

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 5399 : 1991

VÀNG -

PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH HẤP THỤ NGUYÊN TỬ

Gold – Methods of atomic absorption analysis

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 5399 : 1991 do Viện Công nghệ - Bộ Công nghiệp nặng biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Ủy ban Khoa học Nhà nước (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.

Vàng – Phương pháp phân tích hấp thụ nguyên tử

Gold – Methods of atomic absorption analysis

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp hấp thụ nguyên tử, xác định hàm lượng các tạp chất: bạc, đồng, sắt, platin, paladi, rôdi, bítmút, chì, antimon, kẽm, mangan, niken và crôm trong mẫu vàng có hàm lượng vàng không nhỏ hơn 99,9 %.

1 Bản chất phương pháp

1.1 Phương pháp dựa trên cơ sở hoá hơi và nguyên tử hoá dung dịch mẫu thử, trong ngọn lửa của mỏ đốt khí hoặc trong lò nung graphit và đo độ hấp thụ nguyên tử vạch cộng hưởng của tạp cần xác định. Xác lập mối liên hệ giữa trị số hấp thụ với nồng độ tạp chất trong dung dịch dựa vào đồ thị chuẩn.

1.2 Phương pháp này cho phép xác định các tạp chất với hàm lượng được quy định trong Bảng 1.

Bảng 1

Tạp chất được xác định	Hàm lượng, %	Tạp chất cần xác định	Hàm lượng, %
Bạc	Từ 0,0001 đến 0,05	Chì	Từ 0,0003 đến 0,02
Đồng	Từ 0,0001 đến 0,05	Antimon	Từ 0,0002 đến 0,02
Sắt	Từ 0,0002 đến 0,05	Mangan	Từ 0,0002 đến 0,02
Platin	Từ 0,0002 đến 0,05	Kẽm	Từ 0,0002 đến 0,02
Rôdi	Từ 0,0002 đến 0,02	Crôm	Từ 0,0002 đến 0,02
Paladi	Từ 0,0001 đến 0,01	Niken	Từ 0,0002 đến 0,02
Bítmút	Từ 0,0001 đến 0,02		

1.3 Sai số cho phép của kết quả phân tích hàm lượng các tạp chất với xác suất tin cậy P = 0,95, được quy định trong Bảng 2.

Đối với hàm lượng ở khoảng trung gian cho phép tính sai số theo phương pháp nội suy tuyến tính.

Bảng 2

%

Hàm lượng tạp chất	Mức sai số	Hàm lượng tạp chất	Mức sai số
0,0001	± 0,00004	0,005	± 0,0008
0,0003	± 0,00008	0,008	± 0,001
0,0005	± 0,0001	0,02	± 0,0025
0,001	± 0,0002	0,05	± 0,006
0,003	± 0,0005		

2 Yêu cầu chung

Yêu cầu chung đối với phương pháp phân tích theo TCVN 5196 : 1990.

3 Thiết bị, vật liệu và hoá chất

Máy hấp thụ nguyên tử, làm việc được với ngọn lửa propan– butan không khí và ngọn lửa axetylen – không khí cũng như với lò nung graphit.

Đèn catốt rỗng.

Cân phân tích có độ chính xác cấp 2.

Bếp điện trở.

Lò múp có điều chỉnh nhiệt.

Khí propan–butan kỹ thuật.

Khí axetylen kỹ thuật.

Khí agon.

Mẫu chuẩn vàng theo tiêu chuẩn hiện hành.

Cối mã nã.

Pipet dung tích 1 cm³; 5 cm³; 10 cm³ có chia độ.

Bình định mức dung tích 25 cm³; 50 cm³; 100 cm³; 1000 cm³.

Ống định mức dung tích 10 cm³.

Cốc ống thủy tinh dung tích 50 cm³; 100 cm³; 200 cm³; 250 cm³; 1000 cm³.

Phễu chiết bằng thủy tinh hoặc thạch anh dung tích 100 cm³ và 500 cm³.

Chén corundum.

Giấy lọc “băng xanh”, “băng trắng”.

