

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11150:2015

ISO 7990:1985

Xuất bản lần 1

QUặng và tinh quặng Mangan - Xác định hàm lượng sắt tổng - Phương pháp chuẩn độ sau khử và phương pháp đo phổ axit sulfosalicylic

Manganese ores and concentrates - Determination of total iron content - Titrimetric method after reduction and sulfosalicylic acid spectrophotometric method

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11150:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 7990:1985

TCVN 11150:2015 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia
TCVN/TC102 Quặng sắt biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường
Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Quặng và tinh quặng mangan - Xác định hàm lượng sắt tổng - Phương pháp chuẩn độ sau khử và phương pháp đo phô axit sulfosalicylic

Manganese ores and concentrates - Determination of total iron content - Titrimetric method after reduction and sulfosalicylic acid spectrometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định hai phương pháp xác định hàm lượng sắt tổng có trong quặng và tinh quặng mangan:

Phương pháp A: phương pháp chuẩn độ sau khử, áp dụng cho các loại quặng có hàm lượng sắt tổng từ 1 % (khối lượng) đến 25 % (khối lượng);

Phương pháp B: phương pháp đo phô axit sulfosalicylic, áp dụng cho các loại quặng có hàm lượng sắt tổng từ 0,2 % (khối lượng) đến 2 % (khối lượng);

Tiêu chuẩn này được sử dụng cùng với TCVN 11142 (ISO 4297).

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 bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi (nếu có).

TCVN 10548-1 (ISO 4296-1), *Quặng mangan – Lấy mẫu – Phần 1: Lấy mẫu đơn.*

TCVN 10548-2 (ISO 4296-2), *Quặng mangan – Lấy mẫu – Phần 2: Chuẩn bị mẫu.*

TCVN 11142 (ISO 4297), *Quặng và tinh quặng mangan – Phương pháp phân tích hóa học – Hướng dẫn chung.*

Mục một: Phương pháp A - Phương pháp chuẩn độ sau khi khử

3 Nguyên tắc

Trong trường hợp quặng dễ phân hủy, phân hủy phần mẫu thử bằng cách xử lý với axit clohydric.

Trong trường hợp quặng khó phân hủy, thì phân hủy phần mẫu thử bằng cách xử lý bằng axit clohydric khi có mặt natri florua, hoặc xử lý bằng axit clohydric; tách cặn, nung chảy với kali disulfat, hòa tan khỏi chảy bằng axit clohydric, kết tủa sắt và cho hòa tan lại và, gộp với dung dịch chính.

Khử sắt(III) bằng dung dịch thiếc clorua(II). Oxy hóa lượng dư của tác nhân khử với thủy ngân(II).

Chuẩn độ sắt(II) bằng dung dịch chuẩn độ kali dicromat, sử dụng natri diphenylamine sulfonat làm chất chỉ thị.

4 Thuốc thử

4.1 Kali disulfat ($K_2S_2O_7$).

4.2 Natri florua (NaF).

4.3 Axit flohydric, ρ 1,14 g/ml, dung dịch 40 % (khối lượng).

4.4 Axit clohydric, ρ 1,19 g/ml.

4.5 Axit clohydric (4.4), pha loãng 1 + 2.

4.6 Axit clohydric (4.4), pha loãng 1 + 4.

4.7 Axit clohydric (4.4), pha loãng 1 + 50.

4.8 Axit sulfuric, ρ 1,84 g/ml, pha loãng 1 + 1.

4.9 Hỗn hợp axit axit-orthophosphoric sulfuric

Cần thận dỗ 150 ml axit sulfuric (4.8) vào 300 ml nước, khi đang khuấy. Sau khi nguội, cho thêm 150 ml axit orthophosphoric (ρ 1,70 g/ml), pha loãng bằng nước đến 1000 ml và lắc đều.

4.10 Amoniac, ρ 0,91 g/ml, dung dịch 25 % (khối lượng).

4.11 Dung dịch amoniac (4.10), pha loãng 1 + 50.

4.12 Hydro peroxit, dung dịch 30 % (khối lượng).

4.13 Thiếc(II) clorua dihydrat, ($SnCl_2 \cdot 2H_2O$), dung dịch 100 g/l.

Hòa tan 100 g thiếc(II) clorua dihydrat trong 200 ml axit clohydric (4.4), có giá nhiệt, để nguội, pha loãng bằng nước đến 1000 ml, lắc đều và cho thêm một lượng nhỏ kim loại thiếc dạng vảy hoặc hạt.

