

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 9191: 2012**

Xuất bản lần 1

**ĐÁ VÔI-  
PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH HÓA HỌC**

*Limestone – Test methods for chemical analysis*

**HÀ NỘI - 2012**

## Mục lục

Lời nói đầu.....	4
1 Phạm vi áp dụng .....	5
2 Tài liệu viện dẫn .....	5
3 Quy định chung .....	5
4 Hoá chất, thuốc thử.....	6
5 Thiết bị, dụng cụ.....	9
6 Chuẩn bị mẫu.....	10
6.1 Lấy mẫu.....	10
6.2 Chuẩn bị mẫu thử.....	10
7 Phương pháp thử.....	10
7.1 Xác định hàm lượng mất khi nung (MKN).....	13
7.2 Xác định hàm lượng cặn không tan trong axit (CKT) .....	13
7.3 Xác định hàm lượng silic dioxit ( $\text{SiO}_2$ ).....	14
7.4 Xác định hàm lượng sắt oxit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) theo phương pháp đo màu.....	16
7.5 Xác định hàm lượng nhôm oxit ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) .....	16
7.6 Xác định hàm lượng canxi oxit ( $\text{CaO}$ ).....	18
7.7 Xác định hàm lượng magiê oxit ( $\text{MgO}$ ) .....	19
7.8 Xác định hàm lượng titan dioxit ( $\text{TiO}_2$ ) bằng phương pháp đo màu .....	20
7.9 Xác định hàm lượng lưu huỳnh trioxit ( $\text{SO}_3$ ).....	21
7.10 Xác định hàm lượng clorua ( $\text{Cl}^-$ ) .....	22
7.11 Xác định hàm lượng kali oxit ( $\text{K}_2\text{O}$ ) và natri oxit ( $\text{Na}_2\text{O}$ ) .....	23
8 Báo cáo thử nghiệm.....	23

**Lời nói đầu**

**TCVN 9191:2012** được chuyển đổi từ TCXDVN 312:2004 theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 7 nghị định số 127/2007/ NĐ-CP ngày 1/8/2007 của chính phủ qui định chi tiết ban hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

**TCVN 9191:2012** do Viện Vật liệu xây dựng-Bộ Xây dựng biên soạn, Bộ Xây dựng đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Đá vôi - Phương pháp phân tích hóa học

*Limestone - Test methods for chemical analysis*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hoá học để xác định các thành phần chủ yếu trong đá vôi.

Tiêu chuẩn này có thể áp dụng đối với các nguyên liệu có thành phần tương tự đá vôi (Vôi sống, vôi hydrat và dolomit).

### 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên 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 141:2008 *Xi măng - Phương pháp phân tích hoá học*

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

### 3 Quy định chung

**3.1 Hoá chất dùng trong phân tích** có độ tinh khiết không thấp hơn tinh khiết phân tích (TKPT).

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

**3.2 Hoá chất pha loãng theo tỷ lệ** thể tích được đặt trong ngoặc đơn. Ví dụ HCl (1 + 2) là dung dịch gồm 1 thể tích HCl đậm đặc với 2 thể tích nước.

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

**3.4 Việc xây dựng lại đường chuẩn** (nếu có) được tiến hành định kỳ theo khuyến cáo của nhà sản xuất thiết bị theo cách làm nêu trong tiêu chuẩn.

**3.5 Mỗi chỉ tiêu phân tích** được tiến hành song song trên hai lượng mẫu cân và 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.



## TCVN 9191:2012

Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không được vượt giới hạn cho phép, nếu vượt giới hạn cho phép phải tiến hành phân tích lại.

3.6 Kết quả cuối cùng là giá trị trung bình cộng của hai kết quả phân tích tiến hành song song tính bằng phần trăm (%).

### 3.7 Xác định khối lượng không đổi

Xác định khối lượng không đổi bằng cách: nung mẫu đến nhiệt độ xác định và giữ ở nhiệt độ đó 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 0,0005 g.

## 4 Hoá chất, thuốc thử

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

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

4.3 Amoni clorua ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) tinh thể.

4.4 Axit clohydric ( $\text{HCl}$ ) đậm đặc,  $d = 1,19$ .

4.5 Axit flohydric ( $\text{HF}$ ) đậm đặc,  $d = 1,12$  (38 % đến 40 %).

4.6 Axit sunfuric ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) đậm đặc,  $d = 1,84$ .

4.7 Axit acetic ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) đậm đặc,  $d = 1,05$  đến  $1,06$ .

4.8 Amoni hydroxit ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) đậm đặc,  $d = 0,88$  (25 %).

4.9 Axit nitric ( $\text{HNO}_3$ ), dung dịch 10 %.

4.10 Natri hydroxit ( $\text{NaOH}$ ), dung dịch 10 %, bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

4.11 Natri hydroxit ( $\text{NaOH}$ ), dung dịch 30 %, bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

4.12 Kali hydroxit ( $\text{KOH}$ ), dung dịch 25 %, bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

4.13 Kali cyanua ( $\text{KCN}$ ), dung dịch 5 %, bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

4.14 Bari clorua ( $\text{BaCl}_2$ ), dung dịch 10 %.

4.15 Axit sunfosalicilic ( $\text{C}_7\text{H}_6\text{C}_6\text{S}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), dung dịch 10 %.

