

**AMONIAC LỎNG TỔNG HỢP**  
**Phương pháp xác định hàm lượng sắt**  
Liquid synthetic ammonia  
Method for the determination of iron content

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp đo quang xác định hàm lượng sắt trong khoảng hàm lượng từ 0,25-5 mg/l

**1. NGUYÊN TẮC**

Phương pháp dựa trên việc tạo thành hợp chất phức của sắt với axit sunfoaxalixilic trong môi trường amoniac yếu và việc đo mật độ quang hợp chất phức này.

**2. QUY ĐỊNH CHUNG**

2.1 Lấy mẫu để thử theo TCVN 2614-1993. Thể tích mẫu thử là 200 ml.

2.2 Chỉ tiến hành thử trong tủ hút có thông gió tốt.

2.3 Khi tiến hành thử nếu không có chỉ dẫn nào khác, sử dụng nước cất theo TCVN 2117-77 và thuốc thử loại TKPT.

**3. THIẾT BỊ, THUỐC THỬ VÀ DỤNG CỤ**

3.1 Máy đo quang với cuvet có chiều dày lớp hấp thụ ánh sáng 30 mm. Cho phép sử dụng cuvet có kích thước khác.

3.2 Ống bơm ( bơm tiêm ) dung tích 5-10 ml

3.3. Phễu lọc thủy tinh có kích thước lỗ 40 - 100 $\mu$ m.

3.4 Amoni hidroxit, dung dịch 25 %

3.5 Axit clohidric, TK, dung dịch 20%

3.6 Axit sunfoaxalixilic, dung dịch 10 %

3.7 Sắt( III), dung dịch chứa 0,05 mg sắt ( III) trong 1 ml dung dịch, chuẩn bị theo TCVN 1056-86 dung dịch chứa 1 mg sắt (III) trong 1 ml dung dịch, sau đó hút chính xác bằng pipet 5 ml dung dịch đã chuẩn bị ở trên vào bình định mức dung tích 100 ml, rồi thêm nước đến vạch mức.

**4. CHUẨN BỊ THỬ**

4.1 Để xây dựng đường chuẩn lần lượt cho 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 ml dung dịch sắt (III) vào các bình định mức dung tích 100 ml; thêm 5 ml dung dịch axit sunfoaxalixilic, lắc đều, thêm 5 ml dung dịch amoniac, thêm nước đến vạch và lắc đều. Cùng đồng thời chuẩn bị dung dịch kiểm tra, nhưng không chứa dung dịch sắt (III).

Sau 10 phút đo mật độ quang của các dung dịch chuẩn so sánh tương ứng với dung dịch kiểm tra ở bước sóng từ 413- 420 nm. Theo các giá trị nhận được dựng đồ thị chuẩn, đặt trên trục hoành hàm lượng sắt trong các dung dịch so sánh, còn trên trục tung các giá trị mật độ quang tương ứng.

4.2 Để chuẩn bị mẫu thử, đặt bình lấy mẫu lên giá trong tủ hút và cho amoniac bay hơi hoàn toàn qua các ống thoát khí ở nhiệt độ phòng.

**5. TIẾN HÀNH THỬ**

Sau khi đã bay hơi hoàn toàn amoniac trong bình lấy mẫu, thêm 10 ml axit clohidric, sau đó lọc qua phễu lọc thủy tinh vào bình định mức dung tích 100 ml. Rửa bình lấy mẫu và phễu lọc 5 – 6 lần bằng nước và đổ cả nước rửa vào bình định mức.

Thêm nước vào bình đến vạch và lắc . Chuyển 50 ml dung dịch mẫu vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm 5 ml axit sunfoaxalic, lắc đều, thêm 5 ml amoniac, thêm nước đến vạch, lắc kỹ.

Đồng thời chuẩn bị dung dịch kiểm tra theo cách trên nhưng không có mẫu thử. Sau 10 phút, đo mật độ quang của dung dịch thử so sánh với dung dịch kiểm tra và xác định hàm lượng sắt tính bằng mg theo đồ thị chuẩn

## 6. TÍNH KẾT QUẢ

6.1 Hàm lượng sắt ( X ) được tính bằng mg/l theo công thức

$$X = \frac{m.100.1000.K}{V.50}$$

Trong đó :

m-hàm lượng sắt, tìm được theo đồ thị;

100-dung tích bình định mức, ml

K-hệ số bay hơi theo bảng phụ lục 4 TCVN 2616-1993

50-thể tích dung dịch thử, ml

V - thể tích mẫu amoniac, lỏng, ml

6.2 Kết quả cuối cùng của phép thử là trung bình cộng các kết quả của hai phép xác định song song, sai lệch cho phép giữa chúng không được vượt quá 0,15 mg/l ở xác suất P = 0,95