Axit clohydric d = 1,19 và dung dịch 1 : 1; 1 : 5.

Axit nitric d = 1,40 và dung dịch 1 : 1.

Axit sunfuric d = 1,84 và dung dịch 1 : 9.

Benzentoluen.

Dibutylsunfit.

Dung dịch dibutylsunfit trong benzentoluen có nồng độ 1,0 mol/dm³ được chuẩn bị như sau: lấy 175 cm³ dibutylsunfit cho vào phễu chiết dung tích 500 cm³, rót 100 cm³ dung dịch axit clohydric (1 : 5) vào lắc kỹ trong 3 phút. Sau khi phân lớp, rút pha nước ra, rồi lại rót 100 cm³ dung dịch axit clohydric (1 : 5) vào phễu chiết và nguyên công rửa dibutylsunfit được lặp lại. Sau khi phân lớp chuyển pha dibutylsunfit vào bình định mức dung tích 1000 cm³ thêm benzentoluen đến vạch và lắc kỹ.

Dung dịch dibutylsunfit trong benzentoluen có nồng độ 0,5 mol/dm³ được chuẩn bị như sau: Pha loãng dung dịch (1,0 mol/dm³) bằng toluen tỉ lệ 1 : 1.

Axit tetric, dung dịch 10 g/dm³.

Cadimi sunfat.

Dung dịch đệm cadimi sunfat, dung dịch 5 mg/cm³, chuẩn bị như sau lấy 11,4 g cadimisunfat cho vào bình định mức dung tích 1000 cm³, thêm 500 cm³, lắc kỹ đến khi hoà tan muối, thêm nước đến vạch lắc kỹ.

Bari peroxit.

Vàng tinh khiết cao, hàm lượng vàng không nhỏ hơn 99,999 %.

Bạc.

Sắt.

Đồng.

TCVN 5399 : 1991

Bítmút.

Chì tinh khiết cao.

Kẽm.

Antimon.

Mangan kim loại.

Crôm kim loại.

Paladi ở dạng bột.

Platin ở dạng bột.

Rôđi ở dạng bột hoặc roditriclorua ngậm bốn phân tử nước.

3.1 Chuẩn bị các dung dịch chuẩn cơ bản

Dung dịch chuẩn của bítmút, sắt, đồng và niken; dung dịch 2 mg/cm³.

Cân mỗi kim loại 200 mg, đem hoà tan bằng đun nóng trong 10 cm³ dung dịch axit nitric (1 : 1).

Cô dung dịch đến thể tích 2 cm³ ÷ 3 cm³, thêm 20 cm³ dung dịch axit clohydric (1 : 5), chuyển vào bình định mức dung tích 100 cm³, thêm dung dịch axit clohydric (1 : 5) đến vạch và lắc kỹ.

Dung dịch chuẩn của chì: dung dịch 2 mg/cm³ lấy 200 mg chì đem hoà tan bằng đun nóng trong 10 cm³ dung dịch axit nitric (1 : 1). Chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 100 cm³, thêm nước đến vạch và lắc kỹ.

Dung dịch chuẩn của bạc: dung dịch 1 mg/cm³.

Lấy 100 mg bạc kim loại đem hoà tan bằng đun nóng trong 10 cm³ dung dịch axit nitric (1 : 1) thêm 50 cm³ axit clohydric và đun sôi đến khi hoà tan hoàn toàn kết tủa bạc clorua. Làm nguội, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 100 cm³, thêm dung dịch axit clohydric (1 : 1) đến vạch và lắc kỹ.

Dung dịch chuẩn của antimon: dung dịch 2 mg/cm³.

Lấy 200 mg antimon kim loại đem hoà tan bằng đun nóng trong 20 cm³ hỗn hợp axit clohydric và axit nitric (3 : 1). Cô dung dịch đến thể tích 2 cm³ ÷ 3 cm³, thêm vào 20 cm³ dung dịch axit clohydric (1 : 5) chuyển vào bình định mức dung tích 100 cm³, thêm dung dịch axit clohydric (1 : 50) đến vạch lắc kỹ.

