

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11138:2015

ISO 315:1984

Xuất bản lần 1

**QUẶNG VÀ TINH QUẶNG MANGAN - XÁC ĐỊNH
HÀM LƯỢNG NIKEN - PHƯƠNG PHÁP ĐO PHỔ
DIMETYLGLYOXIM VÀ PHƯƠNG PHÁP ĐO PHỔ
HẤP THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA**

*Manganese ores and concentrates - Determination of nickel content - Dimethylglyoxime
spectrometric method and flame atomic absorption spectrometric method*

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11138:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 315:1984.

TCVN 11138:2015 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 niken - Phương pháp đo phổ dimethylglyoxim và phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

Manganese ores and concentrates – Determination of nickel content – Dimethylglyoxime spectrometric method and flame atomic absorption spectrometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định hai phương pháp xác định hàm lượng niken có trong quặng mangan và tinh quặng mangan.

Phương pháp A: Phương pháp đo phổ dimethylglyoxim áp dụng cho các loại quặng có hàm lượng niken từ 0,01 % (khối lượng) đến 1,0 % (khối lượng).

Phương pháp B: Phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa áp dụng cho các loại quặng có hàm lượng niken từ 0,005 % (khối lượng) đến 1,0 % (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*.

3 Phương pháp A: Phương pháp đo phổ dimethylglyoxim

3.1 Nguyên tắc

Phân hủy phần mẫu thử bằng cách xử lý với axit sulfuric khi có hydro peroxit.

Tách phần cặn không tan, giữ lại phần dịch lọc làm dung dịch chính.

Đốt giấy lọc có chứa phần cặn và xử lý bằng axit sulfuric và axit flohydric.

Nung chảy phần cặn đã đốt với kali disulfat.

Hòa tan khối chảy trong axit sulfuric và gộp dung dịch thu được này với dung dịch chính.

Tách mangan trong dạng mangan dioxit.

Phép xác định bằng đo phổ tại 460 nm đến 470 nm khi có axit tartaric, natri hydroxit, amoni persulfat và dimetylglyoxim.

3.2 Phản ứng

Phương pháp này dựa trên sự tương tác của các ion niken với dimetylglyoxim trong môi trường kiềm (pH bằng 10 đến 11) với sự có mặt của amoni persulfat tạo thành một phức màu. Sự cản trở của sắt và các nguyên tố khác được ngăn chặn bằng phản ứng tạo thành các phức hòa tan với axit tartaric. Mangan được tách ra ở dạng mangan dioxit.

3.3 Thuốc thử

3.3.1 Kali bromat ($KBrO_3$).

3.3.2 Kali disulfat ($K_2S_2O_7$).

3.3.3 Axit clohydric, ρ 1,19 g/ml.

3.3.4 Axit sulfuric, pha loãng 1 + 4.

3.3.5 Axit sulfuric, pha loãng 1 + 20.

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

3.3.7 Axit tartaric ($HOOC - CHOH - CHOH - COOH$), dung dịch 200 g/l.

3.3.8 Hydro peroxit, dung dịch 30 % (khối lượng)

3.3.9 Natri hydroxit, dung dịch 50 g/l.

3.3.10 Amoni persulfat [$(NH_4)_2S_2O_8$], dung dịch 30 g/l.

3.3.11 1,2-dimetylglyoxal dioxim [Dimetylglyoxim] ($C_4H_8O_2N_2$), dung dịch 10 g/l.

Hòa tan 1 g dimetylglyoxim trong 100 ml natri hydroxit (3.3.9).

3.3.12 Niken, dung dịch tiêu chuẩn tương ứng với 1 g Ni/l.

Cân 1,000 0 g niken kim loại (độ tinh khiết 99,95 %) cho vào cốc thử có dung tích 250 ml. Hòa tan niken trong 20 ml hỗn hợp axit gồm ba phần thể tích axit clohydric (3.3.3) và một phần thể tích axit nitric, ρ 1,40 g/ml.

Đun sôi dung dịch này cho đến khi oxit nitơ ngừng bay ra. Làm nguội dung dịch này, sau đó chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 1 mg Ni.

3.3.13 Niken, dung dịch tiêu chuẩn tương ứng với 0,01 g Ni/l.

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch tiêu chuẩn niken (3.3.12) cho vào bình định mức dung tích 1000 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 0,01 mg Ni.

