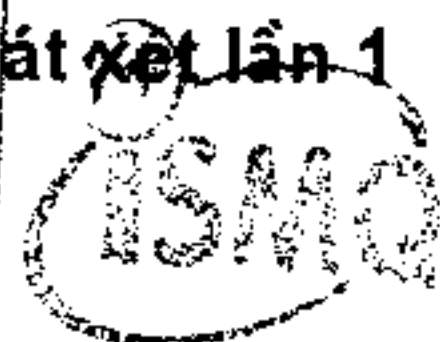


**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 5815 : 2001**

Soát xét lần 1



Địa chỉ: 8 Hoàng Quốc Việt, Cầu Giấy, Hà Nội

Tel: (84-4) 37564268 - Fax: (84-4) 37564269

Website: www.tcvninfo.org.vn

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

## **PHÂN HỖN HỢP NPK – PHƯƠNG PHÁP THỬ**

*Mixed fertilizer NPK – Methods of test*

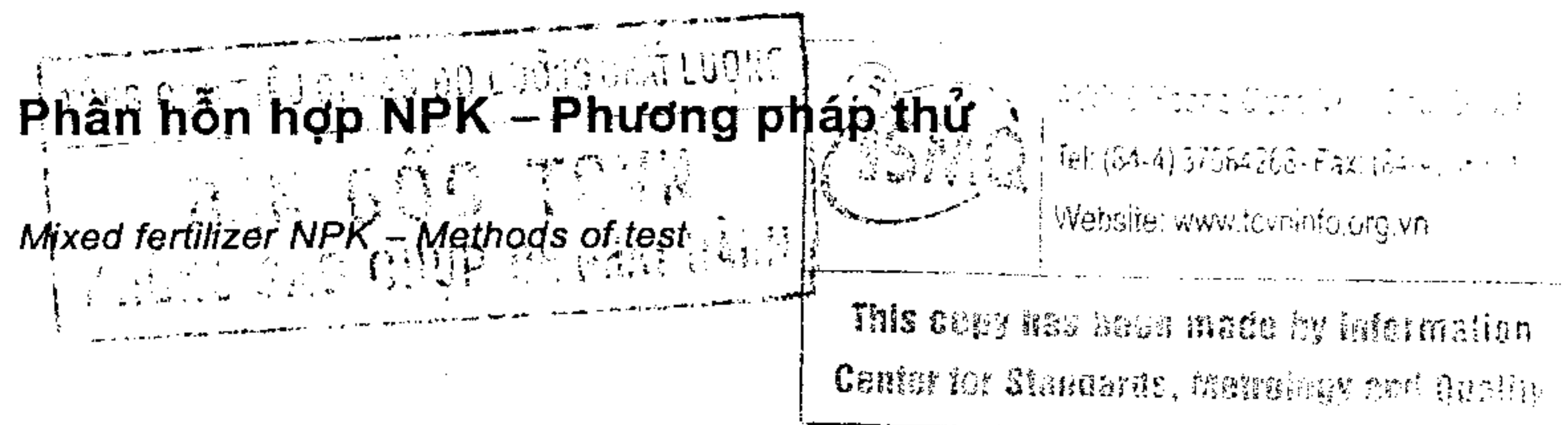
**HÀ NỘI – 2008**

## **Lời nói đầu**

TCVN 5815 : 2001 thay thế cho TCVN 5815 : 1994

TCVN 5815 : 2001 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC134/SC3 "Phân vô cơ" biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường (nay là Bộ Khoa học và Công nghệ) ban hành.

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.



## 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định các thành phần cơ bản của phân hỗn hợp NPK.

## 2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 4851 - 89 (ISO 3696 - 1987) Nước dùng cho phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật.

TCVN 2309 - 78 Thuốc thử. Phương pháp xác định hàm lượng nước.

## 3 Quy định chung

### 3.1 Lấy mẫu và xử lý mẫu

Mẫu thử được lấy từ 1% số bao của lô sao cho đại diện cho cả lô hàng, nhưng không ít hơn 5 bao đối với lô hàng nhỏ.

Trộn đều NPK ở mỗi bao đã lấy, sau đó rút gọn theo phương pháp chia tư để có 1 kg (mẫu riêng) từ mỗi bao. Trộn đều các mẫu riêng và rút gọn theo phương pháp chia tư để có mẫu thí nghiệm trung bình khoảng 2 kg, đại diện cho cả lô hàng.

Chia mẫu đại diện thành hai phần bằng nhau, cho vào hai túi PE, hàn hoặc buộc kín lại. Bên ngoài mỗi bao có nhãn ghi:

- tên cơ sở sản xuất;
- số hiệu của lô hàng được lấy mẫu;
- ngày, tháng, năm sản xuất;
- tên người lấy mẫu.

Lấy một mẫu đem phân tích, còn một mẫu dùng để lưu. Thời gian lưu mẫu không lớn hơn 6 tháng.

## TCVN 5815: 2001

3.2 Hoá chất dùng để phân tích phải là loại TKHH hoặc TKPT.

3.3 Nước dùng trong các phép thử theo TCVN 4851 - 89 (ISO 3696 : 1987), hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

3.4 Các dung dịch nếu không có quy định khác là dung dịch trong nước.

## 4 Xác định hàm lượng nitơ

### 4.1 Nguyên tắc

Khử nitơ dạng nitrat trong phân NPK thành amoni bằng hỗn hợp khử Dewarda hay bột kim loại crom trong môi trường axit. Chuyển hoá nitơ dạng hữu cơ và urê thành amoni sunfat bằng axit sunfuric và chất xúc tác. Cất amoni từ dung dịch kiềm và hấp thụ vào một lượng dư dung dịch tiêu chuẩn axit sunfuric. Chuẩn độ lượng axit dư bằng dung dịch tiêu chuẩn natri hidroxit với sự có mặt của chỉ thị màu.

