

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 12127:2017
ISO 10469:2006**

**TINH QUẶNG ĐỒNG SULFUA - XÁC ĐỊNH ĐỒNG -
PHƯƠNG PHÁP ĐIỆN PHÂN**

*Copper sulfide concentrates -
Determination of copper - Electrogravimetric method*

HÀ NỘI - 2017

Lời nói đầu

TCVN 12127:2017 hoàn toàn tương đương với ISO 10469:2006.

TCVN 12127:2017 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.

Lời giới thiệu

ISO 10469:1994 đã được soát xét định kỳ vào năm 1999. Mặc dù tại thời điểm đó quyết định phê chuẩn tiêu chuẩn này đã được đưa ra, nhưng Nhật bản vẫn đệ trình các ý kiến góp ý quan trọng. Năm 2000 các ý kiến này đã được nghiên cứu xem xét tại cuộc họp của ban kỹ thuật ISO/TC 183, Hội nghị đã nhất trí để Nhật Bản soạn thảo lại ISO 10469 nhằm thể hiện các thay đổi đã kiến nghị.

Sự thay đổi lớn nhất là bỏ đi phần hiệu chỉnh đối với các tạp chất.

ISO/TC 183 nhất trí rằng các thay đổi không thay cho một chương trình thử nghiệm liên phòng mới. Chi tiết về các thay đổi như sau:

- a) Bỏ phần xác định các tạp chất trong đồng lắng cặn (7.9 trong ISO 10469:1994);
- b) Chỉnh sửa trình bày phần hoà tan phần mẫu thử theo ISO 10258:1994, *Tinh quặng đồng sulfua – Xác định hàm lượng đồng – Phương pháp chuẩn độ*;
- c) Chỉnh sửa phần trình bày về phương pháp tách sulfua theo ISO 10258:1994;
- d) Trong trường hợp tinh quặng có chứa bismut hoặc telua, cải biên qui trình tách sulfua. Phương pháp mô tả tại tiêu chuẩn ISO 10469:1994 có hàm lượng đồng cao trong kết tủa sắt hydroxit, điều này dẫn đến các kết quả không đúng. Phương pháp nêu tại ISO 13658:2000, *Tinh quặng kẽm sulfua – Xác định hàm lượng kẽm – Phương pháp kết tủa hydroxit và chuẩn độ EDTA* có hàm lượng đồng ít hơn trong kết tủa sắt hydroxit so với phương pháp mô tả tại ISO 10469:1994, vì vậy phương pháp mô tả tại ISO 10469:1994 đã được sửa đổi có tham khảo ISO 13658;
- e) Qui trình xử lý kết tủa sắt hydroxit (có chứa đồng) không được nêu trong tiêu chuẩn ISO 10469:1994. Qui trình xử lý đã được bổ sung vào tiêu chuẩn soát xét này.

Dung dịch đường chuẩn A (4.34.1 trong ISO 10469:1994) sẽ sử dụng tại 7.7.1 (Phương pháp FAAS xác định đồng trong dung dịch lọc của kết tủa sulfua). Dung dịch lọc này có chứa ion sắt, vì thế dung dịch đường chuẩn A phải có sắt để đạt được sự phù hợp nền. Phương pháp kết tủa dung dịch đường chuẩn A đã được soát xét để đề cập đến ion sắt trong tiêu chuẩn soát xét này.

Tinh quặng đồng sulfua – Xác định đồng – Phương pháp điện phân

Copper sulfide concentrates – Determination of copper – Electrogravimetric method

CẢNH BÁO: Tiêu chuẩn này có thể liên quan đến các vật liệu, thao tác và thiết bị nguy hại. Trách nhiệm của người sử dụng tiêu chuẩn này là phải thiết lập các quy tắc thực hành thích hợp đảm bảo sức khỏe, an toàn và xác định khả năng áp dụng các giới hạn theo qui định trước khi sử dụng.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp điện phân để xác định hàm lượng đồng có trong tinh quặng đồng sulfua từ 15 % (khối lượng) đến 50 % (khối lượng).