Dung dịch chuẩn của crôm, kẽm, và mangan dung dịch 2 mg/cm³.

Lấy 200 mg mẫu từ mỗi kim loại kể trên, đem hoà tan hoặc đun nóng trong 10 cm³ dung dịch axit clohydric (1 : 1) chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 100 cm³, thêm dung dịch axit clohydric (1 : 5) đến vạch lắc kỹ.

Dung dịch chuẩn của platin; dung dịch 2 mg/cm³.

Lấy 200 mg platin đem hoà tan bằng đun nóng trong 20 cm³ hỗn hợp axit clohydric và axit nitric (3 : 1), cô dung dịch đến thể tích 3 cm³ ÷ 5 cm³, thêm 20 cm³ dung dịch axit clohydric (1 : 5) chuyển vào bình định mức dung tích 100 cm³, thêm dung dịch axit clohydric (1 : 5) đến vạch và lắc kỹ.

Dung dịch chuẩn của rôdi; dung dịch 2 mg/cm³: có hai phương pháp chuẩn bị dung dịch chuẩn của rôdi:

Phương pháp 1: Lấy 200 mg rôdi (ở dạng bột) trộn với 1000 mg bari peroxit, đem chà nhỏ trong cối mã não chuyển vào chén corundun và thiêu kết trong lò múp với thời gian 2 giờ ÷ 3 giờ, nhiệt độ 800 ° C đến 900 ° C. Làm nguội chất thiêu kết và chuyển vào cốc dung tích 200 cm³, dùng nước thấm ướt và hoà tan trong dung dịch axit clohydric (1 : 1). Nếu sau khi hoà tan chất thiêu kết trong dung dịch vẫn còn thì phải thiêu kết và hoà tan lại. Dùng nước pha loãng dung dịch đến thể tích 50 cm³ và thêm dung dịch axit sunfuric (1 : 9) để kết tủa bari sunfat. Đun dung dịch đến nhiệt độ 60 ° C đến 70 ° C trong 2 giờ đến 3 giờ để bari sunfat kết tủa hoàn thành, lọc dung dịch qua giấy lọc “băng xanh” hoặc “băng trắng” vào bình định mức dung tích 100 cm³. Rửa kết tủa trên giấy lọc 4 đến 5 lần bằng dung dịch axit clohydric (1 : 5) nóng, sau đó rửa 5 đến 6 lần bằng nước nóng. Thêm dung dịch axit clohydric (1 : 5) đến vạch và lắc kỹ.

Phương pháp 2: Lấy 546,7 mg rodi trichlorua đem hoà tan bằng đun nóng nhẹ trong 20 cm³ dung dịch axit clohydric (1 : 1) làm nguội dung dịch và chuyển vào bình định mức dung tích 100 cm³, thêm dung dịch axit clohydric (1 : 5) đến vạch lắc kỹ.

3.2 Chuẩn bị các dung dịch chuẩn chứa tổng tạp chất cần xác định.

Dung dịch A: Lấy 5 cm³ dung dịch chuẩn cơ bản của bítmút, sắt, đồng, niken, chì, mangan, antimon, crôm, kẽm, platin, paladi, rôdi và 10 cm³ dung dịch chuẩn cơ bản của bạc cho vào bình định mức dung tích 100 cm³, thêm dung dịch axit clohydric (1 : 5) đến vạch lắc kỹ.

1 cm³ dung dịch chứa 100 µg mỗi tạp chất cần xác định.

Dung dịch B: Lấy 10 cm³ dung dịch A cho vào bình định mức dung tích 100 cm³, thêm dung dịch axit clohydric (1 : 5) đến vạch và lắc kỹ.

1 cm³ dung dịch chứa 10 µg mỗi tạp chất cần xác định.