### 4.2 Hoá chất và thuốc thử

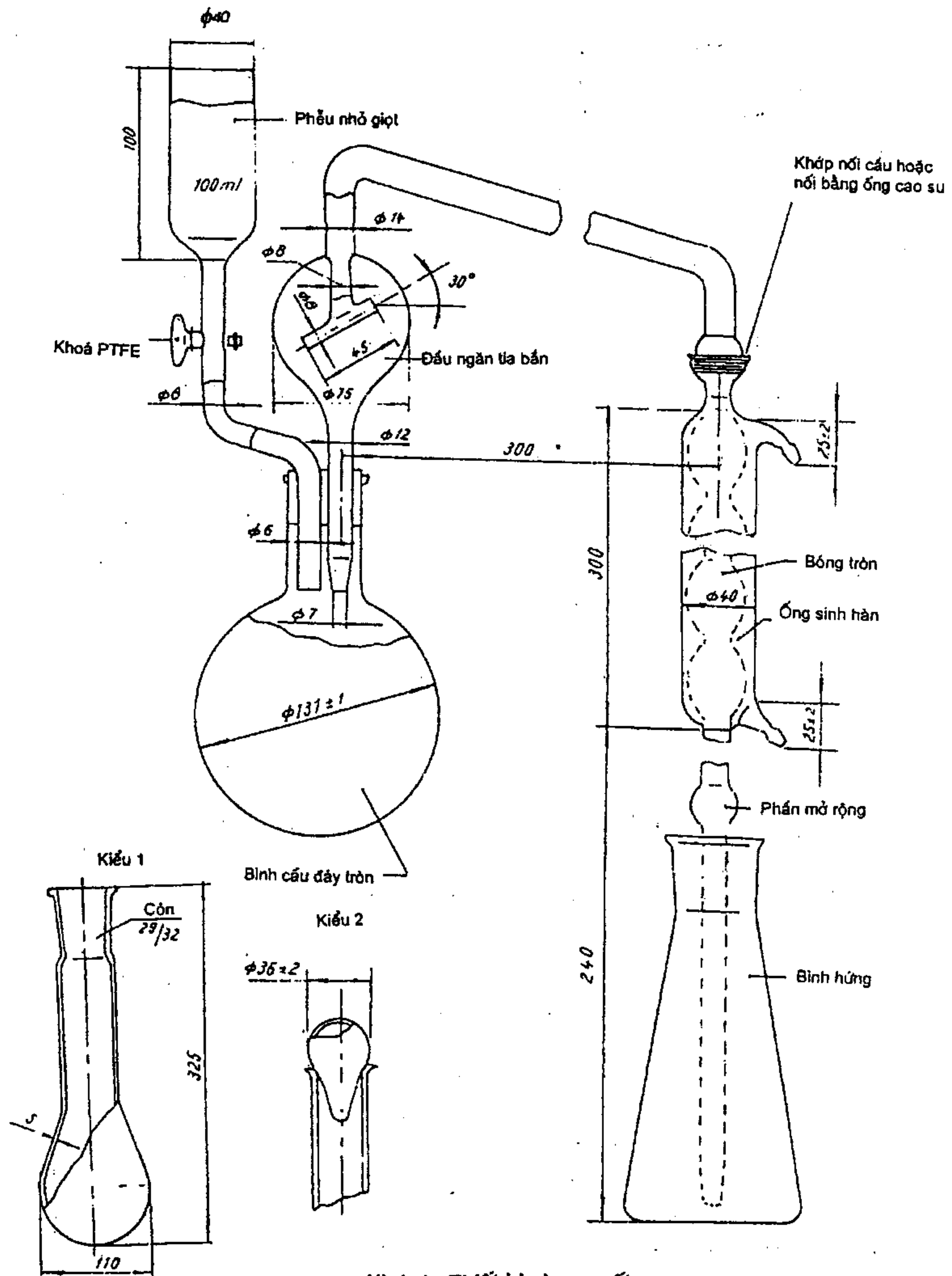
- hỗn hợp khử (hỗn hợp Dewarda, bột kim loại crom...);
- đá bọt;
- chất chống tạo bọt: parafin hoặc dầu silicon;
- hỗn hợp xúc tác: 1000g kali sunfat ( $K_2SO_4$ ) trộn với 100 g đồng (II) sunfat ngậm 5 phân tử nước ( $CuSO_4 \cdot 5 H_2O$ ), nghiền nhỏ;
- axit sunfuric đậm đặc:  $d = 1,84$  và các dung dịch tiêu chuẩn : 0,1 N; 0,2 N và 0,5 N;
- axit clohidric,  $d = 1,18$ ;
- natri hidroxit, dung dịch 400 g/l và dung dịch tiêu chuẩn 0,1 N;
- hỗn hợp chỉ thị: hoà tan 0,1 g metyl đỏ vào 50 ml rượu etylic, thêm vào 0,05 g metylen xanh, lắc cho tan hết, thêm rượu etylic cho đủ 100 ml và lắc đều;
- giấy chỉ thị pH.

### 4.3 Dụng cụ và thiết bị

Các dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm và:

Bình phân huỷ mẫu: bình kندان(Kjeldahl) dung tích 500 hoặc 800 ml có nút thuỷ tinh rộng hình quả lê hoặc phễu thuỷ tinh nhỏ, có thể dùng bình kندان có dung tích nhỏ hơn khi không dùng với mục đích chưng cất.

Thiết bị chưng cất theo hình 1 hoặc một thiết bị tương đương gồm các chi tiết:



Hình 1 - Thiết bị chưng cất

## TCVN 5815: 2001

- bình kendan 500 - 800 ml hoặc bình cầu đáy tròn dung tích 1000 ml;
- đầu nút thuỷ tinh hình cầu để ngăn tia bắn;
- phễu nhỏ giọt dung tích 100 ml;
- ống sinh hàn làm nguội bằng nước;
- bình hứng: bình tam giác hoặc cốc thuỷ tinh dung tích 500 ml;
- buret 50 ml;
- bì thuỷ tinh đường kính 2 - 3 mm.

### 4.4 Tiến hành thử

4.4.1 Lượng mẫu thử: cân khoảng 0,5 g đến 2,0 g mẫu đã nghiền nhỏ, chính xác đến 0,0001 g, sao cho trong đó chứa không quá 60 mg nitơ dạng nitrat và 235 mg nitơ tổng.

4.4.2 Khử nitơ dạng nitrat thành amoni (bước này không cần thực hiện nếu biết trước trong mẫu thử nitơ chỉ tồn tại ở dạng amoni):

Chuyển lượng mẫu đã cân vào bình kendan, thêm 35 ml nước, thỉnh thoảng lắc đều trong vòng 10 phút cho tan hết các muối nitrat. Thêm 1,2 g hỗn hợp khử, 7 ml axit clohidric đặc, để yên 5 - 10 phút ở nhiệt độ phòng. Sau đó đun nóng bình khoảng 4 - 5 phút trên bếp điện đã điều chỉnh ở mức có thể đun sôi 250 ml nước từ nhiệt độ ban đầu là 25 °C trong vòng 7 - 8 phút. Lấy bình ra, để nguội.

4.4.3 Thuỷ phân mẫu (bước này có thể thay cho bước phân huỷ mẫu theo điều 4.4.4 nếu biết trước trong mẫu chỉ có nitơ ở dạng urê):

Cho cẩn thận vào bình kendan vài viên đá bọt và 25 ml axit sunfuric đặc (thao tác được thực hiện trong tủ hút), đậy bình bằng nút thuỷ tinh rồng hình quả lê hoặc phễu thuỷ tinh nhỏ. Đặt bình lên bếp điện đã được điều chỉnh ở mức có thể đun sôi 250 ml từ 25° C trong khoảng 20 - 30 phút. Đun sôi nhẹ và tiếp tục đun cho đến khi hết khói trắng thải ra, sau đó đun thêm 15 phút nữa. Để nguội dung dịch sau đó thêm cẩn thận 250 ml nước và tiếp tục để nguội dung dịch đến nhiệt độ phòng.

4.4.4 Phân huỷ mẫu (bước này chỉ cần thiết khi trong mẫu thử có chứa các nitơ hữu cơ ở các dạng khác với urê hoặc mẫu thử không biết rõ thành phần):

Đặt bình vào tủ hút, cho vào bình khoảng 20g hỗn hợp xúc tác. Thêm cẩn thận 30 ml axit sunfuric đậm đặc và 0,5 g chất chống tạo bọt. Đậy bình bằng nút thuỷ tinh rồng hình quả lê hoặc phễu thuỷ tinh nhỏ sau đó đặt bình lên bếp điện đã được điều chỉnh như điều 4.4.2, nếu nhiều bọt thì phải giảm bớt nhiệt. Khi hết bọt lại tăng thêm nhiệt và đun cho đến khi hết khói trắng thải ra. Thỉnh thoảng lắc bình và tiếp tục đun thêm 60 phút nữa hoặc cho đến khi dung dịch trong bình hoàn toàn sáng mẫu. Ngừng đun, để nguội, cho cẩn thận vào bình 250 ml nước và lại để nguội dung dịch tới nhiệt độ phòng.