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 1044 (ISO 4787), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Dụng cụ đo thể tích bằng thủy tinh – Phương pháp sử dụng và thử nghiệm dung tích.*

TCVN 7149 (ISO 385), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Buret*

TCVN 7151 (ISO 648), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet một mức*

TCVN 7153 (ISO 1042), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Bình định mức*

TCVN 12125 (ISO 9599), *Tinh quặng đồng, chì, kẽm và niken sulfat – Xác định hàm lượng ẩm của mẫu phân tích – Phương pháp khối lượng*

3 Nguyên tắc

Phân hủy phần mẫu thử bằng các axit nitric và axit sulfuric, và tách đồng khỏi các nguyên tố cản trở:

- tách bạc bằng kết tủa của bạc clorua;
- tách asen, antimon, selen và thiếc bằng cách cho bốc khói với axit bromhydric;

– tách sắt bằng cách kết tủa đồng sulfua với natri thiosulfat hoặc sắt(III) oxit hydrat (bismut và telua cũng được tách ra theo cách này).

Sự kết tủa của đồng trong quá trình điện phân xuất hiện khi có mặt axit nitric, axit sulfuric và các vết clorua. Ở điều kiện này, không xảy ra hiện tượng cộng kết của molybden.

Các vết đồng trong chất điện phân, phần lọc của kết tủa đồng sulfua, tất cả các kết tủa và cặn được xác định bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (FAAS) hoặc quang phổ phát xạ nguyên tử plasma cặp cảm ứng.

Hàm lượng thông thường của thủy ngân trong tinh quặng đồng không ảnh hưởng đến kết quả hàm lượng đồng. Tại các hàm lượng bằng hoặc lớn hơn 0,005 %, phải tiến hành kiểm tra hàm lượng của thủy ngân trong kết tủa đồng. Tiêu chuẩn này không qui định qui trình kiểm tra này.

4 Hóa chất, thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng các hóa chất cấp phân tích được công nhận và nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

4.1 Axit nitric, đậm đặc (ρ_{20} 1,42 g/ml).

4.2 Axit nitric, pha loãng 1 + 1.

Vừa khuấy vừa cho từ từ 500 ml axit nitric đậm đặc (4.1) vào 500 ml nước.

4.3 Axit sulfuric, đậm đặc (ρ_{20} 1,84 g/ml).

4.4 Axit sulfuric, pha loãng 1 + 1.

Vừa khuấy vừa cho từ từ 500 ml axit sulfuric đậm đặc (4.3) vào 500 ml nước. Làm nguội dung dịch.

4.5 Axit sulfuric, pha loãng 1 + 4.

Vừa khuấy vừa cho từ từ 200 ml axit sulfuric đậm đặc (4.3) vào 800 ml nước. Làm nguội dung dịch.

4.6 Natri thiosulfat pentahydrat, dung dịch (450 g/L).

4.7 Hỗn hợp nitro hóa

Cho từ từ 250 ml axit sulfuric đậm đặc (4.3) vào 250 ml axit nitric đậm đặc (4.1).

4.8 Natri clorua, dung dịch 10 g/L.

4.9 Natri clorua, dung dịch 0,5 g/L.

4.10 2-propanol

4.11 Etanol, độ tinh khiết tối thiểu 95 % (thể tích).

4.12 Metanol, độ tinh khiết tối thiểu 95 % (thể tích).

4.13 Dung dịch amoni sắt(III) sulfat.

Cho 50 ml axit sulfuric pha loãng (4.4) và 43 g amoni sắt(III) sulfat dodecahydrat $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4) \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ vào 950 ml nước.

4.14 Dung dịch sắt(III) nitrat.

Cho 30 g sắt(III) nitrat nonahydrat $[\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ vào 100 ml nước.