4.16 Axit clohydric ( $\text{HCl}$ ), pha loãng (1 + 1).

4.17 Axit clohydric ( $\text{HCl}$ ), pha loãng (1 + 9).

4.18 Axit clohydric ( $\text{HCl}$ ), pha loãng (5 + 95).

4.19 Axit sunfuric ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), pha loãng (1 + 1).

4.20 Axit sunfuric ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), dung dịch 5 %.

4.21 Bạc nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ), dung dịch 0,5 %, bảo quản trong bình thủy tinh màu.

- 4.22 Natri florua (NaF), dung dịch 3 %.**
- 4.23 Diantipyrin metan, dung dịch 2 %:** Khuấy đều 25 mL axit sunfuric đậm đặc trong 300 mL nước, thêm 20 g thuốc thử diantipyrin metan, khuấy đều cho tan hết thuốc thử, pha loãng thành 1 L. Bảo quản trong chai thủy tinh màu.
- 4.24 Chất chỉ thị fluorexon 1 %:** Dùng cối chày thủy tinh nghiền mịn 0,1 g chỉ thị màu fluorexon với 10 g kall clorua, bảo quản trong lọ thủy tinh màu.
- 4.25 Chỉ thị erlocrom T đen (ETOO), dung dịch 0,1 %:** Hoà tan 0,1 g chỉ thị ETOO trong 100 mL rượu etylic 90 %, thêm 3 g hydroxylamin hydroclorua, khuấy đều. Bảo quản trong chai thủy tinh tối màu.
- 4.26 Chỉ thị amoni sắt (III) sunfat ( $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2$ ), dung dịch bão hoà.**
- 4.27 Thioure ( $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$ ), dung dịch 5 %.** Hoà tan thuốc thử trong nước.
- 4.28 Chỉ thị xylenol da cam, dung dịch 0,1 %:** Hoà tan 0,1 g thuốc thử xylenol da cam trong 100 mL nước.
- 4.29 Chỉ thị phenolphthalein, dung dịch 0,1 %:** Hoà tan 0,1 g phenolphthalein trong 100 mL rượu etylic 90 %.
- 4.30 Dung dịch đệm pH = 4,2:** Hoà 60mL axit axetic vào khoảng từ 300 mL đến 400 mL nước, thêm 100 mL natri hydroxit 10 % (4.10), thêm nước thành 1 L, khuấy đều.
- 4.31 Dung dịch đệm pH = 5,5:** Hoà tan 100 mL amoni hydroxit đậm đặc vào khoảng 300 mL đến 400 mL nước, thêm 100 mL axit axetic đậm đặc (4.7), thêm nước thành 1 L, khuấy đều.
- 4.32 Dung dịch đệm pH = 10,5:** Hoà tan 54 g amoni clorua vào 500 mL nước, thêm 350 mL amoni hydroxit đậm đặc(4.8), thêm nước thành 1 L, khuấy đều.
- 4.33 Dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M:** Pha chế từ ống chuẩn (fixanal) EDTA 0,01 M.
- 4.34 Dung dịch tiêu chuẩn bạc nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ) 0,1 N:** Pha từ ống chuẩn (fixanal) bạc nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ) 0,1 N, bảo quản trong chai thủy tinh tối màu.
- 4.35 Dung dịch tiêu chuẩn amoni sunfocyanua ( $\text{NH}_4\text{SCN}$ ) 0,1 N:** Pha chế từ ống chuẩn (fixanal) amoni sunfocyanua ( $\text{NH}_4\text{SCN}$ ) 0,1 N.
- 4.36 Dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat 0,01 M**
- Hoà tan từ 2,2 g đến 2,3 g kẽm axetat ( $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) vào 200 mL nước, thêm 2 mL axit axetic đậm đặc (4.7), đun đến tan trong, pha loãng thành 1 L.

**\* Xác định tỷ số nồng độ K giữa dung dịch EDTA 0,01 M và dung dịch kẽm axetat 0,01 M:**

Lấy 20 mL dung dịch EDTA 0,01M (4.33) vào cốc dung tích 250 mL, thêm 100 mL nước và 20 mL dung dịch đệm pH = 5,5 thêm 2 giọt đến 3 giọt chỉ thị xylenol da cam 0,1 %. Đun tới nhiệt độ đạt từ 70 °C đến 80 °C, chuẩn độ dung dịch khi còn nóng bằng dung dịch kẽm axetat pha được đến khi dung dịch trong cốc chuyển từ màu vàng sang hồng, ghi thể tích dung dịch kẽm axetat tiêu thụ ( $V_{\text{Zn}}$ ).

## TCVN 9191:2012

Xác định tỷ số nồng độ (K) giữa hai dung dịch theo công thức sau:

$$K = \frac{V_E}{V_{zn}}$$

trong đó:

$V_E$ : Thể tích dung dịch EDTA lấy để chuẩn độ, tính bằng mililit (mL);

$V_{zn}$ : Thể tích dung dịch  $Zn(CH_3COO)_2$  tiêu thụ khi chuẩn độ, tính bằng mililit (mL).

**4.37 Dung dịch thuốc thử aluminon 0,2 %:** Hoà 0,2 g thuốc thử aluminon với dung dịch đệm pH = 4,2 (4.30), để cách đệm là có thể dùng được (dung dịch bảo quản trong bình màu nâu).

Dung dịch này sử dụng tối đa trong một tuần.

**4.38 Dung dịch axit thyoglycolic 1 %,** dung dịch chuẩn bị hàng ngày (dung dịch bảo quản trong bình màu nâu).

**4.39 Dung dịch tiêu chuẩn gốc sắt oxit ( $C_{Fe_2O_3} = 0,25 \text{ mg/mL}$ )**

Cân khoảng 0,25 g sắt oxit ( $Fe_2O_3$ ) chính xác đến 0,0001 g đã sấy khô ở nhiệt độ 110 °C vào cốc thủy tinh dung tích 100 mL, thêm 50 mL dung dịch axit clohydric (1 + 1) (4.16) và đun sôi nhẹ đến tan trong. Để nguội, chuyển vào bình định mức 1000 mL, thêm nước tới vạch mức, lắc đều.

\* **Dung dịch tiêu chuẩn làm việc ( $C_{Fe_2O_3} = 0,05 \text{ mg/mL}$ ):** Lấy 50 mL dung dịch tiêu chuẩn gốc vào bình định mức dung tích 250 mL, thêm nước tới vạch mức, lắc đều.

\* **Xây dựng đồ thị chuẩn:**

Lấy 6 bình định mức dung tích 100 mL, lần lượt thêm vào mỗi bình một thể tích dung dịch tiêu chuẩn làm việc sắt (III) oxit ( $C_{Fe_2O_3} = 0,05 \text{ mg/mL}$ ) (4.32) theo thứ tự 0 mL; 1 mL; 2 mL; 4 mL; 8 mL; 10 mL.

Thêm nước cất đến khoảng 50 mL, thêm tiếp 10 mL dung dịch axit sunfosalicilic 10 % (4.15). Vừa lắc đều bình vừa nhỏ từng giọt amoni hydroxit đậm đặc (4.8) đến khi dung dịch xuất hiện màu vàng. Cho dư 2 mL đến 3 mL amoni hydroxit nữa, định mức bằng nước cất, lắc đều.

Sau 15 min, đo giá trị độ hấp thụ quang ở bước sóng từ 420 nm đến 430 nm, dung dịch so sánh là dung dịch mẫu trắng. Từ hàm lượng sắt (III) oxit ( $Fe_2O_3$ ) có trong mỗi bình là trị số độ hấp thụ quang tương ứng xây dựng đồ thị chuẩn.

**4.40 Dung dịch tiêu chuẩn gốc titan dioxit ( $C_{TiO_2} = 0,1 \text{ mg/mL}$ ).**

Cân khoảng 0,3005 g kali titan hexafluoro ( $K_2TiF_6$ ) chính xác đến 0,0001 g đã sấy khô ở nhiệt độ 110°C vào chén bạch kim, thêm khoảng 10 mL đến 15 mL dung dịch axit sunfuric (1 + 1) (4.19), làm bay hơi trên bếp điện đến khô, thêm tiếp 5 mL dung dịch axit nữa, làm bay hơi đến khô kiệt và ngừng bốc khói trắng. Chuyển vào cốc thủy tinh bằng dung dịch axit sunfuric 5 % (4.20), thêm 5 mL dung dịch axit

sunfuric (1 + 1) (4.19) và đun tới sôi. Lấy ra để nguội, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1000 mL, dùng dung dịch axit sunfuric 5 % (4.20) định mức, lắc đều.

\* **Dung dịch tiêu chuẩn làm việc ( $C_{\text{TIO}_2} = 0,04 \text{ mg/mL}$ ):** Lấy 100 mL dung dịch tiêu chuẩn gốc vào bình định mức dung tích 250 mL, dùng dung dịch axit sunfuric 5 % định mức, lắc đều.

**\* Xây dựng đồ thị chuẩn:**

Lấy 6 bình định mức dung tích 100 mL, lần lượt cho vào mỗi bình một thể tích dung dịch tiêu chuẩn titan làm việc ( $C_{\text{TIO}_2} = 0,04 \text{ mg/mL}$ ) (4.40) theo thứ tự sau: 0 mL; 2 mL; 4 mL; 6 mL; 8 mL; 12 mL. Thêm tiếp 15 mL dung dịch HCl (1+1) (4.16), 5 mL dung dịch thioure 5 % (4.27) ... tiếp tục thực hiện các thao tác như trên.