## 4.4.5 Chung cất và chuẩn độ

Giữ nguyên dung dịch sau khi thuỷ phân hay được phân huỷ trong bình kندان hoặc chuyển toàn bộ chúng sang bình cầu (nếu dùng bình cầu để chung cất). Đối với mẫu chỉ chứa nitơ dưới dạng amoni thì cho thẳng lượng mẫu đã cân theo điều 4.4.1 vào bình chung cất và cho vào đó 250 ml nước. Cho vào bình vài viên bi thuỷ tinh và lắp thiết bị chung cất như hình 1.

Dùng buret cho vào bình hứng một lượng axit sunfuric tiêu chuẩn phụ thuộc vào tổng hàm lượng nitơ trong mẫu thử được xác định theo bảng sau:

Bảng 1 - Nồng độ axit sunfuric tiêu chuẩn tính theo tổng lượng nitơ

Lượng nitơ dự kiến có trong mẫu thử mg	Nồng độ dung dịch axit sunfuric N	Thể tích axit sunfuric ml	K
Nhỏ hơn 30	0,1	25	1
Từ 30 đến nhỏ hơn 50	0,1	40	1
Từ 50 đến nhỏ hơn 65	0,1	50	1
Từ 65 đến nhỏ hơn 80	0,2	35	2
Từ 80 đến nhỏ hơn 100	0,2	40	2
Từ 100 đến nhỏ hơn 125	0,2	50	2
Từ 125 đến nhỏ hơn 170	0,5	25	5
Từ 170 đến nhỏ hơn 200	0,5	30	5
Từ 200 đến 235	0,5	35	5

Thêm vào bình hứng 4 - 5 giọt hỗn hợp chỉ thị và lắp bình vào bộ chung cất sao cho đầu ra của ống sinh hàn thấp hơn bề mặt dung dịch axit, nếu cần cho thêm nước.

Dùng phễu nhỏ giọt rót vào bình chung cất 100 ml dung dịch natri hidroxit 400 g/l hoặc 20 ml nếu là mẫu không qua thuỷ phân hoặc phân huỷ, giữ lại khoảng 2 ml trong phễu. Tiến hành chung cất cho đến khi thu được khoảng 200 ml dung dịch ở bình hứng. Ngừng đun, tháo ống sinh hàn, dùng bình tia tráng rửa ống sinh hàn, nước rửa thu vào bình hứng.

Chuẩn độ lượng axit dư trong bình hứng bằng dung dịch tiêu chuẩn natri hidroxit 0,1 N đến khi màu dung dịch chuyển từ xanh tím sang xanh lá cây.

Tiến hành phép thử trắng trong cùng một điều kiện với cùng lượng các loại thuốc thử nhưng không có mẫu phân tích.

## 4.4.6 Tính kết quả

Tổng hàm lượng nitơ (N), được tính bằng phần trăm theo công thức:

$$[(KV_1 - V_2) - (V_3 - V_4)] \cdot 0,001401 \cdot 100$$

$$N (\%) = \frac{\quad}{m}$$

trong đó :

$K$  là hệ số phụ thuộc vào nồng độ axit sunfuric dùng để hấp thụ khi nồng độ khác 0,1 N;

$V_1$  là thể tích dung dịch axit sunfuric đã dùng để hấp thụ, tính bằng mililit;

$V_2$  là thể tích dung dịch natri hidroxyt 0,1 N dùng để chuẩn độ lượng axit dư trong mẫu phân tích, tính bằng mililit;

$V_3$  là thể tích dung dịch axit sunfuric 0,1 N dùng để hấp thụ mẫu trắng, tính bằng mililit;

$V_4$  là thể tích dung dịch natri hidroxyt 0,1 N dùng để chuẩn độ lượng axit dư trong mẫu trắng, tính bằng mililit;

$m$  là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam;

0,001401 là khối lượng nitơ tương ứng với 1 ml dung dịch axit sunfuric 0,1 N.

Kết quả phép thử là giá trị trung bình các kết quả của hai phép thử được tiến hành song song, sai lệch cho phép giữa chúng không được vượt quá 0,30 % giá trị tuyệt đối.

## 5 Xác định hàm lượng phospho penoxit ( $P_2O_5$ ) hữu hiệu

5.1 Phân huỷ mẫu bằng dung dịch axit xitric 2 % (phương pháp phân huỷ này áp dụng cho các loại phân hỗn hợp sản xuất từ phân lân canxi magiê).

### 5.1.1 Thuốc thử, dụng cụ và thiết bị

Các dụng cụ thông thường dùng trong phòng thí nghiệm và:

- axit xitric , dung dịch 2 %;
- cối chày sứ (hoặc cối sắt);
- bình định mức dung tích 250 ml;
- máy lắc;
- cân phân tích, chính xác đến 0,0001g.

### 5.1.2 Tiến hành phân huỷ mẫu

Cân khoảng 2g mẫu (chính xác đến 0,0001 g) vào cối sứ và nghiền nhỏ (nếu phân hỗn hợp NPK sử dụng phân lân nung chảy dạng cục chưa nghiền thì trước khi cân phải nghiền nhỏ mẫu bằng cối sắt), thêm vào cối khoảng 1 ml dung dịch axit xitric và nghiền thêm vài phút, sau đó thêm 25 ml dung dịch axit xitric và khuấy đều dung dịch. Để lắng rồi gạn phần dung dịch trong vào bình định mức dung tích 250 ml qua phễu lọc thủy tinh. Tiếp tục nghiền thêm hai lần như thế (mỗi lần thêm 25 ml dung dịch axit xitric sau khi nghiền) rồi chuyển toàn bộ lượng cặn vào bình, tráng chày và cối cũng bằng dung dịch axit xitric và thu hết nước rửa vào bình. Toàn bộ lượng axit xitric được



dùng khoảng 200 ml. Đậy kín bình và lắc trên máy lắc ít nhất 30 phút cho tan hết mẫu, sau đó định mức bằng nước, lắc đều và lọc dung dịch qua giấy lọc bằng xanh, bỏ phần đầu của dung dịch lọc. Dung dịch đã lọc được dùng để xác định  $P_2O_5$  hữu hiệu.

5.2 Phân huỷ mẫu bằng dung dịch petecman (phương pháp phân huỷ này được áp dụng cho các loại phân hỗn hợp được sản xuất từ supe photphat).

#### 5.2.1 Thuốc thử, dung dịch và thiết bị

- amoniac, dung dịch 10 %. Xác định lượng dung dịch amoniac 10 % để pha 1 lít dung dịch Petecman như sau:

Dùng pipet hút 10 ml dung dịch amoniac 10 % vào bình định mức dung tích 500 ml đã chứa sẵn 400 - 450 ml nước, thêm nước đến vạch, lắc đều. Dùng pipet hút tiếp 25 ml dung dịch trên vào bình tam giác dung tích 250 ml đã có sẵn 25 - 50 ml nước và chuẩn độ bằng dung dịch axit sunfuric 0,1 N với 2 - 3 giọt chỉ thị metyl đỏ đến khi xuất hiện màu hồng.