4.15 Dung dịch amoniac, (ρ_{20} 0,91 g/ml).**4.16 Dung dịch amoniac, pha loãng 1 + 99****4.17 Axit bromhydric (ρ_{20} 1,50 g/ml).****4.18 Axit perchloric (ρ_{20} 1,53 g/ml).****4.19 Axit flohydric, (ρ_{20} 1,14 g/ml).****4.20 Kim loại đồng, độ tinh khiết tối thiểu 99,999 %.****4.21 Natri sulfat, (Na_2SO_4), khan.****4.22 Axit clohydric, đậm đặc (ρ_{20} 1,16 g/ml đến 1,18 g/ml).****4.23 Axit clohydric, pha loãng 1 + 1.**

Vừa khuấy vừa cho 500 ml axit clohydric đậm đặc (4.22) vào 500 ml nước.

4.24 Brom.**4.25 Dung dịch đồng chuẩn, 1 ml chứa 0,1 mg Cu**

Hòa tan 0,1 000 g kim loại đồng (4.20) trong 10 ml axit nitric loãng ấm (4.2) và gia nhiệt cho bay hơi đến còn 5 ml để đuổi các oxit nitơ. Chuyển vào bình định mức dung tích 1 000 ml, dùng nước làm đầy gần đến vạch mức, lắc đều và để cân bằng tại nhiệt độ phòng, sau đó làm đầy chính xác đến vạch mức và lắc đều lại.

Chuẩn bị các dung dịch chuẩn tại cùng nhiệt độ môi trường xung quanh như khi tiến hành các phép xác định.

4.26 Các dung dịch đường chuẩn

Chuẩn bị các dung dịch đường chuẩn tại cùng nhiệt độ môi trường xung quanh như khi tiến hành các phép xác định.

Các dung dịch đường chuẩn được chuẩn bị mới ngay trước khi sử dụng.

4.26.1 Các dung dịch đường chuẩn A

Dùng pipet lấy 0,0 ml, 10,00 ml, 20,00 ml, 30,00 ml và 40,00 ml dung dịch đồng chuẩn (4.25) thêm một loạt các bình định mức một vạch dung tích 500 ml. Thêm từng bình 40 ml axit sulfuric loãng (4.4), 13 g natri sulfat (4.21) và 50 ml (xem đoạn thứ ba) amoni sắt(III) sulfat (4.13) (tương ứng

khoảng 250 mg sắt). Dùng nước pha loãng, khuấy làm tan các muối, dùng nước làm đầy đến gần vạch mức, lắc đều và để cân bằng tại nhiệt độ phòng, sau đó làm đầy chính xác đến vạch mức và lắc đều lại.

Các dung dịch này có chứa 0 mg Cu, 1 mg Cu, 2 mg Cu, 3 mg Cu và 4 mg Cu trong thể tích 500 ml.

Nếu dung dịch thử có chứa ít hơn 50 mg sắt, chỉ thêm 10 ml amoni sắt(III) sulfat (4.13) vào từng bình.

Trong trường hợp khi dung dịch thử chứa nhiều hơn 4 mg Cu, pha loãng bằng dung dịch đường chuẩn có chứa 0,0 mg Cu, cho đến khi nồng độ của đồng trong dung dịch thử đạt dưới 4 mg/500 ml.

4.26.2 Các dung dịch đường chuẩn B

Dùng pipet lấy 0,0 ml, 10,00 ml, 20,00 ml, 30,00 ml và 40,00 ml dung dịch đồng chuẩn (4.25) thêm một loạt các bình định mức một vạch dung tích 500 ml. Thêm từng bình 30 ml axit sulfuric loãng (4.4), 10 ml axit nitric loãng (4.2), 15 ml axit clohydric loãng (4.23) và 25 ml dung dịch amoni sắt(III) sulfat (4.13). Dùng nước làm đầy đến gần vạch mức, lắc đều và để cân bằng tại nhiệt độ phòng, sau đó làm đầy chính xác đến vạch mức và lắc đều lại.

Các dung dịch này có chứa 0 mg Cu, 1 mg Cu, 2 mg Cu, 3 mg Cu và 4 mg Cu trong thể tích 500 ml.