Sau 1 h, đo giá trị độ hấp thụ quang của dung dịch ở bước sóng từ 400 nm đến 420 nm. Từ lượng titan dioxit có trong mỗi bình và giá trị độ hấp thụ quang tương ứng xây dựng đồ thị chuẩn.

**4.41 Dung dịch tiêu chuẩn gốc nhôm oxit ( $C_{\text{Al}_2\text{O}_3} = 1 \text{ mg/mL}$ )**

Cân khoảng 1 g nhôm oxit ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) chính xác đến 0,0001 g đã được sấy khô ở nhiệt độ 110 °C vào cốc dung tích 250 mL, thêm 50 mL axit clohydric đậm đặc (4.4), đậy mặt kính đồng hồ và đun dung dịch đến tan trong. Để nguội, chuyển vào bình định mức dung tích 1 L, thêm nước đến vạch, lắc đều.

\* **Dung dịch tiêu chuẩn làm việc ( $C_{\text{Al}_2\text{O}_3} = 0,1 \text{ mg/mL}$ ):** Lấy 50 mL dung dịch tiêu chuẩn gốc vào bình định mức dung tích 500 mL, dùng dung dịch axit clohydric (5 + 95) (4.18) định mức, lắc đều.

**\* Xây dựng đồ thị chuẩn:**

Lấy 6 bình định mức dung tích 100 mL, lần lượt thêm mỗi bình một thể tích dung dịch tiêu chuẩn làm việc nhôm oxit ( $C_{\text{Al}_2\text{O}_3} = 0,1 \text{ mg/mL}$ ) (4.34) theo thứ tự: 0 mL; 1 mL; 3 mL; 5 mL; 7 mL; 9 mL. Thêm lần lượt vào các bình 2 mL dung dịch axit thyoglycolic 1 % (4.38) và 20 mL dung dịch đệm pH = 4,2 (4.30); thêm nước cất đến 80 mL, cho vào mỗi bình 1 mL thuốc thử aluminon 0,2 % (4.37). Định mức các bình bằng nước cất, lắc đều. Sau 2 h đo giá trị độ hấp thụ quang của dung dịch ở bước sóng từ 530 nm đến 535 nm, dung dịch so sánh là dung dịch mẫu trắng. Từ hàm lượng nhôm oxit ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) có trong mỗi bình và giá trị độ hấp thụ quang tương ứng xây dựng đồ thị chuẩn.

## 5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.2 Tủ sấy, đến 300 °C ± 5 °C, có bộ phận điều khiển và khống chế nhiệt độ.

5.3 Lò nung, có nhiệt độ đạt 950 °C ± 50 °C, có bộ phận điều khiển và khống chế nhiệt độ.

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

## **TCVN 9191:2012**

**5.5 Máy quang phổ ngọn lửa (FP) hoặc máy quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS), có trang bị thích hợp để đo kali và natri.**

**5.6 Bếp cách thủy hoặc cách cát, khống chế được nhiệt độ.**

**5.7 Chén bạch kim, dung tích 30 mL.**

**5.8 Sàng các loại, có kích thước lỗ 0,5 mm; 0,25 mm; 0,125 mm; 0,063 mm.**

**5.9 Chày, cối bằng đồng và chày, cối bằng mã não.**

**5.10 Bình hút ẩm, chứa hạt silicagel.**

**5.11 Bình định mức, dung tích 100 mL; 250 mL; 500 mL; 1000 mL.**

**5.12 Pipet, dung tích 2 mL; 5 mL; 10 mL; 20 mL; 25 mL; 50 mL; 100 mL.**

**5.13 Buret, dung tích 25 mL.**

**5.14 Cốc thủy tinh, dung tích 100 mL và 250 mL.**

**5.15 Bát sứ dùng để cô mẫu.**

**5.16 Giấy lọc không tro**

- Giấy lọc định lượng không tro chảy trung bình (đường kính lỗ trung bình khoảng 7  $\mu\text{m}$ ).

- Giấy lọc định lượng không tro chảy chậm (đường kính lỗ trung bình khoảng 2  $\mu\text{m}$ ).

## **6 Chuẩn bị mẫu**

### **6.1 Lấy mẫu**

Mẫu thử đá vôi dùng cho phân tích hoá học được lấy theo các quy định kỹ thuật về lấy mẫu thí nghiệm trong các cơ sở sản xuất và sử dụng đá vôi để đảm bảo mẫu thử là đại diện cho lô nguyên liệu.

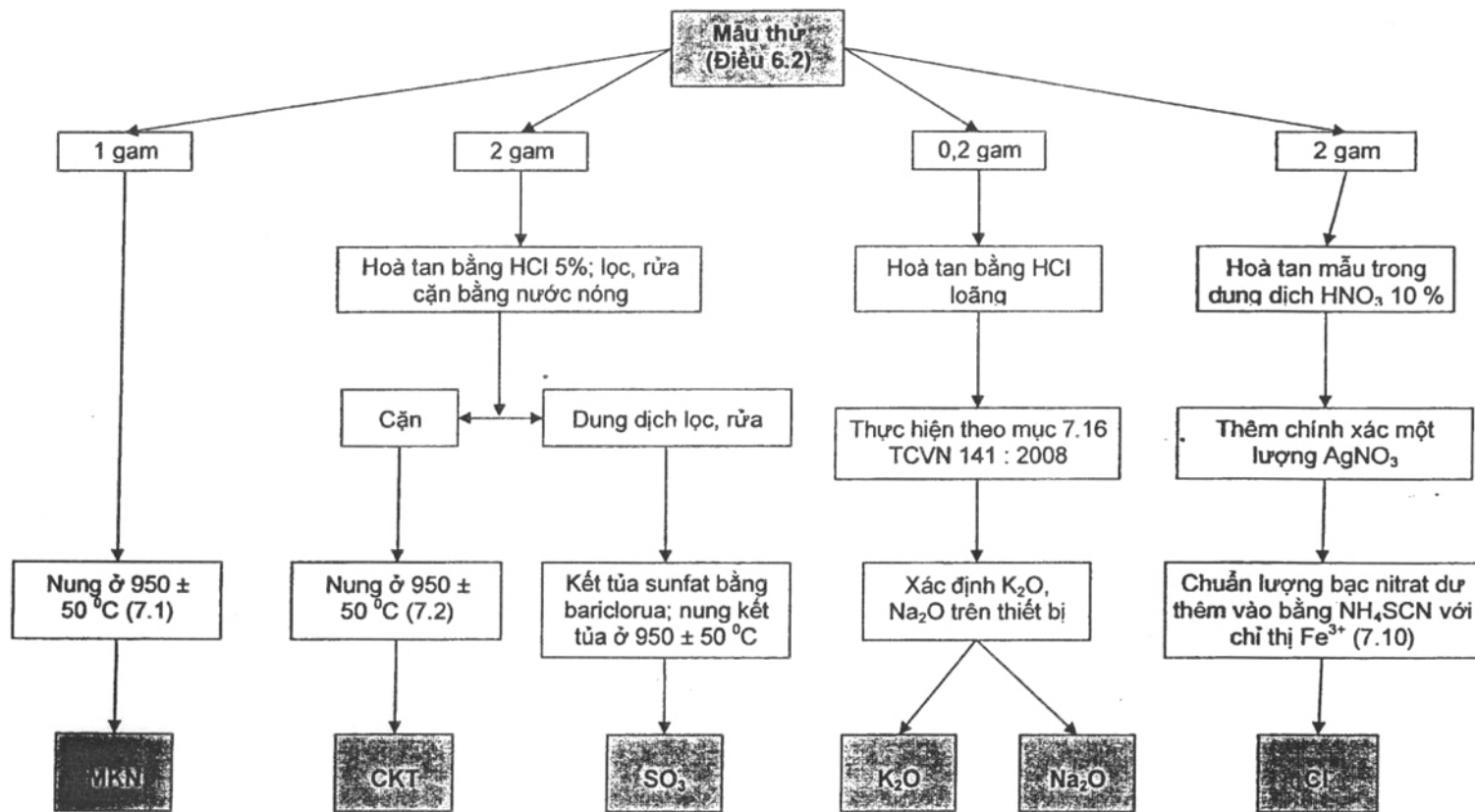
Mẫu đưa tới phòng thí nghiệm có khối lượng không ít hơn 500 g, kích thước hạt không lớn hơn 5 mm.