3.4 Thiết bị, dụng cụ

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

3.4.1 Chén platin.

3.4.2 Máy đo phổ, có các bộ chọn lọc biến thiên liên tục hoặc gián đoạn, phù hợp với các phép đo tại các bước sóng từ 460 nm đến 470 nm, và các cuvet đo phù hợp.

3.5 Mẫu thử

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

Sử dụng mẫu thử đã nghiền đến kích thước không lớn hơn 100 μm (được kiểm tra trên sàng có kích thước lỗ tương ứng) và làm khô không khí dưới các điều kiện của phòng thử nghiệm.

3.6 Cách tiến hành**3.6.1 Phân mẫu thử**

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

Bảng 1 – Khối lượng phân mẫu thử theo hàm lượng niken

Hàm lượng niken dự kiến	Khối lượng phân mẫu thử	Pha loãng	Phản dung dịch thử	Hàm lượng niken của phản dung dịch thử
% (khối lượng)	g	ml	ml	mg
$\geq 0,01$ đến 0,05	1,0	100	10	0,010 đến 0,050
$> 0,05$ đến 0,10	1,0	250	10	0,020 đến 0,040
$> 0,10$ đến 0,50	1,0	250	5	0,020 đến 0,100
$> 0,50$ đến 1,0	0,5	250	5	0,050 đến 0,100

3.6.2 Phép thử trắng

Tiến hành phép thử trắng theo tất cả các bước phân tích.

3.6.3 Phân hủy phân mẫu thử

Cho phân mẫu thử (3.6.1) vào trong cốc thử dung tích 250 ml, làm ẩm bằng vài giọt nước và hòa tan trong 30 ml axit sulfuric (3.3.4) có gia nhiệt và cho thêm từng giọt hydro peroxit (3.3.8) để phân hủy quặng.

Làm bay hơi dung dịch cho đến khi xuất hiện khói trắng dày đặc của axit sulfuric. Để nguội, pha loãng bằng 40 ml đến 50 ml nước và lọc cặn không tan trên giấy lọc trung bình có chứa một lượng nhỏ bột giấy, sau đó rửa bằng nước nóng từ sáu đến tám lần. Giữ lại phần dịch lọc làm dung dịch chính.

3.6.4 Xử lý cặn

Cho giấy lọc có chứa cặn vào chén platin (3.4.1). Sấy khô và đốt tại nhiệt độ từ 500 °C đến 600 °C. Để nguội chén, làm ẩm cặn bằng nước và cho vào 2 hoặc 3 giọt axit sulfuric (3.3.4) và cho thêm từ 5 ml đến 7 ml axit flohydric (3.3.6).

Làm bay hơi đến khô, sau đó đốt cặn tại nhiệt độ từ 500 °C đến 600 °C cho đến khi axit sulfuric ngừng bốc khói. Làm nguội chén, cho vào 2 g đến 3 g kali disulfat (3.3.2) và nung chảy tại nhiệt độ từ 600 °C đến 650 °C. Hòa tan khối chảy trong 10 ml đến 20 ml axit sulfuric (3.3.5), sau đó rửa chén bằng nước. Gộp dung dịch này với dung dịch chính (3.6.3).

CHÚ THÍCH: Nếu biết là quặng không chứa các hợp chất niken không tan, thì có thể bỏ qua qui trình tại 3.6.4.

3.6.5 Chuẩn bị dung dịch để đo phổ

Pha loãng hoặc cho bay hơi dung dịch gộp (3.6.3 và 3.6.4) để còn khoảng 150 ml, cho thêm 1 g kali bromat (3.3.1), gia nhiệt dung dịch đến sôi và duy trì sôi trong 5 min. Lọc qua giấy lọc trung bình và rửa bằng nước nóng từ tám đến mười lần. Bỏ giấy lọc và cặn.

Làm bay hơi dung dịch cho đến khi khói axit sulfuric ngừng bay ra, làm nguội và hòa tan các muối này trong 10 ml axit clohydric (3.3.3). Chuyển dung dịch này vào bình định mức được chọn phù hợp theo Bảng 1, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

Dùng pipet lấy hai phần bằng nhau của dung dịch này, chọn theo quy định trong Bảng 1, cho vào hai bình định mức, mỗi bình có dung tích 100 ml. Sau đó cho vào từng bình 10 ml dung dịch axit tartaric (3.3.7), 40 ml dung dịch natri hydroxit (3.3.9) và 10 ml dung dịch amoni persulfat (3.3.10).