Trong trường hợp khi dung dịch thử chứa nhiều hơn 4 mg Cu, pha loãng bằng dung dịch đường chuẩn có chứa 0,0 mg Cu, cho đến khi nồng độ của đồng trong dung dịch thử đạt dưới 4 mg/500 ml.

4.26.3 Các dung dịch đường chuẩn C

Dùng pipet lấy 0,0 ml, 10,00 ml, 20,00 ml, 30,00 ml và 40,00 ml dung dịch đồng chuẩn (4.25) thêm một loạt các bình định mức một vạch dung tích 500 ml. Thêm từng bình 20 ml axit sulfuric loãng (4.4), 10 ml axit nitric loãng (4.2) và 50 ml (xem đoạn thứ ba) amoni sắt(III) sulfat (4.13) (tương ứng khoảng 250 mg sắt). Dùng nước làm đầy gần đến vạch mức, lắc đều và để cân bằng tại nhiệt độ phòng, sau đó làm đầy chính xác đến vạch mức và lắc đều lại.

Các dung dịch này có chứa 0 mg Cu, 1 mg Cu, 2 mg Cu, 3 mg Cu và 4 mg Cu trong thể tích 500 ml.

Nếu phần mẫu thử có chứa ít hơn 50 mg sắt [$< 2,5 \%$ (khối lượng) Fe], mỗi lần chỉ thêm vào 10 ml dung dịch amoni sắt(III) sulfat (4.13).

Trong trường hợp khi dung dịch thử chứa nhiều hơn 4 mg Cu, pha loãng bằng dung dịch đường chuẩn có chứa 0,0 mg Cu, cho đến khi nồng độ của đồng trong dung dịch thử đạt dưới 4 mg/500 ml.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Các thiết bị thông dụng trong phòng thí nghiệm, bao gồm các tủ hút, bếp điện, tủ sấy, cân phân tích và bồn cách thủy có bộ kiểm soát nhiệt độ các dung dịch.

5.2 Các dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm.

5.3 Các dụng cụ thể tích bằng thủy tinh, loại A phù hợp các TCVN 7149 (ISO 385), TCVN 7151 (ISO 648), và TCVN 7153 (ISO 1042) và sử dụng phù hợp với TCVN 1044 (ISO 4787).

5.4 Bình hút ẩm

5.5 Giấy lọc, có các độ xốp khác nhau (dày và trung bình).

5.6 Thiết bị dùng cho phép điện phân tĩnh

5.7 Điện cực platin/platin, điện cực dạng lưới làm catot, điện cực dạng xoắn làm anot.

CHÚ THÍCH: Các catốt Winkeler cho thấy là phù hợp.

5.8 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS)

Các điều kiện của thiết bị:

- Ngọn lửa: không khí/acetylen;
- Bước sóng: 324,7 nm.

5.9 Máy quang phổ phát xạ nguyên tử plasma cặp cảm ứng (ICP) (tùy chọn)

5.10 Đĩa platin

5.11 Đĩa polytetrafluoroetylen (PTFE)

6 Mẫu

6.1 Mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử đã cân bằng trong không khí theo TCVN 12125 (ISO 9599).

CHÚ THÍCH: Không cần mẫu thử nếu sử dụng các phần mẫu thử đã sấy sơ bộ (xem Phụ lục A).

6.2 Phần mẫu thử

Lấy nhiều mẫu đơn, lấy khoảng 2 g mẫu thử và cân chính xác đến 0,1 mg (m). Đồng thời cân các phần mẫu thử dùng cho phép phân tích, cân các phần mẫu thử để xác định hàm lượng ẩm theo TCVN 12125 (ISO 9599).

Ngoài ra, có thể sử dụng phương pháp qui định tại Phụ lục A để chuẩn bị các phần mẫu thử đã sấy sơ bộ từ mẫu phòng thử nghiệm.

7 Cách tiến hành

7.1 Số lượng các phép xác định

Đối với từng mẫu thử, thực hiện ít nhất một phép xác định kép dưới các điều kiện càng giống các điều kiện lặp lại càng tốt.