### **6.2 Chuẩn bị mẫu thử**

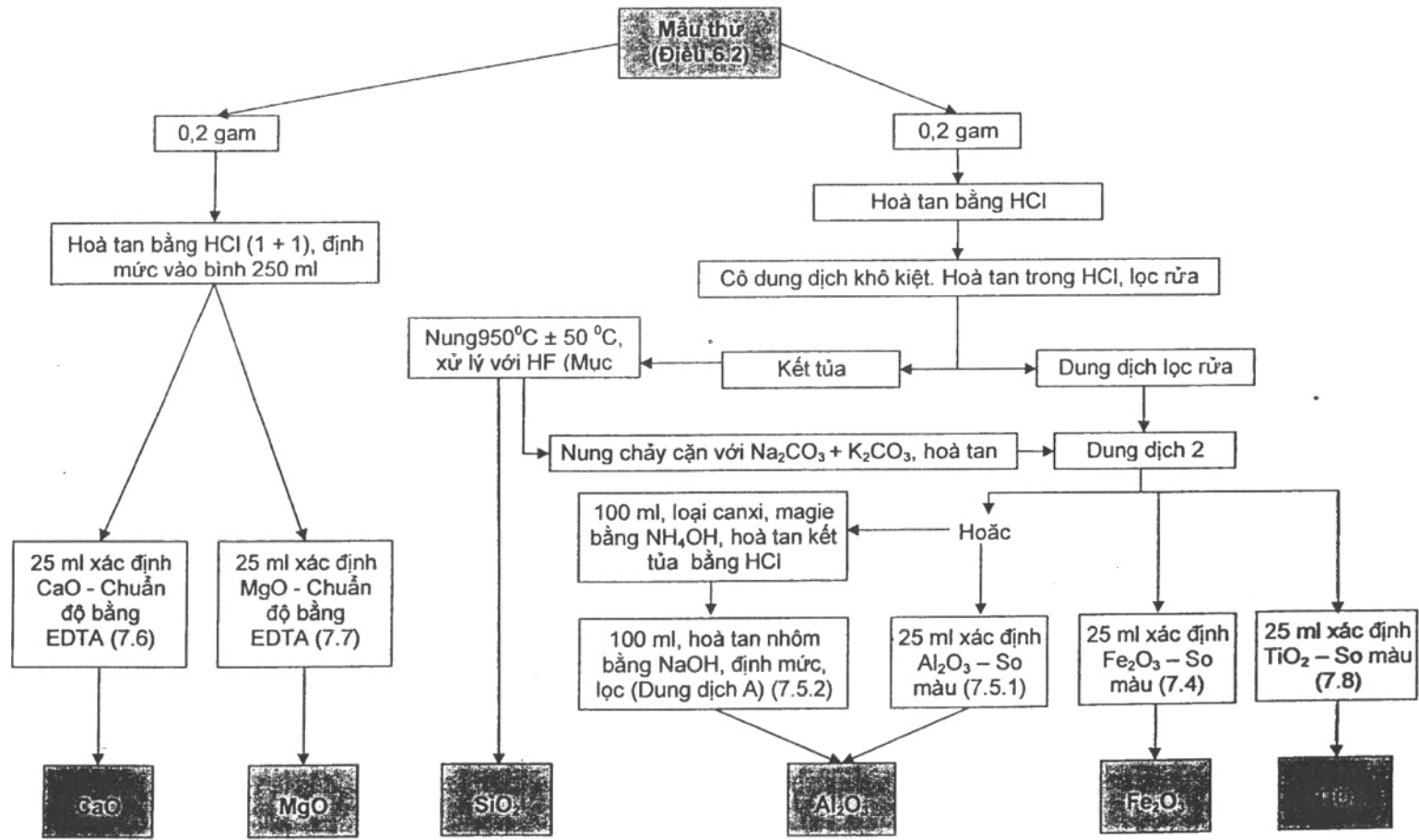
Gia công mẫu đến kích thước lọt qua sàng 0,5 mm, dùng nam châm hút sắt kim loại lẫn vào mẫu. Trộn đều mẫu thử, dùng phương pháp chia tư lấy khoảng 120 g mẫu, nghiền nhỏ đến lọt qua sàng 0,25 mm, tiếp tục chia tư lấy khoảng 50 g mẫu đem nghiền mịn đến lọt qua sàng 0,125 mm. Tiếp tục rút gọn bằng phương pháp chia tư lấy khoảng 20 g sau đó nghiền mịn trên cối mã não hoặc máy nghiền mẫu trong phòng thí nghiệm đến cỡ hạt lọt qua sàng 0,063 mm. Sấy khô mẫu ở nhiệt độ  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  đến khối lượng không đổi. Lượng mẫu này là mẫu thử để phân tích hoá học. Lượng mẫu còn lại bảo quản trong lọ (túi) kín làm mẫu lưu.

## **7 Phương pháp thử**

Quá trình phân tích hoá học được tiến hành theo sơ đồ Hình 1 và Hình 2.



Hình 2 - Sơ đồ phân tích đá vôi (xác định MKN, CKT, SO<sub>3</sub>, K<sub>2</sub>O, Na<sub>2</sub>O, Cl)



Hình 1 - Sơ đồ phân tích đá vôi (xác định  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{TiO}_2$ )

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

### 7.1.1 Nguyên tắc

Mẫu thử được nung ở nhiệt độ  $950 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50 \text{ }^{\circ}\text{C}$  đến khối lượng không đổi. Từ sự giảm khối lượng mẫu thử tính ra lượng mất khi nung.

### 7.1.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 1 g mẫu (Điều 6.2) chính xác đến 0,0001 g, cho vào chén sứ đã được nung ở nhiệt độ  $950 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50 \text{ }^{\circ}\text{C}$  để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân, nung lại ở nhiệt độ trên và cân đến khối lượng không đổi. Nung chén có mẫu ở nhiệt độ trên khoảng từ 1 h đến 1,5 h. Lấy chén ra, để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng rồi cân. Nung lại và cân, đến khi thu được khối lượng không đổi.

\* Lưu ý: Khi nung chén có mẫu, phải bắt đầu nung khi nhiệt độ lò còn thấp. Sau đó tăng nhiệt dần từ thấp đến cao. Vì nếu ngay từ đầu nung mẫu ở nhiệt độ cao, khí  $\text{CO}_2$  thoát ra rất mạnh, nếu không chú ý đến việc tăng dần nhiệt độ dễ gây ra tổn thất mẫu phân tích.