Lượng amoniac cần thiết để chuẩn bị 1 lít dung dịch petecman (X), tính bằng mililit theo công thức:

$$X = \frac{42 \cdot 10 \cdot 25}{V \cdot 0,0014 \cdot 500}$$

trong đó:

V là thể tích dung dịch axit sunfuric chuẩn 0,1 N tiêu tốn để chuẩn độ, tính bằng mililit;

0,0014 là lượng nitơ tương ứng 1 ml dung dịch chuẩn 0,1 N, tính bằng gam;

42 là lượng nitơ dạng amoni chứa trong 1 ml dung dịch petecman, tính bằng gam;

- axit xitric tinh thể;
- dung dịch axit sunfuric tiêu chuẩn 0,1 N;
- metyl đỏ, dung dịch 0,1 % trong rượu etylic;
- dung dịch petecman chứa 173 gam axit xitric và 42 gam nitơ dạng amoni trong 1 lít dung dịch được chuẩn bị như sau :

Rót vào bình thủy tinh có vạch mức 1 lít lượng dung dịch amoniac 10 % (X) đã tính ở trên. Cân 173 g axit xitric vào cốc, hoà tan bằng 200 - 250 ml nước nóng, để nguội dung dịch đến nhiệt độ phòng sau đó rót từ từ dung dịch axit xitric qua phễu vào bình chứa dung dịch amoniac, cần phải làm lạnh bình chứa dung dịch để nhiệt độ không quá nóng. Sau khi đã chuyển hết axit xitric vào bình, tráng phễu bằng nước, nước tráng cũng được thu vào bình đựng dung dịch petecman, lắc đều. Để nguội dung dịch, thêm nước đến vạch, lại lắc đều dung dịch và để yên hai ngày trước khi đem sử dụng;

- bình định mức dung tích 250 ml;

## TCVN 5815: 2001

- cối chày sứ;
- bếp cách thủy.

### 5.2.2 Tiến hành phân huỷ mẫu:

Cân khoảng 2,0 đến 2,5 g mẫu, chính xác đến 0,0001 g và nghiền nhỏ trong cối sứ, thêm 25 ml dung dịch petecman và lại tiếp tục nghiền vài phút. Để lắng phần cặn rồi gạn phần dung dịch trong vào bình định mức 250 ml qua phễu thuỷ tinh. Tiếp tục nghiền thêm ba lần, mỗi lần với 25 ml dung dịch petecman. Sau đó chuyển toàn bộ cặn trên phễu và trong cối vào bình định mức. Tráng rửa chày, cối, phễu bằng dung dịch petecman vào bình mức, toàn bộ lượng dung dịch petecman được dùng là 200 ml. Nhúng bình vào bếp cách thủy đã được ổn nhiệt ở nhiệt độ  $60^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ . Sau 15 phút lấy bình ra lắc đều và lại để ổn nhiệt thêm 15 phút nữa. Sau đó lấy ra để nguội đến nhiệt độ phòng, thêm nước đến vạch lắc đều và lọc qua giấy lọc băng xanh, bỏ phần dung dịch lọc đầu. Dịch lọc dùng để xác định  $\text{P}_2\text{O}_5$  hữu hiệu.

5.3 Phân huỷ mẫu theo phương pháp hai bước (phương pháp áp dụng cho các loại phân hỗn hợp không rõ thành phần hoặc chứa nhiều các dạng lân khác nhau).

#### 5.3.1 Thuốc thử, dung dịch và thiết bị:

Các dụng cụ thông thường dùng trong phòng thí nghiệm và:

- axit xitric, dung dịch 2 % ;
- dung dịch petecman, chuẩn bị theo điều 5.2;
- bình định mức dung tích 250 ml;
- bếp cách thủy.

#### 5.3.2 Tiến hành phân huỷ mẫu

Cân khoảng 2,5 g mẫu chính xác đến 0,0001 g vào cối sứ và nghiền nhỏ (nếu phân hỗn hợp NPK sử dụng phân lân nung chảy dạng cục chưa nghiền thì trước khi cân phải nghiền nhỏ mẫu bằng cối sắt), thêm 20 ml dung dịch axit xitric 2 % và tiếp tục nghiền. Để lắng cặn rồi gạn phần dung dịch trong qua phễu lọc thuỷ tinh vào bình mức dung tích 250 ml. Tiếp tục nghiền cặn trên cối hai lần, mỗi lần với 20 ml dung dịch axit xitric 2 % . Sau đó chuyển toàn bộ cặn trên cối vào bình định mức, tráng rửa chày, cối và phễu cũng bằng dung dịch axit xitric. Toàn bộ lượng axit xitric được dùng là 200 ml. Đậy nút bình và lắc bình trên máy lắc ít nhất 30 phút, lọc dung dịch qua giấy lọc băng xanh vào một bình định mức dung tích 250 ml khác. Tráng và rửa cặn bằng khoảng 40 ml nước, thu toàn bộ nước rửa vào bình định mức đựng dung dịch lọc. Khi đã chảy hết dung dịch trên giấy lọc, thêm nước đến vạch và lắc đều (dung dịch A).

Chuyển giấy lọc chứa cặn vào bình định mức đã sử dụng để phân huỷ mẫu, thêm vào 100 ml dung dịch petecman, đậy nút bình, lắc mạnh cho giấy lọc tan thành sợi. Đặt bình vào bếp cách thủy đã

được ổn nhiệt ở nhiệt độ  $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Sau 15 phút lấy bình ra lắc đều và lại để ổn nhiệt thêm 15 phút nữa. Sau đó lấy ra để nguội đến nhiệt độ phòng, thêm nước đến vạch, lắc đều và lọc qua giấy lọc bằng xanh, bỏ phần dung dịch lọc đầu (dung dịch B).

Khi tiến hành thử lấy từ dung dịch A và B những lượng bằng nhau.

#### 5.4 Xác định hàm lượng $\text{P}_2\text{O}_5$ hữu hiệu bằng phương pháp khối lượng (phương pháp trọng tài)

Chú thích – Phụ lục A giới thiệu phương pháp nhanh xác định hàm lượng  $\text{P}_2\text{O}_5$  hữu hiệu.

##### 5.4.1 Nguyên tắc

Phương pháp dựa trên việc kết tủa ion photphat bằng hỗn hợp muối magie dưới dạng magie - amoni photphat và nung, cân kết tủa dạng  $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ .

##### 5.4.2 Thuốc thử, dung dịch và thiết bị:

- amoni hidroxit, dung dịch 2,5; 10 và 25 %;
- amoni clorua, tinh thể;
- magie clorua, tinh thể;
- axit clohidric, dung dịch 20 %;
- phenolphtalein, dung dịch 1 % trong rượu etylic;
- hỗn hợp magie kiểm tính: hoà tan 70 g amoni clorua và 55 g magie clorua trong 500 ml nước, thêm 250 ml dung dịch amoni hidroxit 10 %, thêm nước đến 1 lít, lắc đều, để qua đêm rồi lọc dung dịch;
- amoni xitrat, dung dịch 50 %: hoà tan 500 g axit xitric trong 600 ml dung dịch amoni hidroxit 25 %. Dung dịch phải trung tính theo metyl đỏ, thêm nước đến 1 lít, lắc và rồi lọc;
- lò nung.

##### 5.4.3 Tiến hành thử

Dùng pipet hút 50 ml dung dịch đã được chuẩn bị theo các điều 5.1; 5.2; hoặc 50 ml dung dịch A và 50 ml dung dịch B theo điều 5.3 vào cốc dung tích 250 ml. Thêm vào cốc 20 ml axit clohidric và đun sôi 15 - 20 phút. Sau đó thêm nước đến 50 ml (trường hợp dung dịch chuẩn bị theo điều 5.3 thì không cần thêm nước). Thêm 10 ml amoni xitric và trung hoà dung dịch bằng dung dịch amoni hidroxit 10 % theo chỉ thị phenolphtalein. Vừa khuấy vừa thêm vào cốc 35 ml hỗn hợp magie. Sau 10 - 15 phút thêm vào 20 ml dung dịch amoni hidroxit 25 % và tiếp tục khuấy thêm 30 phút nữa hoặc để yên dung dịch ít nhất là 4 giờ nhưng không quá 18 giờ. Nếu khuấy liên tục thì sau đó để yên dung dịch 30 - 40 phút rồi lọc dung dịch qua giấy lọc không tàn, bằng xanh có đường kính 9 - 11 cm.