CHÚ THÍCH: Các điều kiện lặp lại là điều kiện mà ở đó các kết quả thử độc lập thu được bằng cùng một phương pháp trên cùng một vật liệu thử trong cùng một phòng thử nghiệm do cùng một thí nghiệm viên thực hiện trên cùng một thiết bị, trong các khoảng thời gian ngắn.

7.2 Phép thử trắng

Thực hiện phép thử trắng song song với phép phân tích, sử dụng cùng một lượng tất cả các thuốc thử nhưng không có phần mẫu thử. Trong phương pháp này, mục đích của phép thử trắng là kiểm tra chất lượng của các thuốc thử. Nếu trong phép thử trắng nhận được kết quả là giá trị đáng kể, phải kiểm tra tất cả các loại thuốc thử và tiến hành khắc phục các vấn đề này.

7.3 Hòa tan phần mẫu thử

Cho phần mẫu thử vào bình tam giác hoặc bình cao thành có dung tích 400 ml hoặc 500 ml, hoặc bình Erlenmeyer dung tích 500 ml. Làm ấm bằng 10 ml nước. Thêm 20 ml axit nitric loãng (4.2). Đậy bình bằng nắp kính đồng hồ hoặc sử dụng bình Erlenmeyer có khóa nhỏ giọt và gia nhiệt trong khoảng

10 min tại nhiệt độ từ 60 °C đến 70 °C. Cho thêm 10 ml axit sulfuric loãng (4.4) và gia nhiệt từ từ để phân hủy phần mẫu thử. Sau khi kết thúc phản ứng đầu tiên, rửa mặt dưới của nắp kính đồng hồ hoặc khóa nhỏ giọt bằng một lượng nước tối thiểu, thu lại phần nước rửa này vào bình tam giác hoặc bình Erlenmeyer. Tiếp tục gia nhiệt cho đến khi có khói trắng bốc lên, sau đó để nguội.

Nếu thấy cặn có màu tối (có carbon), cho từ từ một lượng nhỏ hỗn hợp nitro hóa (4.7) vào dung dịch nóng này cho đến khi dung dịch chuyển thành không màu hoặc màu hơi xanh và gia nhiệt cho đến khi có khói trắng bốc lên mạnh.

Nếu sự phân hủy lưu huỳnh lắng cặn chưa triệt để, cho thêm 5 ml axit nitric (4.1) và 1 ml brom (4.24), và gia nhiệt cho đến khi có khói trắng bốc lên mạnh.

7.4 Tách asen, antimon, thiếc, selen và bạc

Cẩn thận cho 5 ml nước và 10 ml axit bromhydric (4.17), gia nhiệt cho đến khi có khói trắng bốc lên mạnh, sau đó để nguội. Cho thêm 5 ml axit sulfuric loãng (4.4) và 10 ml axit bromhydric (4.17) và gia nhiệt cho đến khi có khói trắng bốc lên mạnh, sau đó để nguội.

CẢNH BÁO – PHẢI rất cẩn thận khi thực hiện bước này.

CHÚ THÍCH: Có thể bỏ qua bước này nếu mẫu thử có hàm lượng của mỗi nguyên tố As, Sb, Sn và Se nhỏ hơn 0,01 % (khối lượng).

Thêm 100 ml nước và làm ấm lên để hòa tan các muối tan được.

Kết tủa bạc hoàn toàn thành bạc clorua bằng cách thêm khoảng 1 ml dung dịch natri clorua (4.8).

CHÚ THÍCH: Có thể bỏ qua bước này nếu mẫu thử có nhỏ hơn 0,01 % (khối lượng) Ag.

Gia nhiệt đến sôi, sau đó để nguội.

Lọc qua giấy lọc dày (5.5), rửa bằng nước nguội, và thu gom dịch lọc vào bình tam giác hoặc bình thành cao dung tích 400 ml hoặc 500 ml hoặc bình Erlenmeyer dung tích 500 ml (chỉ đối với việc tách sulfua). Giữ lại giấy lọc và cặn cho phép xác định đồng bằng máy quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (FAAS) (như mô tả tại 7.7.3) trừ khi đã chứng minh qua phép thử trước, là đồng có trong mẫu thử này tan hoàn toàn, sử dụng lần hòa tan ban đầu (7.3).