4 Chuẩn bị phân tích

4.1 Chuẩn bị mẫu để phân tích

TCVN 5399 : 1991

4.1.1 Lấy hai mẫu phân tích vàng, mỗi mẫu có khối lượng 0,2 g đến 5,0 g (Bảng 3), làm sạch bề mặt vàng theo TCVN 5196 : 1990 cho mỗi mẫu vào một cốc dung tích 50 cm³ đến 100 cm³.

Bảng 3

Hàm lượng tạp chất, %	Khối lượng mẫu phân tích, g	Thể tích dung dịch mẫu thử, cm ³
Từ 0,0001 đến 0,0005	2,5 đến 5	10 – 25
Trên 0,005 đến 0,002	1,0 đến 2,0	25
Trên 0,002 đến 0,02	0,5 đến 1,0	25 – 50
Trên 0,02 đến 0,05	0,2 đến 0,5	50

Mẫu phân tích được hoà tan bằng đun nóng nhẹ trong 10 cm³ ÷ 30 cm³ hỗn hợp axit clohydric và axit nitric (3 : 1) mới pha. Sau khi vàng hoà tan hoàn toàn, cô dung dịch đến thể tích 3 cm³ ÷ 5 cm³ và thêm 5 cm³ ÷ 10 cm³ dung dịch axit clohydric đến vạch lắc kỹ. Nếu số tạp chất cần xác định không lớn hơn năm và hàm lượng mỗi tạp chất không lớn hơn 0,004 %, cho phép pha loãng dung dịch đến thể tích 10 cm³ trong ống định mức dung tích 10 cm³. Khi xác định paladi và sắt, lấy 5 cm³ dung dịch mẫu thử đã chuẩn bị, cho vào bình định mức dung tích 25 cm³ để phân tích.

4.1.2 Chuyển phần dung dịch còn lại vào phễu chiết, thêm vào 10 cm³ ÷ 30 cm³ (tùy theo khối lượng mẫu phân tích) dung dịch dibutyl sunfit trong benzentoluen (1,0 mol/dm³) và lắc chiết vàng trong 3 phút. Sau khi phân lớp, rút pha nước vào phễu chiết khác, thêm 10 cm³ ÷ 20 cm³ dung dịch dibutyl sunfit trong benzentoluen (0,5 mol/dm³) và lắc chiết vàng trong 3 phút. Nếu hàm lượng mẫu phân tích là 5 g, tiến hành chiết vàng ba lần. Ở lần chiết thứ ba, rút pha nước vào phễu chiết, thêm vào 10 cm³ dung dịch dibutyl sunfit trong benzentoluen (0,5 mol/dm³) và lắc chiết vàng trong 3 phút.

Sau khi phân lớp, rút pha nước vào bình định mức dung tích 25 cm³ đem phân tích.

Tiến hành thu hồi vàng từ pha hữu cơ theo phương pháp được dẫn ra ở Phụ lục.

Cho phép dùng các dung môi khác để tách vàng, nhưng phải đảm bảo kết quả không thấp hơn chỉ số trong tiêu chuẩn này.

4.1.3 Khi bạc và đồng có hàm lượng lớn hơn 0,02 % cho phép dùng mẫu không tách vàng trước để phân tích. Mẫu phân tích được chuẩn bị theo 4.1.1.

4.2 Chuẩn bị dung dịch so sánh

4.2.1 Để xác định tạp chất trong dung dịch không tách vàng, dùng dung dịch so sánh chứa tất cả các tạp chất cần xác định bao gồm cả vàng.

Chuẩn bị dung dịch vàng 50 mg/cm^3 như sau: lấy 5,0 g vàng hoà tan theo 4.1.1 chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 100 cm^3 , thêm dung dịch axit clohydric (1 : 5) đến vạch và lắc kỹ.

Chuẩn bị các dung dịch so sánh có nồng độ tạp chất cần xác định $0,5 \text{ } \mu\text{g/cm}^3$, $1,0 \text{ } \mu\text{g/cm}^3$, $1,5 \text{ } \mu\text{g/cm}^3$, $2,0 \text{ } \mu\text{g/cm}^3$, $5,0 \text{ } \mu\text{g/cm}^3$ và vàng 20 mg/cm^3 như sau: cho phần dung dịch A hoặc B (xem Bảng 4) vào bình định mức dung tích 50 cm^3 , thêm vào 20 cm^3 dung dịch vàng 50 mg/cm^3 , thêm dung dịch axit clohydric (1 : 5) đến vạch và lắc kỹ.