Sau đó cho 10 ml dimetyl glyoxim (3.3.11) vào một phần mẫu, và cho 10 ml dung dịch natri hydroxit (3.3.9) vào phần mẫu còn lại (dung dịch nền). Lắc đều dung dịch sau khi đã cho từng loại thuốc thử. Để yên dung dịch trong khoảng 5 min. đến 10 min. cho đến khi xuất hiện màu ổn định, sau đó pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

3.6.6 Phép đo phổ

Đo độ hấp thụ của dung dịch trong cuvet đo, sử dụng máy đo phổ (3.4.2) tại các bước sóng từ 460 nm đến 470 nm để thu được độ hấp thụ tối ưu, nước làm dung dịch so sánh.

3.6.7 Lập đường chuẩn

Chuẩn bị một loạt bảy bình định mức dung tích 100 ml, sử dụng buret cho vào từng bình lượng dung dịch niken tiêu chuẩn (3.3.13) như sau: 0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 và 10 ml tương ứng với 0,0; 0,10; 0,020; 0,040; 0,060; 0,080 và 0,100 mg niken. Bình thứ nhất dùng để chuẩn bị dung dịch bỏ chính

đường chuẩn. Cho vào 10 ml dung dịch axit tartaric (3.3.7), 40 ml dung dịch natri hydroxit (3.3.9), 10 ml dung dịch amoni persulfat (3.3.10) và 10 ml dung dịch dimetylglyoxim (3.3.11).

Lắc đều sau khi cho từng loại hóa chất vào. Để yên dung dịch trong khoảng 5 min. đến 10 min. cho đến khi xuất hiện màu ổn định, sau đó pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

Đo độ hấp thụ của từng dung dịch như qui định tại 3.6.6.

Dựng đường chuẩn bằng cách vẽ các giá trị độ hấp thụ (trừ đi giá trị độ hấp thụ của dung dịch bỏ chính đường chuẩn) theo các hàm lượng niken danh nghĩa của các dung dịch đường chuẩn.

3.7 Biểu thị kết quả

3.7.1 Tính kết quả

Chuyển đổi các số đọc độ hấp thụ thực của dung dịch thử (thu được bằng cách trừ đi số đọc độ hấp thụ của phép thử trắng và dung dịch nền từ số đọc của dung dịch thử này) về hàm lượng niken bằng phương pháp đường chuẩn (3.6.7).

Hàm lượng niken, biểu thị bằng phần trăm khối lượng, được tính theo công thức sau:

$$\frac{m_1 \times 100}{m_0 \times 1000} \times K = \frac{m_1}{m_0 \times 10} \times K$$

trong đó

m_0 là khối lượng của phần mẫu thử tương ứng với phần mẫu lấy từ dung dịch thử, tính bằng gam;

m_1 là khối lượng của niken có trong phần mẫu lấy từ dung dịch thử, thu được từ đường chuẩn, tính bằng miligam;

K là hệ số chuyển đổi để biểu thị hàm lượng niken ở trạng thái khô.

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

Bảng 2 – Sai số cho phép đối với hàm lượng niken

Các giá trị biểu thị bằng phần trăm khối lượng

Hàm lượng niken	Sai số cho phép	
	Ba phép xác định hai lần	Hai phép xác định hai lần
≥ 0,005 đến 0,01	0,003	0,002
> 0,01 đến 0,02	0,005	0,004
> 0,02 đến 0,05	0,007	0,006
> 0,05 đến 0,1	0,01	0,008
> 0,1 đến 0,2	0,02	0,015
> 0,2 đến 0,5	0,3	0,02
> 0,5 đến 1,0	0,04	0,03

4 Phương pháp B: Phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

4.1 Nguyên tắc

Phân hủy phần mẫu thử bằng cách xử lý với acid clohydric và axit nitric.

Lọc phần cặn không tan, phần dịch lọc được giữ lại làm dung dịch chính.

Đốt giấy lọc có chứa phần cặn và xử lý với axit sulfuric và axit flohydric.

Nung chảy với natri carbonat. Hòa tan khối chảy trong axit clohydric và gộp dung dịch thu được này với dung dịch chính.

Phun dung dịch vào ngọn lửa của máy đo phổ hấp thụ nguyên tử sử dụng đầu đốt không khí-axetylen và đo độ hấp thụ tại 232 nm.

So sánh các giá trị hấp thụ thu được với các giá trị thu được từ các dung dịch đường chuẩn.