Bảo quản dung dịch trong chai thủy tinh màu nâu.

4.14 Thủy ngân(II) clorua, ($HgCl_2$), dung dịch 50 g/l.

4.15 Kali pemanganat, ($KMnO_4$), dung dịch 30 g/l.

4.16 Kali dicromat, dung dịch chuẩn độ.

4.16.1 Dung dịch A; $c(K_2Cr_2O_7) = 0,016\ 67\ mol/l$.

Cân 4,903 5 g kali dicromat, đã kết tinh lại và sấy tại nhiệt độ từ 140 °C đến 150 °C, cho vào cốc dung tích 300 ml và hòa tan trong 100 ml nước. Chuyển dung dịch này vào bình định mức dung tích 1000 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

1 ml dung dịch này tương ứng với 0,005585 g sắt.

4.16.2 Dung dịch B, $c(K_2Cr_2O_7) = 0,00833\ mol/l$.

Cân 2,4517 g kali dicromat cho vào cốc dung tích 300 ml và hòa tan trong 100 ml nước. Chuyển dung dịch này vào bình định mức dung tích 1000 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

1 ml dung dịch này tương ứng với 0,002792 g sắt.

4.17 Sắt, dung dịch chuẩn, tương ứng với 5,58 g Fe/l.

Cho 5,58 g sắt kim loại [tinh khiết 99,95 % (khối lượng)] vào bình tam giác 500 ml, đặt phễu nhỏ vào cổ bình.

Cho thêm 110 ml axit clohydric (4.5) theo từng lượng nhỏ và gia nhiệt cho đến khi sắt được hòa tan. Làm nguội dung dịch, và oxy hóa với 5 ml hydro peroxit (4.12). Làm nguội dung dịch, chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

1 ml dung dịch chuẩn này tương ứng với 1 ml dung dịch chuẩn độ kali dicromat A.

4.18 Chất chỉ thị natri difenylaminesulfonat, ($C_{12}H_{10}O_3NSNa$), 0,8 g/l.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

Chén platин hoặc hợp kim platин phù hợp.

6 Lấy mẫu và các mẫu thử

Lấy mẫu quặng mangan theo TCVN 10548-1 (ISO 4296-1) và chuẩn bị mẫu theo TCVN 10548-2 (ISO 4296-2).

7 Cách tiến hành

7.1 Phần mẫu thử

Cân khối lượng mẫu thử được chọn từ Bảng 1 tùy theo hàm lượng sắt tổng dự kiến.

Bảng 1 – Khối lượng phần mẫu thử

Hàm lượng sắt tổng dự kiến	Khối lượng phần mẫu thử
% (khối lượng)	g
Từ 1,0 đến 10,0	1,0
Từ 10,0 đến 25,0	0,5

7.2 Phép thử trắng

Thực hiện phép thử trắng song song với phép xác định, theo cùng một qui trình, nhưng sử dụng 1 ml dung dịch sắt chuẩn (4.17) thay cho phần mẫu thử.

7.3 Phân hủy phần mẫu thử

7.3.1 Đối với các loại quặng dễ phân hủy

Cho phần mẫu thử (7.1) vào bình tam giác dung tích 500 ml, làm ẩm bằng nước, và cho thêm 15 ml axit clohydric (4.4).

Đậy bình bằng nắp kính đồng hồ và gia nhiệt dung dịch từ từ không để sôi, thỉnh thoảng lắc nhẹ để phân hủy quặng. Thực hiện tiếp tục theo 7.4.

7.3.2 Đối với các loại quặng khó phân hủy

Cho phần mẫu thử (7.1) vào cốc thử 300 ml, làm ẩm bằng nước, và cho thêm 0,5 g natri florua (4.2) và 15 ml axit clohydric (4.4).

Đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ và gia nhiệt vừa đến dưới điểm sôi để phân hủy quặng. Thực hiện tiếp tục theo 7.4.

Trong trường hợp quặng không phân hủy hoàn toàn, cho phần mẫu thử (7.1) vào cốc thử 300 ml, làm ẩm bằng nước, và cho thêm 15 ml axit clohydric (4.4).

Đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ và gia nhiệt chỉ vừa đến dưới điểm sôi để phân hủy khối lượng chính của phần mẫu thử. Cho thêm từ 30 ml đến 40 ml axit clohydric nóng (4.7) và lọc phần cặn không tan trên giấy lọc trung bình có thêm một lượng nhỏ bột giấy. Rửa cặn từ bốn đến năm lần bằng axit clohydric (4.7) và bốn đến năm lần bằng nước ấm. Gộp phần dịch lọc và nước rửa trong bình tam giác dung tích 500 ml và giữ lại làm dung dịch chính.

Cho giấy lọc có chứa cặn vào chén platin, sấy khô, tro hóa và đốt tại nhiệt độ từ 600 °C đến 700 °C cho đến khi các chất có cacbon được loại trừ. Sau khi nguội, làm ẩm cặn bằng nước, cho thêm 3 đến 4 giọt axit sulfuric (4.8) và 5 ml đến 6 ml axit flohydric (4.3) và làm bay hơi đến khi không còn khói axit sulfuric bay ra. Cho thêm 2 g kali disulfat (4.1) vào cặn, đậy nắp chén và nung tại nhiệt độ từ 600 °C đến 700 °C cho đến khi thu được khói chảy trong. Đỗ khói chảy nguội, đặt chén platin trong cốc thử 100 ml và hòa tan khói chảy trong 25 ml đến 30 ml axit clohydric (4.6). Lấy chén và nắp ra khỏi cốc thử và rửa bằng nước.

Cho 1 hoặc 2 giọt hydro peroxit (4.12) vào dung dịch khi đang lắc, pha loãng bằng nước đến 50 ml và cho thêm dung dịch amoniac (4.10) cho đến khi mùi amoniac vẫn còn (bền). Gia nhiệt dung dịch đến sôi và để yên trong 10 phút ở chỗ ám. Sau khi kết tủa lắng xuống, lọc trên giấy lọc nhanh và rửa bốn hoặc năm lần bằng dung dịch amoniac nóng (4.11). Bỏ phần lọc được. Hòa tan kết tủa trên giấy lọc, bằng 10 ml axit clohydric (4.5), cho từng lượng nhỏ. Rửa giấy lọc bốn hoặc năm lần bằng axit clohydric nóng (4.7) và bốn hoặc năm lần bằng nước nóng. Gộp dung dịch này vào dung dịch chính và làm bay hơi đến còn 25 ml hoặc 30 ml.

7.4 Phương pháp khử

7.4.1 Đồi với quặng có chứa vanadi dưới 0,02 % (khối lượng)

Gia nhiệt dung dịch thu được từ 90 °C đến 100 °C, rửa ngay thành bình bằng axit clohydric nóng (4.7), cho thêm dung dịch thiếc(II) clorua (4.13), trong khi đang lắc, cho đến khi dung dịch trở nên không màu và sau đó cho dư thêm 1 hoặc 2 giọt dung dịch thiếc(II) clorua.

Rửa thành bình bằng nước nóng, lắc dung dịch, sau đó làm nguội trong thùng nước lạnh. Khi dung dịch đạt đến nhiệt độ môi trường, cho thêm 5 ml dung dịch thủy ngân(II) clorua (4.14). Sẽ xuất hiện một lượng nhỏ kết tủa trắng của thủy ngân(II) clorua. Nếu không có kết tủa hoặc có quá nhiều kết tủa và nó có màu sẫm do sự có mặt của thủy ngân kim loại, thì phải thực hiện lại phép phân tích.

7.4.2 Đồi với quặng có chứa vanadi trên 0,02 % (khối lượng)

Dùng nước pha loãng dung dịch thu được tại 7.3 đến 100 ml, gia nhiệt 90 °C đến 100 °C, cho thêm dung dịch thiếc(II) clorua (4.13), trong khi đang lắc, cho đến khi dung dịch trở thành không màu và sau đó cho dư thêm 0,5 ml dung dịch thiếc(II) clorua.

Cho thêm dung dịch kali permanganate (4.15) từng giọt một, trong khi vẫn đang lắc, cho đến khi màu của dung dịch trở thành màu vàng ổn định và sau đó lại cho thêm dung dịch thiếc(II) clorua (4.13) từng giọt một, khi đang xoay, cho đến khi màu vàng của dung dịch biến mất. Cho dư thêm một hoặc hai giọt dung dịch thiếc(II) clorua.