7.5 Tách đồng

Tách đồng ra khỏi các nguyên tố sắt cản trở theo 7.5.1 hoặc 7.5.2.

7.5.1 Tách sulfua

Dùng nước pha loãng dung dịch lọc đến 200 ml và gia nhiệt đến nhiệt độ từ 70 °C đến 90 °C. Vừa khuấy vừa cho từ từ 50 ml dung dịch natri thiosulfat (4.6) vào để tạo thành nhũ tương có màu vàng hoặc nâu vàng. Gia nhiệt từ từ đến sôi nhẹ cho đến khi xuất hiện kết tủa đồng đặc.

Lọc tách kết tủa qua giấy lọc trung bình (5.5). Gom phần dung dịch lọc vào bình tam giác 500 ml, và rửa ngay giấy lọc cùng cặn bằng nước nóng. Giữ dịch lọc cho các phép xác định đồng bằng FAAS (như mô tả tại 7.7.1).

Cho giấy lọc và kết tủa đồng sulfua vào lại bình đã dùng cho kết tủa, đặt bằng nắp kính đồng hồ hoặc khóa nhỏ giọt, thêm 30 ml axit nitric (4.1) và 10 ml axit sulfuric (4.3), gia nhiệt để phân hủy kết tủa và giấy lọc, và tiếp tục gia nhiệt cho đến khi có khói mạnh bốc lên.

Nếu thấy cặn có màu tối (có carbon), cho từ từ một lượng nhỏ hỗn hợp nitro hóa (4.7) vào dung dịch nóng này cho đến khi dung dịch chuyển thành không màu hoặc màu hơi xanh.

Nếu lưu huỳnh dạng nguyên tố vẫn còn, tiếp tục gia nhiệt cho đến khi phân hủy hoàn toàn. Cho 10 ml axit nitric (4.1) vào xung quanh phía trên vành cốc thử để rửa hết cặn lưu huỳnh. Sau đó cho 2 ml axit sulfuric loãng (4.5) và gia nhiệt cho đến khi khói bốc lên mạnh. Để nguội.

Dùng nước pha loãng đến 100 ml, làm ấm lên để hòa tan các muối tan được, lọc vào bình thành cao dung tích 400 ml và rửa giấy lọc và bình bằng nước. Giữ lại dung dịch lọc cho phép xác định đồng bằng máy quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (FAAS) (như mô tả tại 7.7.3)

CHÚ THÍCH: Có thể bỏ qua bước này nếu mẫu thử có chứa Bi và/hoặc Te nhỏ hơn 0,01 % (khối lượng).

Thêm 3 ml dung dịch sắt(III) nitrat (4.14) và vừa khuấy vừa cho từ từ dung dịch amoniac (4.15) cho đến khi muối đồng bazơ kết tủa lúc đầu bị hòa tan lại, sau đó cho tiếp 30 ml dung dịch amoniac (4.15) để tạo thành dung dịch kiềm. Gia nhiệt cho đến khi bắt đầu sôi, lọc kết tủa qua giấy lọc trung bình (5.5) và rửa bằng dung dịch amoniac loãng (4.16). Gom phần dung dịch lọc và rửa vào cốc thành cao dung tích 400 ml.

Dùng nước rửa kết tủa vào cốc ban đầu và hòa tan kết tủa còn bám trên giấy lọc bằng cách cho 15 ml axit sulfuric loãng ấm (4.5) theo các lượng nhỏ. Dùng nước nóng rửa giấy lọc, gom phần nước rửa vào cốc ban đầu. Hòa tan hoàn toàn kết tủa bằng cách cho 10 ml axit sulfuric loãng (4.4), làm ấm lên và pha loãng bằng nước để có thể tích xấp xỉ 100 ml. Vừa khuấy vừa cho dung dịch amoniac