4.2 Thuốc thử

4.2.1 Natri carbonat, khan.

4.2.2 Axit clohydric, ρ 1,19 g/ml.

4.2.3 Axit clohydric, pha loãng 1 + 4.

4.2.4 Axit clohydric, pha loãng 1 + 50.

4.2.5 Axit nitric, ρ 1,40 g/ml.

4.2.6 Axit sulfuric, pha loãng 1 + 1.

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

4.2.8 Các dung dịch nền.

4.2.8.1 Dung dịch A

Hòa tan 20 g mangan kim loại có độ tinh khiết cao với 150 ml axit clohydric (4.2.3) bằng cách đun nóng trong cốc thử dung tích 500 ml. Làm nguội dung dịch, chuyển sang bình định mức dung tích 1000 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

4.2.8.2 Dung dịch B

Hòa tan 20 g mangan kim loại có độ tinh khiết cao trong 150 ml axit clohydric (4.2.3) khi đang gia nhiệt trong cốc thử dung tích 500 ml. Cho vào 40 g natri carbonat (4.2.1) đã hòa tan trước đó

trong nước. Làm nguội dung dịch, chuyển sang bình định mức dung tích 1000 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

4.2.9 Niken, dung dịch chuẩn tương ứng với 1 g Ni/l.

Cân 1,0000 g niken kim loại (độ tinh khiết 99,95 %) cho vào cốc thử dung tích 250 ml. Hòa tan niken trong 20 ml của hỗn hợp axit gồm ba phần thể tích axit clohydric (4.2.2) và một phần thể tích axit nitric (4.2.5).

Đun sôi dung dịch đến khi các oxit nitơ ngừng thoát ra. Làm nguội dung dịch, chuyển sang bình định mức dung tích 1000 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

1 ml dung dịch chuẩn này chứa 1 mg Ni.

4.2.10 Niken, dung dịch chuẩn tương ứng với 0,05 g Ni/l.

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch niken chuẩn (4.2.9) cho vào bình định mức dung tích 200 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

1 ml dung dịch chuẩn này chứa 0,05 mg Ni.

4.3 Thiết bị, dụng cụ

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

4.3.1 Chén platin.

4.3.2 Máy đo phổ hấp thụ nguyên tử, có đầu đốt không khí-axetylen.

Máy đo phổ hấp thụ nguyên tử sử dụng trong phương pháp này phải đáp ứng các tiêu chí sau:

- Độ nhạy tối thiểu* – độ hấp thụ của dung dịch đường chuẩn có nồng độ cao nhất (xem 4.5.8) tối thiểu là 0,3;
- Độ tuyến tính* – độ dốc của đường chuẩn bao trùm 20 % dải nồng độ phía trên (biểu thị bằng sự thay đổi độ hấp thụ) không nhỏ hơn 0,7 của giá trị độ dốc ở 20 % dải nồng độ phía dưới khi xác định theo cùng phương pháp;
- Độ ổn định tối thiểu* – độ lệch chuẩn độ hấp thụ của dung dịch đường chuẩn có nồng độ cao nhất và độ lệch chuẩn của độ hấp thụ của dung dịch bổ chính đường chuẩn, được tính từ số lượng đủ lớn các phép đo lặp lại, phải nhỏ hơn tương ứng 1,5 % và 0,5 % giá trị trung bình độ hấp thụ của dung dịch đường chuẩn có nồng độ cao nhất.

Máy đo phổ hấp thụ nguyên tử nên được nối với máy ghi biểu đồ và/hoặc máy đọc hiện số.

Các thông số của thiết bị có thể thay đổi với từng loại. Các thông số nêu tại Bảng 3 có thể sử dụng như các hướng dẫn.

Bảng 3 – Thông số của máy đo phổ hấp thụ nguyên tử

Thông số	Giá trị
Đèn niken catot rỗng	30 mA
Độ rộng khe	0,1 mm
Bước sóng	232,0 nm
Tốc độ dòng khí	11,2 l/min
Tốc độ dòng axetylen	1,2 l/min

4.4 Mẫu thử

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

Sử dụng mẫu thử đã nghiền đến kích thước không lớn hơn 100 µm (được kiểm tra trên sàng có kích thước lỗ tương ứng) và làm khô không khí trong các điều kiện của phòng thử nghiệm.

4.5 Cách tiến hành

4.5.1 Phần mẫu thử

Cân 1 g mẫu thử.