Rửa thành bình bằng nước, sau đó làm nguội trong thùng nước lạnh và cho thêm 5 ml dung dịch thủy ngân(II) clorua (4.14). Sẽ có xuất hiện một lượng nhỏ kết tủa trắng của thủy ngân(II) clorua. Nếu không có kết tủa hoặc có quá nhiều kết tủa và nó có màu sẫm do sự có mặt của thủy ngân kim loại, thì phải thực hiện lại phép phân tích.

7.5 Chuẩn độ

Để yên dung được thu được tại 7.4 trong khoảng 5 min, pha loãng bằng nước đến 200 ml, cho thêm 25 ml hỗn hợp axit orthophosphoric và axit sulfuric (4.9) và 2 ml chất chỉ thị natri difenylaminesulfonat (4.18). Lắc đều và tiến hành chuẩn độ ngay bằng dung dịch kali dicromat (4.16).

Điểm cuối đạt được khi màu xanh lá cây của dung dịch chuyển sang màu xanh tím.

Đối với quặng có chứa hàm lượng sắt tổng nhỏ hơn 5 % (khối lượng), sử dụng dung dịch chuẩn độ kali dicromat B (4.16.2) để chuẩn độ; đối với quặng có chứa hàm lượng sắt tổng lớn hơn 5 % (khối lượng), sử dụng dung dịch chuẩn độ kali dicromat A (4.16.1) để chuẩn độ.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Tính kết quả

Hàm lượng sắt tổng, $w_{Fe}(\%)$, biểu thị bằng phần trăm khối lượng, tính theo công thức sau:

$$w_{Fe}(\%) = \frac{\rho(V_1 - V_2) \times 100}{m} \times K$$

trong đó

- ρ là độ chuẩn của dung dịch chuẩn độ kali dicromat, tính bằng gam sắt trên millilit (xem 4.16);
- V_1 là thể tích của dung dịch kali dicromat sử dụng để chuẩn độ dung dịch thử, tính bằng milil;
- V_2 là thể tích của dung dịch chuẩn kali dicromat sử dụng để chuẩn độ dung dịch trắng (trừ đi thể tích của dung dịch chuẩn kali dicromat A hoặc B tương ứng với 1 ml dung dịch chuẩn sắt), tính bằng milil;
- m là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam;
- K là hệ số chuyển đổi biểu thị hàm lượng sắt tổng ở trạng thái khô.

8.2 Sai số cho phép của kết quả giữa các phép xác định hai lần

Bảng 2 – Sai số cho phép đối với hàm lượng sắt tổng

Hàm lượng sắt tổng	Sai số cho phép	
	Ba phép xác định hai lần	Hai phép xác định hai lần
% (khối lượng)	% (khối lượng)	% (khối lượng)
Từ 1,0 đến 2,5	0,10	0,08
Từ 2,5 đến 5,0	0,15	0,12
Từ 5,0 đến 10,0	0,25	0,20
Từ 10,0 đến 25,0	0,35	0,30

Mục hai: Phương pháp B - Phương pháp đo phô axit sulfosalicylic**9 Nguyên tắc**

Trong trường hợp quặng dễ phân hủy, phân hủy phần mẫu thử bằng cách xử lý với axit clohydric.

Trong trường hợp quặng khó phân hủy, thi phân hủy phần mẫu thử bằng cách xử lý bằng axit clohydric khi có mặt natri florua, hoặc xử lý bằng axit clohydric; tách cặn, nung chảy với kali disulfat, hòa tan khối chảy bằng axit clohydric, và gộp với dung dịch chính.

Xác định bằng đo phô khi có mặt axit sulfosalicylic và hydroxylamoni clorua tại bước sóng khoảng 430 nm.

10 Các phản ứng

Phương pháp này dựa trên sự tương tác giữa sắt với axit sulfosalicylic trong dung dịch kiềm (pH 8 đến 12) với sự tạo thành phức màu. Sự ảnh hưởng của mangan được loại trừ bởi hydroxylamoni clorua.