## TCVN 5815: 2001

Chuyển định lượng toàn bộ kết tủa lên giấy lọc bằng dung dịch amoni hidroxit 2,5 %, tráng kỹ thành và đáy cốc cũng bằng dung dịch đó, sau đó tiếp tục rửa kết tủa trên giấy lọc thêm 3 - 4 lần nữa. Tổng lượng dung dịch amoni hidroxit dùng để rửa khoảng 100 - 125 ml.

Giấy lọc chứa kết tủa được chuyển vào chén nung đã được nung ở nhiệt độ 900 - 950 °C đến khối lượng không đổi và đã được cân với độ chính xác 0,0001 g. Tro hoá ở 300 - 500 °C đến khi giấy lọc cháy hoàn toàn và tiếp tục nung trong lò ở nhiệt độ 900 - 950 °C cho tới khi kết tủa trắng hoàn toàn. Lấy chén nung ra, để nguội chén trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,0001 g.

Mẫu trắng được tiến hành đồng thời trong cùng một điều kiện với cùng một lượng các dung dịch và thuốc thử nhưng không chứa mẫu cần xác định.

### 5.4.4 Tính kết quả

Hàm lượng  $P_2O_5$  hữu hiệu, tính bằng phần trăm theo công thức:

$$P_2O_5 (\%) = \frac{(m - m_1) \cdot 250 \cdot 0,638}{50 \cdot m_2} \times 100$$

trong đó:

m là khối lượng kết tủa của mẫu phân tích, tính bằng gam;

$m_1$  là khối lượng kết tủa mẫu trắng, tính bằng gam;

$m_2$  là khối lượng mẫu cân, tính bằng gam;

0,638 là hệ số chuyển đổi từ  $Mg_2P_2O_7$  sang  $P_2O_5$ .

Kết quả của phép thử là giá trị trung bình các kết quả của hai lần thử được tiến hành song song, sai lệch cho phép giữa chúng không được vượt quá 0,2 % giá trị tuyệt đối.

## 6 Xác định hàm lượng kali bằng phương pháp quang kế ngọn lửa

### 6.1 Nguyên tắc

Phương pháp dựa trên việc đo cường độ phát quang của kali bằng máy quang kế ngọn lửa.

### 6.2 Thiết bị, thuốc thử và dung dịch:

- máy quang kế ngọn lửa;
- kali clorua, TKHH;
- axit clohidric, dung dịch 2 N;
- dung dịch tiêu chuẩn chứa 1 mg kali trong 1 ml (dung dịch A): cân 1,9068 g kaliclorua đã sấy khô ở 110 °C (chính xác đến 0,0001 g) vào bình định mức dung tích 1000 ml, hoà tan bằng nước, định mức đến vạch và lắc kỹ.

Tuỳ thuộc vào độ nhạy của máy (theo hướng dẫn sử dụng) mà giữ nguyên dung dịch tiêu chuẩn A hay pha loãng thành dung dịch tiêu chuẩn B, sau đó lấy đầy dung dịch tiêu chuẩn phù hợp vào các bình định mức 100 ml, thêm 5 ml dung dịch HCl 2N vào mỗi bình, thêm nước đến vạch mức và lắc kỹ.

### 6.3 Dụng đồ thị chuẩn

Đo cường độ phát quang của các dung dịch tiêu chuẩn trên máy quang kế ngọn lửa. Dụng đồ thị tương quan giữa nồng độ các dung dịch tiêu chuẩn với giá trị cường độ phát quang đo được trên máy, giá trị mỗi điểm là giá trị trung bình của ba lần đo.

### 6.4 Tiến hành thử

Cân khoảng 0,5g mẫu chính xác đến 0,0001g vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm vào khoảng 200 ml nước, lắc kỹ, sau đó định mức, lắc kỹ và lọc dung dịch vào bình nón đã được sấy khô, bỏ phần đầu của dung dịch lọc.

Hút 5 ml dung dịch lọc (nếu giá trị cường độ phát quang vượt đồ thị chuẩn thì cần pha loãng mẫu một lần nữa) vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm 5 ml dung dịch axit clohidric 2N, thêm nước đến vạch, lắc đều. Đo cường độ phát quang của dung dịch trên máy quang kế ngọn lửa, nồng độ kali trong dung dịch tìm ra từ đồ thị chuẩn. Lặp lại phép đo để thu được kết quả lần thứ hai.

### 6.5 Tính kết quả

Hàm lượng kali được chuyển đổi ra  $K_2O$  được tính bằng phần trăm theo công thức:

$$K_2O (\%) = \frac{C_1 + C_2}{2} \times \frac{250 \cdot 1,205}{m \cdot 5} \times 100$$

trong đó:

$C_1$  và  $C_2$  là hàm lượng kali tìm được theo đồ thị chuẩn của hai lần đo, tính bằng miligam;

$m$  là khối lượng mẫu cân, tính bằng miligam;

1,205 là hệ số chuyển đổi từ  $K^+$  sang  $K_2O$ .

Kết quả của phép thử là giá trị trung bình của các kết quả của hai lần thử tiến hành song song, sai lệch giữa các kết quả đó không được phép vượt quá 5 % giá trị tương đối.

## 7 Xác định hàm lượng nước

Xác định hàm lượng nước bằng thuốc thử Karl Fische.

Cân khoảng 0,3g đến 0,5 g mẫu chính xác đến 0,0001g và tiến hành thử theo TCVN 2309 - 78.



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

8.1 Nguyên tắc: Nung mẫu bằng hỗn hợp kiềm cacbonat, lọc silic ở dạng H<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>, nung và cân silic ở dạng SiO<sub>2</sub>.

8.2 Thuốc thử, dụng cụ và thiết bị:

- hỗn hợp nung chảy KNaCO<sub>3</sub> khan, loại TKPT;
- axit clohidric, loại đậm đặc và dung dịch 1+1;
- chén sứ nung và chén platin;
- lò nung.

8.3 Tiến hành thử

Cân khoảng 1 g mẫu chính xác đến 0,0001 g vào chén platin đã lót sẵn vài gam hỗn hợp nung chảy. Phủ lên trên mẫu khoảng 10 g nữa và cho chén vào lò nung, nung mẫu ở nhiệt độ 950°C trong khoảng 30 phút cho tới khi mẫu trở thành khối nung chảy trong suốt là được. Lấy chén nung ra khỏi lò, để nguội, chuyển khối nung chảy vào cốc thủy tinh chịu nhiệt và thêm từng lượng nhỏ dung dịch HCl 1+1 cho tan hết khối nung chảy. Sau đó cho dư thêm 20 ml dung dịch HCl đậm đặc. Đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ và cô dung dịch trên bếp cách cát cho tới khi hết hơi nước đọng trên mặt kính (trong thời gian cô thỉnh thoảng khuấy đều mẫu) và cô thêm 30 phút nữa. Để nguội, cho vào cốc 20 ml dung dịch HCl đặc, khuấy đều và đun sôi như dung dịch, thêm khoảng 50 ml nước và đun cho tan hết các muối kết tinh. Lọc dung dịch qua giấy lọc không tàn bằng vàng vào bình định mức dung tích 250 ml, dùng bình tia chứa nước nóng chuyển định lượng kết tủa từ cốc sang phễu chứa giấy lọc. Dùng một mẫu giấy lọc bằng vàng để lau đĩa thủy tinh cũng như thành cốc cho hết kết tủa bám dính sau đó chuyển hết kết tủa sang giấy lọc. Tráng cốc thêm vài lần bằng nước nóng và tiếp tục rửa kết tủa trên giấy lọc cho đến khi hết môi trường axit trên giấy lọc theo giấy pH vạn năng. Để nguội dung dịch, thêm nước đến vạch, lắc kỹ được dung dịch A.