4.5.2 Phép thử trắng

Tiến hành phép thử trắng theo tất cả các bước phân tích.

4.5.3 Phân hủy phần mẫu thử

Cho phần mẫu thử (4.5.1) vào trong cốc thử dung tích 250 ml, làm ẩm bằng vài giọt nước và hòa tan trong 10 ml axit clohydric (4.2.2) có gia nhiệt. Cho thêm 1 ml axit nitric (4.2.5).

Làm bay hơi dung dịch đến khô. Làm nguội, cho thêm 10 ml axit clohydric (4.2.2), sau đó gia nhiệt để hòa tan các muối tan được. Pha loãng với khoảng 30 ml nước nóng và lọc dung dịch qua giấy lọc trung bình có chứa một lượng nhỏ bột giấy, sau đó rửa bằng axit clohydric nóng (4.2.4) từ năm đến sáu lần, sau đó bằng nước nóng bảy hoặc tám lần. Giữ lại phần dịch lọc làm dung dịch chính.

4.5.4 Xử lý cặn

Cho giấy lọc chứa cặn vào chén platin (4.3.1). Làm khô, đốt giấy và cặn ở nhiệt độ từ 500 °C đến 600 °C. Để nguội chén, làm ẩm cặn bằng nước và cho vào từ 2 đến 4 giọt axit sulfuric (4.2.6) và cho từ 5 ml đến 7 ml axit flohydric (4.2.7).

Làm bay hơi đến khô, sau đó đốt cặn tại nhiệt độ từ 500 °C đến 600 °C. Làm nguội chén, cho vào 1g natri carbonat (4.2.1) và nung chảy tại nhiệt độ từ 900 °C đến 1000 °C. Hòa tách khối chảy trong 20 ml axit clohydric (4.2.3), sau đó rửa chén bằng nước. Gộp dung dịch này với dung dịch chính (4.5.3).

CHÚ THÍCH: Nếu đã biết quặng không chứa các hợp chất niken không tan, thì có thể bỏ qua qui trình đã nêu tại 4.5.4.

4.5.5 Chuẩn bị dung dịch để đo hấp thụ nguyên tử

Chuyển dung dịch gộp (4.5.3 và 4.5.4) vào bình định mức dung tích 100 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

Tùy thuộc vào hàm lượng niken dự kiến, sử dụng dung dịch đã chuẩn bị hoặc chuyển một phần dung dịch này (xem Bảng 4) vào bình định mức dung tích 100 ml, cho thêm dung dịch nền (4.2.8.1 hoặc 4.2.8.2 tùy theo cách xử lý cặn) và axit clohydric (4.2.2) phù hợp theo Bảng 4, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

Bảng 4 – Dung dịch để đo hấp thụ nguyên tử

Dự kiến phần trăm niken trong mẫu	Lượng mẫu	Hàm lượng niken đo được trong dung dịch	Dung dịch nền (4.2.8)	Axit clohydric (4.2.2)
% (khối lượng)	ml	µg/ml	ml	ml
≥ 0,005 đến 0,1	–	≥ 0,5 đến 10	–	–
> 0,1 đến 0,5	20	> 2 đến 10	20	12
> 0,5 đến 1,0	10	> 5 đến 10	22,5	13,5

4.5.6 Dây dung dịch đường chuẩn

4.5.6.1 Hàm lượng niken dự kiến trên 0,02 % (khối lượng)

Chuẩn bị sáu bình định mức dung tích 100 ml, dùng buret cho vào từng bình một lượng bằng: 0,0; 4,0; 6,0; 10,0; 15,0; và 20,0 ml dung dịch chuẩn niken (4.2.10), tương ứng với: 0; 2,0; 3,0; 5,0; 7,5; và 10 µg Ni/l. Bình đầu tiên dùng để chuẩn bị dung dịch bổ chính đường chuẩn. Cho vào 25 ml dung dịch nền (4.2.8.1 hoặc 4.2.8.2 tùy theo cách xử lý cặn) và 15 ml axit clohydric (4.2.3), pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

4.5.6.2 Hàm lượng niken dự kiến nhỏ hơn 0,02 % (khối lượng)

Chuẩn bị sáu bình định mức dung tích 100 ml, dùng buret cho vào từng bình một lượng bằng: 0,0; 1,0; 2,0; 2,5; 3,0; và 4,0 ml dung dịch chuẩn niken (4.2.10), tương ứng với: 0; 0,5; 1,0; 1,25; 1,5; và 2,0 µg Ni/l. Bình đầu tiên dùng để chuẩn bị dung dịch bổ chính đường chuẩn. Cho thêm vào 25 ml dung dịch

nền (4.2.8.1 hoặc 4.2.8.2 tùy theo cách xử lý cặn) và 15 ml axit clohydric (4.2.3), pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

CHÚ THÍCH: Đối với các thiết bị có độ nhạy cao, có thể sử dụng các phần dung dịch chuẩn ít hơn hoặc có thể sử dụng dung dịch chuẩn pha loãng hơn.