11 Thuốc thử

11.1 Natri florua (NaF).

11.2 Kali disulfat ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$).

11.3 Axit clohydric, ρ 1,14 g/ml.

11.4 Axit clohydric, ρ 1,19 g/ml.

11.5 Axit clohydric (11.4), pha loãng 1 + 4.

11.6 Axit clohydric (11.4), pha loãng 1 + 50.

11.7 Axit sulfuric, ρ 1,84 g/ml, pha loãng 1 + 1.

11.8 Dung dịch amoniac, ρ 0,91 g/ml, pha loãng 1 + 1.

11.9 Clorua hydroxylamoni, dung dịch 100 g/l.

11.10 Axit sulfosalicylic dihydrat ($\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_6\text{S} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), dung dịch 100 g/l.

11.11 Sắt, dung dịch chuẩn.

11.11.1 Dung dịch A, tương ứng với 0,1000 g Fe/l.

Cân 0,1000 g sắt kim loại [độ tinh khiết 99,95 % (khối lượng)] và hòa tan trong 50 ml axit nitric (pha loãng 1 + 3).

Gia nhiệt dung dịch đến khi không còn các oxit nitơ. Làm nguội dung dịch, chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

1 ml dung dịch chuẩn này chứa 0,1000 mg Fe.

11.11.2 Dung dịch B, tương ứng với 0,0100 g Fe/l.

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch sắt chuẩn A (11.1.1) cho vào bình định mức dung tích 100 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

1 ml dung dịch chuẩn này chứa 0,0100 mg Fe.

12 Thiết bị, dụng cụ

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

12.1 Chén platin hoặc hợp kim platin phù hợp.

12.2 Máy đo phô, có các bộ chọn lọc biến đổi liên tục hoặc gián đoạn, có khả năng đo độ hấp thụ tại bước sóng 430 nm.

13 Lấy mẫu và các mẫu thử

Lấy mẫu quặng mangan theo TCVN 10548-1 (ISO 4296-1) và chuẩn bị mẫu theo TCVN 10548-2 (ISO 4296-2).

14 Cách tiến hành

14.1 Phản mẫu thử

Cân 0,2 g mẫu thử.

14.2 Chuẩn bị dung dịch thử

14.2.1 Đổi với các loại quặng dễ phân hủy

Cho phản mẫu thử (14.1) vào cốc thử 100 ml, làm ẩm bằng nước, và hòa tan trong 5 ml axit clohydric (11.4). Cho 30 ml đến 40 ml axit clohydric nóng (11.6) vào dung dịch, và lọc qua giấy lọc trung bình có thêm một lượng nhỏ bột giấy. Rửa giấy lọc từ bốn đến năm lần bằng axit clohydric (11.6) và bốn đến năm lần bằng nước nóng. Bỏ giấy lọc. Thực hiện tiếp tục như 14.2.3.

14.2.2 Đổi với các loại quặng khó phân hủy

Cho phản mẫu thử (14.1) vào cốc thử 100 ml, làm ẩm bằng nước, cho thêm 0,5 g natri florua (11.1) và hòa tan trong 5 ml axit clohydric (11.4) để phân hủy quặng. Cho 30 ml đến 40 ml axit clohydric nóng (11.6) vào dung dịch, và lọc qua giấy lọc trung bình có thêm một lượng nhỏ bột giấy. Rửa giấy lọc từ

bón đến năm lần bằng axit clohydric (11.6) và bón đến năm lần bằng nước nóng. Bỏ giấy lọc. Thực hiện tiếp tục như 14.2.3.

Trong trường hợp quặng không phân hủy hoàn toàn, cho phần mẫu thử (14.1) vào cốc dung tích 100 ml, làm ẩm bằng nước, và hòa tan trong 5 ml axit clohydric (11.4). Cho 30 ml đến 40 ml axit clohydric nóng (11.6) vào dung dịch, và lọc cặn không tan qua giấy lọc trung bình có thêm một lượng nhỏ bột giấy. Rửa giấy lọc từ bón đến năm lần bằng axit clohydric (11.6) và bón đến năm lần bằng nước nóng. Giữ lại dung dịch lọc làm dung dịch chính.

Cho giấy lọc có chứa cặn vào chén platin, sấy khô, tro hóa và đốt tại nhiệt độ từ 600 °C đến 700 °C cho đến khi các chất chứa carbon được loại trừ. Sau khi nguội, làm ẩm cặn bằng nước, cho vào 3 đến 4 giọt axit sulfuric (11.7) và 5 ml đến 6 ml axit flohydric (11.3) và làm bay hơi đến khi không còn khói của axit sulfuric bay ra. Cho thêm 2 g kali disulfat (11.2) vào cặn, đậy chén bằng nắp platin và nung chảy tại nhiệt độ từ 600 °C đến 700 °C cho đến khi thu được khói chảy trong. Để khói chảy nguội, đặt chén vào trong cốc thử 100 ml và hòa tan khói chảy trong 25 ml đến 30 ml axit clohydric (11.5). Lấy chén và nắp ra khỏi cốc thử và rửa bằng nước.