Cho giấy lọc chứa kết tủa vào chén platin hoặc chén sứ đã nung và cân đến khối lượng không đổi (G<sub>1</sub>). Đốt cháy giấy lọc trên bếp điện sau đó cho chén vào lò, nung ở nhiệt độ 950 °C trong vòng 1 giờ, gắp chén ra và để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân (được khối lượng G<sub>2</sub>).

8.4 Tính kết quả

Hàm lượng silic dioxit được tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$\text{SiO}_2(\%) = \frac{(G_2 - G_1) \cdot 100}{m}$$

trong đó:

G<sub>1</sub> là khối lượng chén không, tính bằng gam;

G<sub>2</sub> là khối lượng chén và kết tủa, tính bằng gam;



$m$  là khối lượng mẫu cân, tính bằng gam.

Kết quả phép thử là giá trị trung bình các kết quả của hai lần thử được tiến hành song song, sai lệch giữa chúng không được vượt quá 0,30% giá trị tuyệt đối.

## 9 Xác định hàm lượng canxi oxit (CaO) và magie oxit(MgO)

Chú thích – Phụ lục B giới thiệu phương pháp nhanh xác định hàm lượng CaO và MgO.

9.1 Nguyên tắc: Xác định canxi và magie trong mẫu bằng phương pháp chuẩn độ với trilon B sau khi đã tách khỏi ion photphat trong mẫu qua cột trao đổi cationit và các oxit  $R_2O_3$  bằng dung dịch amoniac.

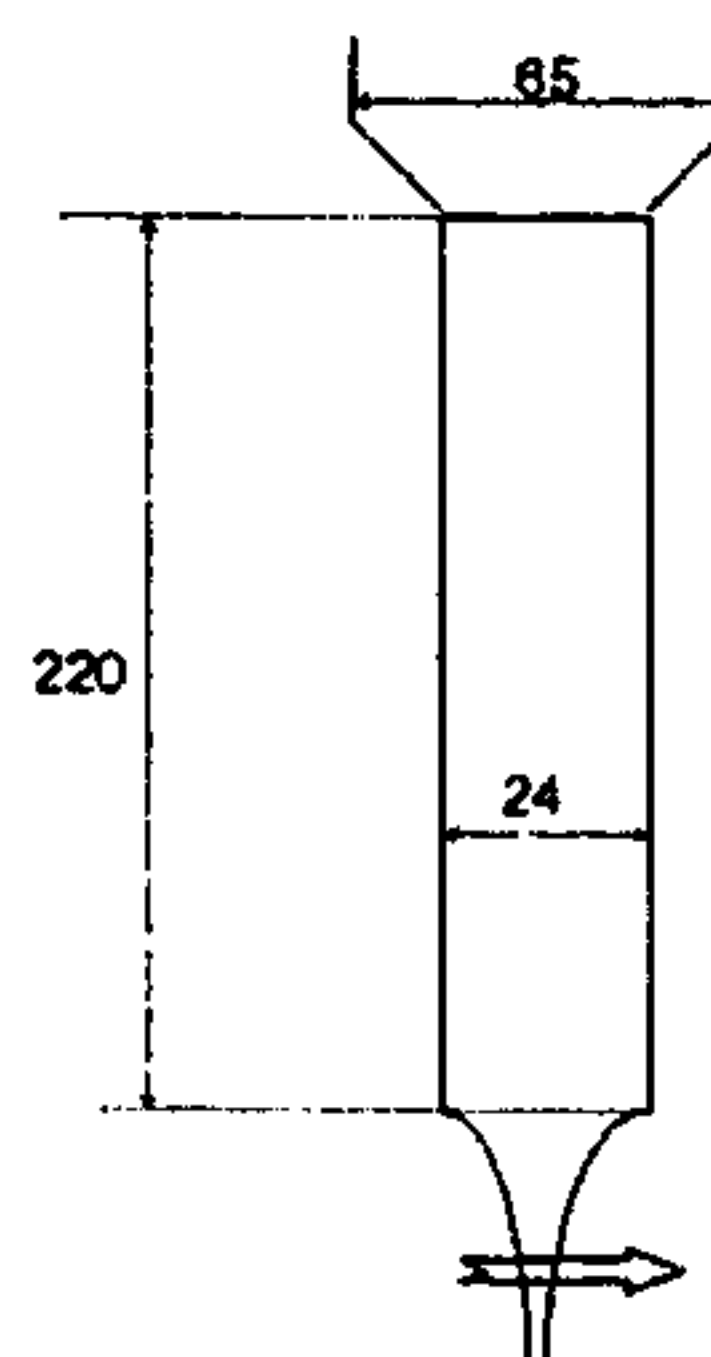
9.2 Dung dịch, thuốc thử và dụng cụ

9.2.1 Chuẩn bị cột cationit dạng  $Na^+$

9.2.1.1 Hoá chất và dụng cụ:

Các dụng cụ thông thường dùng trong phòng thí nghiệm và:

- cationit dạng axit mạnh (như KY 2);
- axit clohydric, dung dịch 10 %;
- natri clorua, dung dịch 5 %;
- chỉ thị metyl da cam, dung dịch 0,1% trong nước;
- cột trao đổi có kích thước như hình 2: Kích thước tính bằng milimét



Hình 2 - Sơ đồ cột trao đổi

## TCVN 5815: 2001

### 9.2.1.2 Chuẩn bị cột trao đổi dạng $\text{Na}^+$

Cân 40 g nhựa cationit vào cốc và dùng nước cất ngâm nhựa trong 24 giờ, sau đó dùng nước cất rửa sạch những chất lơ lửng bằng cách gạn. Nạp nhựa vào cột, lắc nhẹ cho hết bọt khí trong cột và cho qua cột dung dịch HCl 10% với tốc độ 8 - 10 ml/phút, lượng dung dịch axit được cho qua cột đến khi hết phản ứng định tính ion  $\text{Fe}^{+3}$  trong dung dịch chảy ra từ cột (phản ứng với amoni thioxyanat). Rửa cột bằng nước cất cho đến môi trường trung tính theo chỉ thị metyl da cam, sau đó đổi qua cột 250 ml dung dịch natri clorua 5% với tốc độ 8 - 10 ml/phút. Tiếp tục rửa cột bằng nước cất cho đến khi nước chảy ra có môi trường trung tính theo chỉ thị metyl da cam. Cột chứa nhựa trao đổi lúc này ở dạng  $\text{Na}^+$ .

### 9.2.2 Dung dịch và thuốc thử:

- trilon B (EDTA), dung dịch tiêu chuẩn 0,01 M: có thể pha từ ống tiêu chuẩn EDTA 0,01 M hoặc từ muối dinatri etylendiamin tetraxetat như sau: cân 3,75 g muối EDTA đã sấy khô, chính xác đến 0,001 g vào bình mức 1 lit. Định mức và lắc kỹ, xác định lại nồng độ theo dung dịch kẽm hoặc magie tiêu chuẩn 0,01 M;
- kali hidroxit, dung dịch 30%;
- kali xyanua, dung dịch 5 %;
- đệm amoni pH 10,6: Cân 54 g muối amoni clorua vào bình chứa dung tích 1 lit, thêm vào 350 ml dung dịch amoni hidroxit 25 % và 650 ml nước. Khuấy cho tan hết muối và lắc đều dung dịch;
- chỉ thị fluorexon 0,1 %: nghiền kỹ 0,1 g chỉ thị fluorexon với 100 g muối KCl;
- chỉ thị Eriomchrom T đen 0,1 % trong rượu etylic.