Mẫu sau khi nung chủ yếu là canxi oxit ( $\text{CaO}$ ) rất dễ hút hơi ẩm của không khí. Nên khi cân phải chú ý cân nhanh để có được kết quả chính xác.

### 7.1.3 Tính kết quả

Lượng mất khi nung (MKN), tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

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

trong đó:

$m_1$ : Khối lượng chén và mẫu trước khi nung, tính bằng gam (g);

$m_2$ : Khối lượng chén và mẫu sau khi nung, tính bằng gam (g);

$m$ : Lượng cân mẫu thử, tính bằng gam (g).

Chênh lệch cho phép giữa hai thí nghiệm tiến hành song song không vượt quá 0,20 %.

## 7.2 Xác định hàm lượng cặn không tan trong axit (CKT)

### 7.2.1 Nguyên tắc

Hoà tan mẫu thử vào axit clohydric loãng, lọc lấy phần cặn không tan, nung, cân xác định hàm lượng cặn không tan trong axit.

### 7.2.2 Cách tiến hành



## TCVN 9191:2012

Cân khoảng 2 g mẫu (Điều 6.2) chính xác đến 0,0001 g cho vào cốc thủy tinh dung tích 100 mL. Tắm ướt mẫu bằng nước. Cho từ từ vào cốc 50 mL dung dịch axit clohydric (1+9) (4.17), chờ sau khi ngừng sủi bọt đem đun nhẹ cốc trên bếp điện (sôi nhẹ 15 min). Lấy ra để nguội đến khoảng từ 50 °C đến 60 °C. Lọc dung dịch qua giấy lọc không tro cháy trung bình. Chuyển cặn lên phễu, dùng giấy lọc không tro lau sạch thành cốc, rửa cặn bằng dung dịch axit clohydric (5 + 95) (4.18) từ 2 lần đến 3 lần sau đó rửa lại bằng nước nóng đến hết ion Cl<sup>-</sup> (thử bằng AgNO<sub>3</sub> 0,5 %).

Chuyển giấy lọc và cặn vào chén sứ đã biết khối lượng, sấy khô và đốt từ từ cho cháy hết giấy lọc trên bếp điện. Nung ở nhiệt độ 950 °C ± 50 °C trong 1 h 30 min, lấy ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân. Nung lại và cân, đến khối lượng không đổi.

Dung dịch lọc, rửa được thu vào cốc thủy tinh dung tích 250 mL dùng để xác định hàm lượng lưu huỳnh trioxit có trong mẫu thử (dung dịch 1).

### 7.2.3 Tính kết quả

Hàm lượng cặn không tan (CKT), tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$\%CKT = \frac{m_3 - m_4}{m} \times 100$$

trong đó:

$m_3$ : Khối lượng cặn không tan và chén, tính bằng gam (g);

$m_4$ : Khối lượng chén không, tính bằng gam (g);

$m$ : Lượng cân mẫu thử, tính bằng gam (g).

Chênh lệch cho phép giữa hai thí nghiệm tiến hành song song không vượt quá 0,15 %.

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

### 7.3.1 Nguyên tắc

Phân giải mẫu bằng axit clohydric (HCl), cô cạn để tách nước của axit silicic. Nung kết tủa ở nhiệt độ 950 °C ± 50 °C, xử lý kết tủa bằng dung dịch axit flohydric để tách silic ở dạng silic tetraflorua (SiF<sub>4</sub>). Qua đó xác định được lượng silic dioxit tổng số có trong mẫu thử.

### 7.3.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 3 g mẫu (Điều 6.2) chính xác đến 0,0001 g, đã được nghiền mịn, sấy khô cho vào bát sứ. Tắm ướt mẫu bằng nước, đập bát bằng mặt kính. Nhỏ axit clohydric (1 + 1) (4.16) đến ngừng sủi bọt, cho thêm vào bát sứ 15 mL axit clohydric đặc (4.4). Tráng thành bát, mặt kính bằng nước. Đặt bát lên bếp cô (bếp cách cát hoặc bếp cách thủy) ở nhiệt độ từ 100 °C đến 110 °C, cô đến khô kiệt. Dùng đĩa thủy tinh dầm nhỏ những cục muối tạo thành. Thêm tiếp vào bát cô mẫu 10 mL axit clohydric đặc (4.4),

cô mẫu lần 2 ở nhiệt độ trên để kết tủa triệt để silic dioxit ( $\text{SiO}_2$ ). Sau khi khô kiệt, tiếp tục cô mẫu ở nhiệt độ trên từ 1 h đến 2 h.

Để nguội mẫu thử, thêm vào bát 10 mL axit clohydric đặc, để yên 10 min, thêm tiếp vào bát 80 mL đến 100 mL nước sôi, khuấy đều, đun nhẹ để hoà tan các muối. Tráng mặt kính và thành bát bằng nước đun sôi. Lấy bát ra để nguội 50 °C đến 60 °C.

Lọc dung dịch trong bát sứ khi còn nóng qua giấy lọc không tro chảy trung bình, dùng dung dịch axit clohydric loãng (5 + 95) (4.18) đã đun nóng rửa kết tủa và thành bát, dùng giấy lọc không tro để lau sạch đĩa thuỷ tinh và thành bát. Tiếp tục rửa bằng nước đun sôi đến hết ion  $\text{Cl}^-$  (thử bằng dung dịch  $\text{AgNO}_3$  0,5 %).

Nước lọc và nước rửa được thu vào bình định mức 250 mL.

Chuyển giấy lọc và kết tủa vào chén bạch kim, sấy và đốt giấy lọc trên bếp điện. Nung chén ở nhiệt độ 950 °C ± 50 °C trong 1 h 30 min, lấy chén ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng rồi cân. Nung lại ở nhiệt độ trên đến khối lượng không đổi ( $m_5$ ).

Tắm ướt kết tủa trong chén bằng vài giọt nước cất, thêm vào chén từ 2 giọt đến 3 giọt dung dịch axit sunfuric (1 + 1) (4.19) và 5 mL dung dịch axit flohydric (HF) 40 % (4.5), làm bay hơi chất chứa trong chén trên bếp điện đến khô và ngừng bốc khói trắng.

Cho chén vào lò nung ở nhiệt độ 950 °C ± 50 °C trong 30 min, lấy ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng rồi cân. Lặp lại quá trình nung 15 min, làm nguội rồi cân đến khi đạt được khối lượng không đổi ( $m_6$ ).

Nung cặn còn lại trong chén bạch kim với 2 g đến 3 g hỗn hợp chảy  $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{K}_2\text{CO}_3$  (1:1) ở nhiệt độ 950 °C ± 50 °C trong 20 min. Lấy ra để nguội, chuyển khối nung chảy vào cốc thuỷ tinh dung tích 250 mL, tráng rửa sạch chén bạch kim. Thêm từ từ axit clohydric (1+1) (4.16) vào cốc đến khi ngừng sủi bọt, đun dung dịch trong cốc đến tan trong. Để nguội rồi gộp dung dịch này với dung dịch trong bình định mức 250 mL, định mức bằng nước, lắc đều. Dung dịch này để xác định các thành phần  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$  có trong mẫu thử (dung dịch 2).