Lọc dung dịch thu được qua giấy lọc trung bình và rửa giấy lọc từ bón đến năm lần bằng nước nóng. Bỏ giấy lọc và gộp phần lọc vào dung dịch chính.

14.2.3 Dung dịch thử

Sau khi nguội, làm bay hơi dung dịch (14.2.1 hoặc 14.2.2) đến còn khoảng 150 ml và chuyển vào bình định mức dung tích 200 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

14.3 Phép thử trắng

Thực hiện phép thử trắng song song với phép xác định.

14.4 Đường chuẩn

14.4.1 Chuẩn bị dãy dung dịch đường chuẩn

Chuẩn bị một dãy chín bình định mức dung tích 100 ml. Dùng buret lấy 0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 và 14,0 ml dung dịch chuẩn sắt B (11.1.2), tương ứng với 0,00; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,12; và 0,14 mg sắt cho vào từng bình.

14.4.2 Tạo hợp chất hấp thụ

Cho 10 ml dung dịch hydroxylamonium clorua (11.9), lắc đều, và cho thêm 30 ml dung dịch axit sulfosalicylic (11.10). Cho dung dịch ammoniac (11.8) vào cho đến khi xuất hiện màu vàng ổn định, và cho dư thêm 5 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

14.4.3 Các phép đo phô

Đo độ hấp thụ của các dung dịch trên dải từ 420 nm đến 480 nm (máy đo phô với các bộ chọn lọc biến đổi liên tục) hoặc tại 430 nm (máy đo phô với bộ chọn lọc biến đổi gián đoạn) trong cuvet đo dày 50 mm, hoặc cuvet đo phù hợp khác, nước làm dung dịch so sánh.

14.4.4 Vẽ đường chuẩn

Dựng đường chuẩn bằng cách vẽ các độ hấp thụ (trừ đi độ hấp thụ zero) theo các hàm lượng sắt danh nghĩa của các dung dịch.

14.5 Xác định

14.5.1 Tạo hợp chất hấp thụ

Nếu hàm lượng sắt nhỏ hơn 1 % (khối lượng), dùng pipet lấy 10 ml phần dung dịch thử (14.2.3) cho vào bình định mức dung tích 100 ml; nếu hàm lượng sắt lớn hơn 1 % (khối lượng), thì sử dụng 5 ml phần dung dịch thử.

Thực hiện tiếp tục như tại 14.4.2.

14.5.2 Các phép đo phô

Xem 14.4.3.

15 Biểu thị kết quả

15.1 Tính kết quả

Sau khi đã trừ đi số đọc độ hấp thụ đối với phép thử trắng, chuyển đổi số đọc độ hấp thụ đối với dung dịch thử về hàm lượng sắt tổng theo phương pháp đường chuẩn (14.4.4).

Hàm lượng sắt tổng, $w_{Fe}(\%)$, biểu thị bằng phần trăm khối lượng, tính theo công thức sau:

$$w_{Fe}(\%) = \frac{m_1 \times 100}{m_2 \times 1000} \times K$$

trong đó

m_1 là khối lượng sắt tổng thu được từ đường chuẩn, tính bằng miligam;

m_2 là khối lượng của phần mẫu thử tương ứng với phần mẫu của dung dịch thử, tính bằng gam;

K là hệ số chuyển đổi biểu thị hàm lượng sắt tổng ở trạng thái khô

15.2 Sai số cho phép của kết quả giữa các phép xác định hai lần

Bảng 3 – Sai số cho phép đối với hàm lượng sắt tổng

Hàm lượng sắt tổng	Sai số cho phép	
	Ba phép xác định hai lần	Hai phép xác định hai lần
% (khối lượng)	% (khối lượng)	% (khối lượng)
Từ 0,20 đến 0,40	0,04	0,03
Từ 0,40 đến 1,0	0,07	0,06
Từ 1,0 đến 2,0	0,10	0,09