### 9.3 Chuẩn bị mẫu

Hút 100 ml dung dịch A được chuẩn bị theo điều 8.2 vào cốc dung tích 500 ml, pha loãng bằng nước đến thể tích khoảng 400 ml, khuấy đều rồi cho dung dịch qua cột trao đổi dạng  $\text{Na}^+$  với tốc độ 12 - 14 ml trong một phút. Tráng cốc vài lần và cũng cho nước tráng qua cột.

Dùng dung dịch axit HCl 10 % để rửa các ion canxi, magie và các kim loại khác, dung dịch axit cho qua cột với vận tốc 8 - 10 ml trong một phút cho đến hết phản ứng ion sắt (theo thioxyanat) và cho dư thêm 20 ml axit nữa. Hứng toàn bộ dung dịch vào cốc dung tích 250 ml, dùng amoniac 1+1 trung hoà đến bắt đầu kết tủa các hidroxit sắt nhôm rồi cho dư thêm 1 ml amoniac nữa. Đun sôi và cô nhẹ dung dịch để đuổi bớt amoniac dư (đến pH 9 theo giấy pH vạn năng), chú ý không cô cạn quá. Để nguội dung dịch, chuyển vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm nước đến vạch, lắc kỹ và lọc dung dịch vào bình nón đã sấy khô, bỏ phần dung dịch lọc đầu (dung dịch B).

### 9.4 Xác định tổng canxi và magie

Dùng pipet hút 50 ml dung dịch B vào cốc dung tích 250 ml; thêm 50 ml nước, 25 ml dung dịch đệm pH 10,6. Tiếp tục thêm 5ml dung dịch kali xianua, 2 - 3 giọt chỉ thị Eriochrom T đen và chuẩn độ bằng dung dịch Trilon B đến chuyển màu chỉ thị từ đỏ nho sang xanh sáng, ghi thể tích Trilon B đã dùng ( $V_1$ ). Đồng thời tiến hành chuẩn mẫu trắng như chuẩn mẫu với 100 ml nước và đầy đủ các thuốc thử như trên, ghi thể tích Trilon B tiêu tốn ( $V_2$ ).

#### 9.5 Xác định canxi

Dùng pipet hút 50 ml dung dịch B vào cốc dung tích 250 ml; thêm 50 ml nước, 15 ml dung dịch KOH 30%, 5 ml dung dịch kali xianua, 1 đến 1,5 g chỉ thị fluorexon và chuẩn độ bằng dung dịch Trilon B 0,01 M cho đến hết ánh huỳnh quang trên nền đen. Ghi thể tích dung dịch Trilon B đã dùng ( $V_3$ ). Đồng thời tiến hành chuẩn độ mẫu trắng với 100 ml nước cất và đầy đủ các thuốc thử như trên, ghi thể tích ( $V_4$ ).

#### 9.6 Tính kết quả

9.6.1 Hàm lượng canxi oxit được tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$\text{CaO (\%)} = \frac{0,00056 \cdot (V_3 - V_4)}{m} \times \frac{250 \cdot 250}{100 \cdot 50} \times 100$$

9.6.2 Hàm lượng magie oxit được tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$\text{MgO (\%)} = \frac{0,00040 \cdot [(V_1 - V_2) - (V_3 - V_4)]}{m} \times \frac{250 \cdot 250}{100 \cdot 50} \times 100$$

trong đó:

$V_1$  là thể tích dung dịch tiêu chuẩn Trilon B 0,01 M dùng để chuẩn độ tổng canxi và magie trong mẫu;

$V_2$  là thể tích dung dịch tiêu chuẩn Trilon B 0,01 M dùng để chuẩn độ tổng canxi và magie trong mẫu trắng;

$V_3$  là thể tích dung dịch tiêu chuẩn Trilon B 0,01 M dùng để chuẩn độ canxi trong mẫu;

$V_4$  là thể tích dung dịch tiêu chuẩn Trilon B 0,01 M dùng để chuẩn độ canxi trong mẫu trắng;

0,00056 là lượng gam CaO tương ứng với 1 ml dung dịch chuẩn Trilon B 0,01 M;

0,00040 là lượng gam MgO tương ứng với 1 ml dung dịch chuẩn Trilon B 0,01 M;

$m$  là khối lượng mẫu cân theo điều 8.3.

Kết quả phép thử là giá trị trung bình các kết quả của hai lần thử được tiến hành song song, sai số giữa chúng không được vượt quá 0,30 % giá trị tuyệt đối.

## 10 Xác định hàm lượng anhydrit sunfuric tổng(SO<sub>3</sub>)

10.1 Nguyên tắc: Tách sắt nhôm bằng amoniac, kết tủa và nung sunfat ở dạng BaSO<sub>4</sub>.

10.2 Thuốc thử, dung dịch và thiết bị

Các dụng cụ thông thường dùng trong phòng thí nghiệm và:

- axit clohidric, dung dịch 10%;
- amoniac, dung dịch 25 %;
- bari clorua, dung dịch 10%;
- metyl đỏ, dung dịch 0,1 %;
- chén nung;
- lò nung;

10.3 Tiến hành thử

Hút 100 ml dung dịch A đã được chuẩn bị theo điều 8.2 vào cốc dung tích 250 ml, đun sôi nhẹ và dùng dung dịch amoniacc 25 % kết tủa hoàn toàn sắt nhôm. Đun sôi dung dịch, để nguội rồi chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm nước đến vạch và lắc kỹ. Lọc dung dịch vào bình nón đã sấy khô, bỏ phần dung dịch đầu. Hút 100 ml dung dịch lọc vào cốc dung tích 250 ml, trung hoà bằng dung dịch axit clohidric 10 % theo metyl đỏ rồi cho dư thêm 2 ml axit nữa. Đặt cốc chứa dung dịch lên bếp điện, đun nóng tới 50 - 60 °C và vừa khuấy vừa cho vào 10 ml dung dịch bari clorua 10 %. Để yên trên bếp ấm khoảng 3 giờ rồi lọc kết tủa qua giấy lọc không tàn bằng xanh. Rửa kết tủa bằng nước nóng cho đến hết môi trường axit trên giấy lọc rồi chuyển giấy lọc chứa kết tủa vào chén nung đã nung và cân đến khối lượng không đổi (G<sub>1</sub>). Tro hoá giấy lọc rồi cho vào lò nung ở nhiệt độ 860 °C trong thời gian một giờ. Lấy chén ra, để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân với độ chính xác đến 0,0001 g (được khối lượng G<sub>2</sub>).

10.4 Tính kết quả

Hàm lượng SO<sub>3</sub> tổng được tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$SO_3(\%) = \frac{0,343.(G_2 - G_1)}{m} \times \frac{250 \cdot 250}{100 \cdot 100} \times 100$$

trong đó:

- G<sub>1</sub> là khối lượng chén không, tính bằng gam;
- G<sub>2</sub> là khối lượng chén và BaSO<sub>4</sub>, tính bằng gam;
- 0,343 là hệ số chuyển đổi BaSO<sub>4</sub> sang SO<sub>3</sub>;
- m là khối lượng mẫu cân.

Kết quả phép thử là giá trị trung bình các kết quả của hai lần thử được tiến hành song song, sai lệch giữa chúng không được vượt quá 0,2% giá trị tuyệt đối.

**Phụ lục A**  
(Tham khảo)

**Xác định hàm lượng  $P_2O_5$  hữu hiệu bằng phương pháp thể tích**  
(phương pháp nhanh)

**A.1 Nguyên tắc**

Phương pháp này dựa trên cơ sở kết tủa ion photphat dưới dạng photpho molipdat, sau đó hoà tan kết tủa bằng natri hidroxit và chuẩn độ lượng kiềm dư bằng dung dịch axit.