### 7.3.3 Tính kết quả

Hàm lượng silic dioxit ( $\text{SiO}_2$ ), tính bằng phần trăm (%), theo công thức :

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{m_5 - m_6}{m} \times 100$$

trong đó:

$m_5$ : Khối lượng chén bạch kim và kết tủa trước khi xử lý bằng axit HF, tính bằng gam (g);

$m_6$ : Khối lượng chén bạch kim và kết tủa sau khi xử lý bằng axit HF, tính bằng gam (g);

$m$ : Lượng mẫu lấy để phân tích, tính bằng gam (g).

## TCVN 9191:2012

Chênh lệch cho phép giữa hai thí nghiệm tiến hành song song không vượt quá 0,15 %.

### 7.4 Xác định hàm lượng sắt oxit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) theo phương pháp đo màu

#### 7.4.1 Nguyên tắc

Trong môi trường kiềm amoniac, ion sắt (III) tạo với thuốc thử axit sunfosallsilic một phức chất màu vàng, cường độ màu tỷ lệ với nồng độ sắt có trong dung dịch. Đo độ hấp thụ quang của dung dịch ở bước sóng khoảng từ 420 nm đến 430 nm.

#### 7.4.2 Cách tiến hành

Lấy 25 mL dung dịch 2 (7.3.2) cho vào bình định mức 100 mL, thêm nước đến khoảng 50 mL, thêm tiếp 10 mL dung dịch axit sunfosalicilic 10 %, sau đó vừa lắc đều bình vừa nhỏ từng giọt amoni hydroxit (4.8) đậm đặc đến khi dung dịch xuất hiện màu vàng. Cho dư từ 2 mL đến 3 mL amoni hydroxit (4.8) nữa, định mức bằng nước, lắc đều.

Sau 15 min, đo độ hấp thụ quang của dung dịch ở bước sóng khoảng 420 nm đến 430 nm, dung dịch so sánh là dung dịch mẫu trắng. Dựa vào đồ thị chuẩn tìm ra lượng sắt (III) oxit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) có trong 25 mL dung dịch 2.

#### 7.4.3 Tính kết quả

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

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{m_7}{m} \times 100$$

trong đó:

$m_7$ : Lượng sắt oxit tìm được từ đồ thị chuẩn, tính bằng gam (g);

$m$ : Lượng mẫu lấy để xác định sắt oxit, tính bằng gam (g).

Chênh lệch cho phép giữa hai thí nghiệm tiến hành song song không vượt quá 0,04 %.

### 7.5 Xác định hàm lượng nhôm oxit ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )

#### 7.5.1 Xác định hàm lượng nhôm oxit ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) bằng phương pháp so màu

(Đối với những mẫu có hàm lượng nhôm oxit nhỏ hơn 0,10 %)

##### 7.5.1.1 Nguyên tắc

Trong dung dịch có pH = 4,2; có mặt axit thyoglycolic, ion nhôm (III) tạo với thuốc thử aluminon một phức chất màu đỏ, cường độ màu tỷ lệ với nồng độ nhôm có trong dung dịch. Đo độ hấp thụ quang của dung dịch ở bước sóng khoảng từ 530 nm đến 535 nm.

### 7.5.1.2 Cách tiến hành

Lấy 25 mL dung dịch 2 (7.3.2) cho vào bình định mức dung tích 100 mL. Dùng dung dịch amoni hydroxit đậm đặc (4.8) điều chỉnh dung dịch đến trung tính. Thêm vào bình 2 mL dung dịch axit thyoglycolic 1 % (4.38) và 20 mL dung dịch đệm pH = 4,2 (4.30); thêm nước đến khoảng 80 mL. Sau đó cho vào bình 1 mL thuốc thử aluminon 0,2 %, thêm nước tới vạch mức, lắc đều.

Sau 2 h đo giá trị độ hấp thụ quang của dung dịch ở bước sóng từ 530 nm đến 535 nm, dung dịch so sánh là dung dịch mẫu trắng. Dựa vào đồ thị chuẩn tìm ra lượng nhôm oxit ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) có trong 25 mL dung dịch 2.

### 7.5.1.3 Tính kết quả

Hàm lượng nhôm oxit ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), được tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{m_8}{m} \times 100$$

trong đó:

$m_8$ : Lượng nhôm oxit tìm được từ đồ thị chuẩn, tính bằng gam (g);

$m$ : Lượng mẫu lấy để xác định nhôm oxit, tính bằng gam (g).

Chênh lệch cho phép giữa hai thí nghiệm tiến hành song song không vượt quá 0,04 %.

## 7.5.2 Xác định hàm lượng nhôm oxit ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) bằng phương pháp chuẩn độ phức chất

(Đối với những mẫu có hàm lượng nhôm oxit ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) từ 0,10 % trở lên).

### 7.5.2.1 Nguyên tắc

Loại canxi và magiê có trong dung dịch bằng cách dùng dung dịch amoni hydroxit đậm đặc kết tủa nhôm, sau đó hoà tan lại kết tủa bằng axit clohydric (1 + 1). Tách nhôm khỏi các nguyên tố ảnh hưởng như sắt, titan ... bằng kiềm mạnh. Tạo phức giữa nhôm với EDTA dư ở pH = 5,5. Chuẩn độ lượng dư EDTA bằng dung dịch kẽm axetat theo chỉ thị xylonen da cam. Dùng natri florua để giải phóng EDTA khỏi phức complexonat nhôm, dùng dung dịch tiêu chuẩn kẽm axetat 0,01 M chuẩn độ lượng EDTA được giải phóng, từ đó tính ra hàm lượng nhôm.

### 7.5.2.2 Cách tiến hành

Lấy 100 mL dung dịch 2 (7.3.2) cho vào cốc thủy tinh dung tích 250 mL, thêm vào cốc từ 1 g đến 2 g amoni clorua (4.3), khuấy đều, đun nóng dung dịch, nhỏ vào cốc 1 giọt đến 2 giọt chỉ thị metyl đỏ. Nhỏ từ từ dung dịch amoni hydroxit đậm đặc (4.8) vào cốc và khuấy đều đến khi dung dịch trong cốc chuyển sang vàng sau đó cho dư tiếp 1 giọt amoni hydroxit. Đun sôi nhẹ dung dịch trong cốc, lọc dung dịch khi còn nóng qua giấy lọc chảy nhanh, rửa kết tủa và cốc thủy tinh từ 2 lần đến 3 lần bằng nước cất nóng.

## TCVN 9191:2012

Dùng axit clohydric (1 + 1) (4.16) hoà tan kết tủa trên giấy lọc trở lại cốc, dùng dung dịch axit clohydric (5 + 95) (4.18), đã đun nóng để rửa sạch thành phần, tiếp tục rửa bằng nước cất nóng đến hết ion Cl<sup>-</sup> (thử bằng dung dịch AgNO<sub>3</sub> 0,5 %). Thêm vào cốc thủy tinh 20 mL dung dịch natri hydroxit 30 % (4.10), khuấy đều, đun sôi dung dịch 1 min đến 2 min, lấy ra để nguội rồi chuyển dung dịch trong cốc vào bình định mức dung tích 250 mL, thêm nước cất tới vạch mức, lắc đều. Lọc dung dịch qua giấy lọc chảy nhanh (khô), phễu (khô) vào bình nón dung tích 250 mL (khô). Dung dịch lọc dùng để xác định nhôm (dung dịch A).