4.5.7 Điều chỉnh máy đo phổ hấp thụ nguyên tử

Tối ưu hóa tín hiệu của thiết bị như mô tả tại 4.3.2. Đặt bước sóng tại 232,0 nm để thu được độ hấp thụ tối thiểu. Sau 10 min gia nhiệt trước đầu đốt, điều chỉnh nhiên liệu và đầu đốt để thu được độ hấp thụ lớn nhất trong khi hút dung dịch đường chuẩn cao nhất (4.5.6).

Phun nước và dung dịch đường chuẩn cao nhất (4.5.6) để đảm bảo số đọc không bị trôi và sau đó đặt số đọc ban đầu cho nước về độ hấp thụ zero.

4.5.8 Đo phổ hấp thụ nguyên tử

Phun nước cho đến khi lại thu được số đọc ban đầu. Phun dung dịch đường chuẩn cao nhất (4.5.6) và dung dịch thử cuối cùng (4.5.5) theo thứ tự độ hấp thụ tăng dần, bắt đầu tiến hành với dung dịch thử trắng (4.5.2), dung dịch bổ chính đường chuẩn và dung dịch thử cuối cùng (4.5.5) được phun tại các điểm thích hợp trong các dãy. Khi đã thu được tín hiệu ổn định đối với từng dung dịch, ghi lại các số đọc. Phun nước giữa các lần phun từng dung dịch đường chuẩn và dung dịch thử (4.5.5).

Lặp lại phép đo ít nhất hai lần, nếu cần thì chuyển đổi các giá trị trung bình số học của các số đọc đối với từng dung dịch đường chuẩn về độ hấp thụ. Thu được độ hấp thụ thực của từng dung dịch đường chuẩn bằng cách trừ đi độ hấp thụ trung bình của dung dịch bổ chính đường chuẩn.

Theo cách tương tự, thu được độ hấp thụ thực của dung dịch thử bằng cách trừ đi độ hấp thụ của dung dịch thử trắng (4.5.2).

4.5.9 Lập đường chuẩn

Dựng đường chuẩn bằng cách vẽ các giá trị độ hấp thụ thực của các dung dịch đường chuẩn (4.5.6) theo các nồng độ của niken, tính bằng microgam trên mililit.

4.6 Biểu thị kết quả

4.6.1 Tính kết quả

Chuyển đổi các số đọc độ hấp thụ thực của dung dịch thử về microgam niken trên mililit bằng phương pháp đường chuẩn (4.5.9).

Hàm lượng niken (Ni), biểu thị bằng phần trăm khối lượng, tính theo công thức sau:

$$\frac{\rho_{Ni} \cdot V \times 100}{m \times 10^6} \times K = \frac{\rho_{Ni} \cdot V}{m \times 10^4} \times K$$

trong đó

ρ_{Ni} là nồng độ của niken trong dung dịch thử, tính bằng microgram trên mililit;

V là thể tích cuối cùng của dung dịch thử, tính bằng mililit;

m là khối lượng của mẫu thử trong thể tích cuối cùng của dung dịch thử, tính bằng gam;

K là hệ số chuyển đổi để biểu thị hàm lượng niken ở trạng thái khô.

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

Bảng 5 – Sai số cho phép đối với hàm lượng niken

Các giá trị biểu thị bằng phần trăm khối lượng

Hàm lượng niken	Sai số cho phép	
	Ba phép xác định hai lần	Hai phép xác định hai lần
$\geq 0,005$ đến $0,01$	0,003	0,002
$> 0,01$ đến $0,02$	0,005	0,004
$> 0,02$ đến $0,05$	0,007	0,006
$> 0,05$ đến $0,1$	0,01	0,008
$> 0,1$ đến $0,2$	0,02	0,015
$> 0,2$ đến $0,5$	0,03	0,02
$> 0,5$ đến $1,0$	0,04	0,03