**A.2 Thuốc thử và dung dịch:**

- natri hidroxit, dung dịch 0,2 N;
- axit nitric,  $d = 1,4$  và dung dịch 6 N;
- axit sunfuric hoặc axit nitric tiêu chuẩn 0,2 N;
- phenolphtalein, dung dịch 1 % trong rượu etylic;
- kali nitrat, dung dịch 1 %;
- amoni hidroxit, dung dịch 10 %;
- diamoni photphat, dung dịch 10 %;
- amoni molipdat, dung dịch 3 %: hoà tan 27 g amoni nitrat; 26,3 g axit xitric và 34 g amoni molipdat trong 832 ml nước, khuấy cho tan hết, thêm 127 ml axit nitric ( $d = 1,4$ ), đun sôi, thêm 2 giọt diamoni photphat, khuấy đều, để nguội và để qua đêm, sau đó lọc qua giấy lọc bằng đỏ.

**A.3 Tiến hành thử**

Dùng pipet hút 50 ml dung dịch đã được chuẩn bị theo các điều 5.1 ; 5.2; hoặc 50 ml dung dịch A và 50 ml dung dịch B theo điều 5.3 vào cốc dung tích 250 ml, thêm 5 ml axit nitric  $d = 1,4$  rồi đun sôi nhẹ 5 phút, để nguội dung dịch rồi nhỏ vào dung dịch từng giọt dung dịch amoni hidroxit cho đến khi bắt đầu có kết tủa. Hoà tan kết tủa bằng dung dịch axit nitric 6 N rồi đun sôi dung dịch trên bếp điện có lớp cách amiăng. Vừa khuấy dung dịch vừa cho từ từ 50 ml amoni molipdat 3 %, đun sôi thêm 3 phút và để yên kết tủa từ 30 phút đến 2 giờ. Lọc kết tủa qua giấy lọc bằng vàng và rửa kết tủa đến hết axit bằng dung dịch kali nitrat 1% (không mất màu chỉ thị phenolphtalein, trong 25

## TCVN 5815: 2001

ml nước chứa 3 giọt NaOH 0,2 N là được). Chuyển giấy lọc có kết tủa vào cốc vừa kết tủa. Dùng buret nhỏ từ từ một lượng natri hydroxyt 0,2 N vào cốc để hoà tan hoàn toàn kết tủa. Cho dư thêm 5 ml nữa. Ghi thể tích  $V_1$  ml natri hydroxyt đã dùng, dùng bình tia rửa thành cốc và thêm vào 3 - 5 giọt phenolphtalein và chuẩn độ bằng dung dịch axit sunfuric hoặc axit nitric 0,2 N đến khi mất màu hồng. Ghi thể tích axit đã dùng  $V_2$  ml.

### 5.5.4 Tính kết quả

Hàm lượng  $P_2O_5$  hữu hiệu, được tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$P_2O_5(\%) = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0006174 \cdot 250}{50 \cdot m} \times 100$$

trong đó:

$V_1$  là thể tích dung dịch tiêu chuẩn natri hidroxit 0,2 N đã dùng để hoà tan kết tủa, bằng mililit;

$V_2$  là thể tích dung dịch tiêu chuẩn axit sunfuric hoặc axit nitric 0,2 N đã dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit;

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



**Phụ lục B**  
(Tham khảo)

**Phương pháp nhanh xác định hàm lượng canxi oxit (CaO) và magie oxit (MgO)**

**B.1 Nguyên tắc**

Xác định canxi và magie trong mẫu bằng phương pháp chuẩn độ với trilon B sau khi đã tách khỏi ion photphat trong mẫu bằng ion zirconi và các oxit  $R_2O_3$  bằng dung dịch amoniắc.

**B.2 Tách ion photphat****B.2.1 Hoá chất và thuốc thử:**

- dung dịch HCl 1+1 và 5%;
- dung dịch amoniắc 1+1;
- dung dịch tiêu chuẩn trilon B 0,01 M;
- dung dịch  $Zr^{4+}$  0,025M: Cân 8,5g  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$  vào cốc dung tích 250 ml. Thêm 100 ml dung dịch HCl 1+1 và khuấy cho tan hết các muối. Chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1000 ml, thêm 100 ml dung dịch HCl 1+1 và định mức bằng dung dịch HCl 5%. Cũng có thể chuẩn bị dung dịch trên bằng cách nung chảy  $ZrO_2$  với  $K_2S_2O_7$ .

**B.2.2 Tiến hành tách**

Hút 100 ml dung dịch A được chuẩn bị theo điều 8.2 vào cốc dung tích 250 ml, thêm 50 ml dung dịch zirconi, đun sôi nhẹ trong vòng 5 phút. Để nguội, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 250 ml, định mức bằng nước và lọc dung dịch vào bình nón đã sấy khô. Hút 100 ml dung dịch lọc vào cốc dung tích 250 ml, dùng amoniắc 1+1 trung hoà đến bắt đầu có kết tủa hidroxit sắt nhôm và cho dư thêm 1 ml nữa. Đun sôi và cô nhẹ để đuổi bớt lượng dư amoniắc (đến pH 9 theo giấy pH vạn năng). Để nguội, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm nước đến mức và lọc khô (dung dịch B).

**B.3 Xác định tổng canxi oxit (CaO) và magie oxit (MgO)**

Dùng pipet hút 100 ml dung dịch B (điều 9.3) vào cốc dung tích 250 ml và tiếp tục tiến hành như điều 9.4.

**B.4 Xác định canxi oxit (CaO)**

Dùng pipet hút 100 ml dung dịch B (điều 9.3) vào cốc dung tích 250 ml và tiếp tục tiến hành như điều 9.5.

**B.5 Tính kết quả**

B.5.1 Hàm lượng canxi oxit (CaO), được tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$\text{CaO (\%)} = \frac{0,00056 \cdot (V_3 - V_4)}{m} \times \frac{250 \cdot 250 \cdot 250}{100 \cdot 100 \cdot 100} \times 100$$

B.5.2 Hàm lượng magie oxit (MgO), được tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$\text{MgO (\%)} = \frac{0,00040 \cdot [(V_1 - V_2) - (V_3 - V_4)]}{m} \times \frac{250 \cdot 250 \cdot 250}{100 \cdot 100 \cdot 100} \times 100$$

trong đó:

$V_1$  là thể tích dung dịch tiêu chuẩn Trilon B 0,01 M dùng để chuẩn độ tổng canxi và magie trong mẫu;

$V_2$  là thể tích dung dịch tiêu chuẩn Trilon B 0,01 M dùng để chuẩn độ tổng canxi và magie trong mẫu trắng;

$V_3$  là thể tích dung dịch tiêu chuẩn Trilon B 0,01 M dùng để chuẩn độ canxi trong mẫu;

$V_4$  là thể tích dung dịch tiêu chuẩn Trilon B 0,01 M dùng để chuẩn độ canxi trong mẫu trắng;

0,00056 là lượng gam CaO tương ứng với 1 ml dung dịch chuẩn Trilon B 0,01 M;

0,00040 là lượng gam MgO tương ứng với 1 ml dung dịch chuẩn Trilon B 0,01 M;

$m$  là khối lượng mẫu cân, tính bằng gam, theo điều 8.3.

Kết quả phép thử là giá trị trung bình các kết quả của hai lần thử được tiến hành song song, sai số giữa chúng không được vượt quá 0,30 % giá trị tuyệt đối.