Lấy 100 mL dung dịch A vào cốc thủy tinh dung tích 250 mL, thêm vào cốc 20 mL dung dịch EDTA 0,01 M, thêm tiếp vào cốc từ 1 giọt đến 2 giọt chỉ thị phenonphtalein 0,1 % (4.29), dùng dung dịch axit clohydric (1 + 1) và dung dịch natri hydroxit (NaOH) 10 % điều chỉnh dung dịch tới trung tính (mất màu hồng), thêm vào cốc 15 mL dung dịch đệm pH = 5,5 (4.31).

Đun nóng dung dịch trong cốc đến khoảng 80 °C, thêm vào cốc vài giọt chỉ thị xyleneon da cam 0,1 % (4.28) và dùng dung dịch kẽm axetat 0,01 M (4.36) chuẩn độ đến khi dung dịch chuyển từ màu vàng sang màu hồng.

Thêm vào cốc 10 mL dung dịch natri florua 3 % (4.22) và đun sôi 3 phút, dung dịch lúc này có màu vàng, để nguội dung dịch đến khoảng từ 70 °C đến 80 °C, dùng dung dịch kẽm axetat 0,01 M (4.36) chuẩn lượng EDTA vừa được giải phóng ra khỏi phức với nhôm đến khi màu của dung dịch chuyển từ vàng sang màu hồng, ghi thể tích kẽm axetat 0,01 M tiêu thụ.

### 7.5.2.3 Tính kết quả

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

$$\%Al_2O_3 = 0,0005098 \times \frac{V_{Zn} \times K}{m} \times 100$$

trong đó:

0,0005098: Số gam nhôm oxit tương ứng với 1mL dung dịch kẽm axetat 0,01 M;

V<sub>Zn</sub>: Thể tích dung dịch kẽm axetat 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ lượng EDTA được giải phóng ra khỏi phức, tính bằng mililit (mL);

K: Hệ số nồng độ giữa dung dịch kẽm axetat 0,01 M và dung dịch EDTA tiêu chuẩn 0,01 M;

m: Lượng mẫu lấy xác định hàm lượng nhôm oxit, tính bằng gam (g).

Chênh lệch cho phép giữa hai thí nghiệm tiến hành song song không vượt quá 0,02 %.

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

### 7.6.1 Nguyên tắc

Phân huỷ mẫu bằng axit clohydric (HCl). Chuẩn độ lượng canxi bằng dung dịch EDTA tiêu chuẩn ở pH > 12 với chỉ thị fluorexon, ở điểm tương đương dung dịch mất màu xanh huỳnh quang chuyển sang màu hồng.

### 7.6.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 0,2 g mẫu (Điều 6.2) chính xác đến 0,0001 g cho vào cốc thủy tinh dung tích 100 mL. Tắm ướt mẫu bằng nước. Thêm từ từ vào cốc 10 mL axit clohydric (1 + 1) (4.16), đun đến tan trong. Lấy ra, để nguội, sau đó chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 250 mL. Thêm nước cất tới vạch mức, lắc đều (dung dịch 3).

Lấy 25 mL dung dịch 3 cho vào cốc dung tích 250 mL, thêm nước cất đến khoảng 100 mL. Thêm tiếp vào cốc 20 mL kali hydroxit 25 % (4.12), 2 mL kali cyanua 5 % (4.13) và một ít chỉ thị fluorexon.

Đặt cốc lên một nền đen, dùng dung dịch EDTA 0,01 M (4.33) chuẩn độ dung dịch trong cốc đến khi dung dịch mất màu xanh huỳnh quang chuyển sang màu hồng. Ghi thể tích dung dịch EDTA 0,01 M tiêu thụ.

Làm song song một thí nghiệm trắng để hiệu chỉnh lượng canxi oxit (CaO) có trong dung dịch và thuốc thử. Ghi thể tích EDTA 0,01 M tiêu thụ.

### 7.6.3 Tính kết quả

Hàm lượng canxi oxit (CaO), tính bằng phần trăm(%), theo công thức:

$$\%CaO = 0,00056 \times \frac{V_1 - V_0}{m} \times 100$$

trong đó:

$V_0$ : Thể tích EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililít (mL);

$V_1$ : Thể tích EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililít (mL);

$m$ : Lượng mẫu lấy để xác định canxi oxit, tính bằng gam (g);

0,00056: Khối lượng canxi oxit tương ứng với 1 mL dung dịch EDTA 0,01 M, tính bằng gam (g).

Chênh lệch cho phép giữa hai thí nghiệm tiến hành song song không vượt quá 0,15 %.

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

### 7.7.1 Nguyên tắc

Chuẩn độ tổng lượng canxi và magiê trong mẫu bằng dung dịch EDTA tiêu chuẩn theo chỉ thị eriocrom T đen ở pH = 10,5.

Xác định hàm lượng magiê oxit (MgO) theo hiệu số thể tích EDTA tiêu thụ khi chuẩn độ tổng lượng canxi và magiê ở pH = 10,5 và khi chuẩn độ riêng canxi ở pH > 12.

### 7.7.2 Cách tiến hành

Lấy 25 mL dung dịch 3 (7.6.2) cho vào cốc dung tích 250 mL, thêm nước đến khoảng 100 mL. Thêm tiếp vào cốc 20 mL dung dịch đệm pH = 10,5; 2 mL kali cyanua 5 % (4.13) và từ 2 giọt đến 3 giọt chỉ thị

## TCVN 9191:2012

ericrorom T đen 0,1 %. Chuẩn độ tổng lượng canxi và magiê bằng dung dịch EDTA 0,01 M (4.33) đến khi dung dịch chuyển từ màu đỏ tím sang màu xanh nước biển. Ghi thể tích EDTA tiêu thụ.

Làm song song một thí nghiệm trắng để hiệu chỉnh tổng lượng canxi và magiê có trong các thuốc thử. Ghi thể tích EDTA tiêu thụ.

### 7.7.3 Tính kết quả

Hàm lượng magiê oxit (MgO), tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$\%MgO = 0,000403 \times \frac{(V_2 - V_{02}) - (V_1 - V_{01})}{m} \times 100$$

trong đó:

$V_{01}$ : Thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ riêng lượng canxi trong mẫu trắng, tính bằng mililit (mL);

$V_1$ : Thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ riêng lượng canxi trong dung dịch mẫu, tính bằng mililit (mL);

$V_{02}$ : Thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ tổng lượng canxi và magiê trong mẫu trắng, tính bằng mililit (mL);

$V_2$ : Thể tích dung dịch tiêu chuẩn EDTA 0,01 M tiêu thụ khi chuẩn độ tổng lượng canxi và magiê trong dung dịch mẫu, tính bằng mililit (mL);

$m$ : Lượng mẫu lấy để xác định magiê oxit, tính bằng gam (g);

0,000403: Khối lượng magiê oxit tương ứng với 1 mL dung dịch EDTA 0,01 M, tính bằng gam.

Chênh lệch cho phép giữa hai thí nghiệm tiến hành song song không vượt quá 0,10 %.

## 7.8 Xác định hàm lượng titan dioxit ( $TiO_2$ ) bằng phương pháp đo màu

### 7.8.1 Nguyên tắc

Diantipyrin metan tạo với ion titan (IV) trong môi trường axit mạnh một phức chất màu vàng, cường độ màu tỷ lệ với nồng độ titan trong dung dịch. Đo độ hấp thụ quang của dung dịch ở bước sóng khoảng từ 400 nm đến 420 nm.

