19 \text{ g/cm}^3$ ) (3.3). Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

Xác định hàm lượng kali và natri bằng máy quang kế ngọn lửa với kính lọc màu của kali hoặc natri tương ứng.

*Xây dựng đường chuẩn:*

Dùng pipet lấy 1,0 ml; 2,0 ml; 3,0 ml; 4,0 ml; 5,0 ml dung dịch tiêu chuẩn làm việc natri hoặc kali vào các bình định mức dung tích 50 ml, thêm 1 ml đến 2 ml axit clohydric. Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

Xác định hàm lượng kali và natri bằng máy quang kế ngọn lửa với kính lọc màu của kali hoặc natri tương ứng.

### 6.9.3 Tính kết quả

Hàm lượng natri oxit ( $\text{Na}_2\text{O}$ ) và kali oxit ( $\text{K}_2\text{O}$ ) tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức sau:

$$\text{Na}_2\text{O}(\%) = \frac{1,3478 \times m_1}{m} \times 100 \quad (9)$$

$$\text{K}_2\text{O}(\%) = \frac{1,2051 \times m_1}{m} \times 100 \quad (10)$$

trong đó

$m_1$  là khối lượng natri hoặc kali xác định trên đường chuẩn, tính bằng gam;

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

1,347 8 là hệ số chuyển natri thành natri oxit;

1,205 1 là hệ số chuyển kali thành kali oxit.

Chênh lệch giữa hai lần phân tích song song không lớn hơn 0,05 %.