### 7.8.2 Cách tiến hành

Lấy 25 mL dung dịch 2 (7.3.2) cho vào bình định mức dung tích 100 mL. Thêm vào bình 15 mL dung dịch axit clohydric (1 + 1) (4.16), 5 mL dung dịch thioure 5 % (4.27), lắc đều, để yên dung dịch cho đến khi dung dịch hết màu vàng của sắt (dung dịch chuyển sang không màu). Thêm tiếp vào bình 15 mL dung dịch diantipyrin metan 2 %, thêm nước cất tới vạch, lắc đều.

Sau 1 h đo độ hấp thụ quang ở bước sóng từ 400 nm đến 420 nm, dung dịch so sánh là dung dịch mẫu trắng, từ giá trị độ hấp thụ quang đo được, dựa vào đồ thị chuẩn tìm được lượng titan dioxit có trong 25 mL dung dịch 2.

### 7.8.3 Tính kết quả

Hàm lượng titan dioxit ( $\text{TiO}_2$ ), tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$\% \text{TiO}_2 = \frac{m_2}{m} \times 100$$

trong đó:

$m_2$ : Lượng titan dioxit tìm được từ đồ thị chuẩn, tính bằng gam (g);

$m$ : Lượng mẫu lấy để xác định titan oxit, tính bằng gam (g).

Chênh lệch cho phép giữa hai thí nghiệm tiến hành song song không vượt quá 0,04 %.

## 7.9 Xác định hàm lượng lưu huỳnh trioxit ( $\text{SO}_3$ )

### 7.9.1 Nguyên tắc

Xác định hàm lượng lưu huỳnh trioxit ( $\text{SO}_3$ ) từ dung dịch 1 (7.2). Sau đó kết tủa sunfat dưới dạng bari sunfat trong môi trường axit. Nung kết tủa ở nhiệt độ  $950 \text{ }^\circ\text{C} \pm 50 \text{ }^\circ\text{C}$  từ đó tính được ra hàm lượng lưu huỳnh trioxit ( $\text{SO}_3$ ) có trong mẫu thử.

### 7.9.2 Cách tiến hành

Lấy dung dịch 1 (7.2) xác định hàm lượng cần không tan trong axit cho vào cốc thủy tinh dung tích 250 mL. Đun sôi nhẹ dung dịch này đồng thời đun nóng dung dịch bari clorua 10 % (4.14).

Cho từ từ 10 mL dung dịch bari clorua 10 % (4.14) vào cốc, khuấy đều, tiếp tục đun nhẹ trong vòng 5 min. Để yên kết tủa nơi ấm (từ  $40 \text{ }^\circ\text{C}$  đến  $50 \text{ }^\circ\text{C}$ ) từ 4 h đến 8 h để kết tủa lắng xuống.

Lọc kết tủa qua giấy lọc không tro cháy chậm, rửa kết tủa và giấy lọc 5 lần bằng dung dịch axit clohydric (5 + 95) (4.18) đã đun nóng. Tiếp tục rửa với nước cất đun sôi cho đến hết ion  $\text{Cl}^-$  (thử bằng dung dịch  $\text{AgNO}_3$  0,5 %).

Chuyển giấy lọc và kết tủa vào chén sứ đã nung, cân đến khối lượng không đổi. Sấy và đốt cháy giấy lọc trên bếp điện. Nung ở nhiệt độ  $950 \text{ }^\circ\text{C} \pm 50 \text{ }^\circ\text{C}$  trong 60 min.

Lấy chén ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng, cân, nung, lại ở nhiệt độ trên đến khối lượng không đổi.

### 7.9.3 Tính kết quả

Hàm lượng anhydric sunfuric ( $\text{SO}_3$ ), tính bằng phần trăm (%), theo công thức:



$$\%SO_3 = 0,3430 \times \frac{m_{10} - m_{11}}{m} \times 100$$

trong đó:

$m_{10}$  : Khối lượng chén có kết tủa, tính bằng gam (g);

$m_{11}$  : Khối lượng chén không, tính bằng gam (g);

$m$  : Khối lượng mẫu lấy để xác định  $SO_3$ , tính bằng gam (g);

0,3430 : Hệ số chuyển từ  $BaSO_4$  sang  $SO_3$ .

Chênh lệch cho phép giữa hai thí nghiệm tiến hành song song không vượt quá 0,04 %.

## 7.10 Xác định hàm lượng clorua ( $Cl^-$ )

### 7.10.1 Nguyên tắc

Kết tủa clorua bằng bạc nitrat ( $AgNO_3$ ), chuẩn độ lượng bạc nitrat dư bằng amoni sunfocyanua.

### 7.10.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 2 g mẫu (Điều 6.2) chính xác đến 0,0001 gam cho vào cốc thủy tinh dung tích 250 mL, tẩm ướt mẫu bằng nước cất, thêm vào cốc 50 mL dung dịch axit nitric 10 % (4.9). Đun sôi để hoà tan mẫu, làm nguội, pha loãng dung dịch đến khoảng 150 mL bằng nước. Thêm chính xác 5 mL dung dịch bạc nitrat 0,1 N (4.34) và từ 1 mL đến 2 mL dung dịch amoni sắt (III) sunfat  $NH_4Fe(SO_4)_2$ , chuẩn độ lượng bạc nitrat dư bằng dung dịch tiêu chuẩn amoni sunfocyanua 0,1 N (4.35) cho đến khi dung dịch xuất hiện màu nâu đỏ.

Làm song song một thí nghiệm trắng để hiệu chỉnh lượng ion clo có trong thuốc thử, ghi thể tích đã tiêu tốn là ( $V_{03}$ ).

### 7.10.3 Tính kết quả

Hàm lượng clo ( $Cl^-$ ), tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$\%Cl^- = 0,003546 \times \frac{V_{03} - V_3}{m} \times 100$$

trong đó:

$V_{03}$ : Thể tích dung dịch tiêu chuẩn  $NH_4SCN$  0,1 N tiêu tốn khi chuẩn mẫu trắng, tính bằng mililit (mL);

$V_3$ : Thể tích dung dịch tiêu chuẩn  $NH_4SCN$  0,1 N tiêu tốn khi chuẩn mẫu thử, tính bằng mililit (mL);

$m$ : Lượng cân mẫu thử, tính bằng gam (g);

0,003546: Khối lượng clo ( $Cl^-$ ) tương ứng với 1 mL dung dịch  $NH_4SCN$  0,1 N, tính bằng gam (g).

Chênh lệch cho phép giữa hai thí nghiệm tiến hành song song không vượt quá 0,02 %.

**7.11 Xác định hàm lượng kali oxit ( $K_2O$ ) và natri oxit ( $Na_2O$ )**

Theo mục 7.16 tiêu chuẩn TCVN 141:2008.

**8 Báo cáo thử nghiệm**

Báo cáo thử nghiệm cần nêu được các thông tin sau:

- Các thông tin cần thiết để nhận biết mẫu thử một cách đầy đủ;
  - Các bước tiến hành thử khác với qui định của tiêu chuẩn này (ghi rõ tài liệu viện dẫn);
  - Các kết quả thử (trong đó kết quả xác định hàm lượng kali oxit và natri oxit theo mục 7.16 TCVN 141:2008);
  - Các tình huống có ảnh hưởng đến kết quả thử;
  - Ngày, tháng, năm tiến hành thử nghiệm.
-