Bảng 4

Dung dịch so sánh	Thể tích dung dịch ban đầu A hoặc B, cm^3	Nồng độ tạp chất, $\mu\text{g/cm}^3$,
	Dung dịch B	
DS4 – 1	2,5	0,5
DS4 – 2	5,0	1,0
DS4 – 4	10	2,0
	Dung dịch A	
DS4 – 5	2,5	5,0

Lấy 10 cm^3 đến 20 cm^3 dung dịch so sánh đã chuẩn bị cho vào bình dung tích 25 cm^3 để xác định paladi, sắt, đồng và bạc.

4.2.2 Dùng dung dịch so sánh chuẩn bị theo 4.2.1 được tách vàng theo 4.1.2 để xác định crôm, antimon, platin và bitmút khi nguyên tử hoá mẫu trong lò graphít.

Chuyển thể tích dung dịch còn lại vào phễu khô và dùng dung dịch dibutyl sunfit tách chiết vàng hai lần. Sau khi chiết vàng, chuyển dung dịch vào bình dung tích 25 cm^3 , pha loãng hai lần để tạo thành dung dịch so sánh có nồng độ tạp chất cần xác định $0,25 \text{ } \mu\text{g/cm}^3$, $0,5 \text{ } \mu\text{g/cm}^3$, $0,75 \text{ } \mu\text{g/cm}^3$, $1,0 \text{ } \mu\text{g/cm}^3$. Từ mỗi dung dịch so sánh (DS4–1 đến DS4–4) lấy 5 cm^3 cho vào bình dung tích 25 cm^3 , thêm vào 5 cm^3 dung dịch axit tetric lắc kỹ, khi xác định antimon hoặc thêm vào 5 cm^3 dung dịch axit clohydric (1 : 5) lắc kỹ, khi xác định platin, crôm, bitmút.

TCVN 5399 : 1991

4.2.3 Để xác định bạc, chì, antimon, bismút, kẽm, đồng, niken, magan, crôm, rôdi và platin khi nguyên tử hoá mẫu thử trong ngọn lửa, dùng dung dịch so sánh được chuẩn bị từ dung dịch A và B không cho thêm vàng.

Chuẩn bị các dung dịch so sánh có nồng độ tạp chất cần xác định $0,2 \mu\text{g}/\text{cm}^3$, $0,5 \mu\text{g}/\text{cm}^3$, $1,0 \mu\text{g}/\text{cm}^3$, $2,0$ và $0,5 \mu\text{g}/\text{cm}^3$ như sau: lấy một lượng dung dịch A hoặc B (Bảng 5) cho vào bình định mức dung tích 50 cm^3 . thêm dung dịch axit clohydric (1 : 5) đến vạch và lắc kỹ.

Bảng 5

Dung dịch so sánh	Thể tích dung dịch ban đầu A hoặc B, cm^3	Nồng độ tạp chất, $\mu\text{g}/\text{cm}^3$,
	Dung dịch B	
DS – 1	1,0	0,2
DS – 2	2,5	0,5
	Dung dịch A	
DS – 3	0,5	1,0
DS – 4	1,0	2,0
DS – 5	2,5	5,0

5 Tiến hành phân tích

5.1 Phân tích mẫu được nguyên tử hoá trong ngọn lửa

Đo độ hấp thụ nguyên tử theo vạch phổ phân tích, có độ dài sóng được quy định trong Bảng 6.

Bảng 6

Tạp chất cần xác định	Độ dài sóng, nm	Tạp chất cần xác định	Độ dài sóng, nm
-----------------------	-----------------	-----------------------	-----------------

Bạc	328,07	Chì	283,31
Đồng	324,55	Antimon	217,58
Sắt	248,33	Kẽm	213,86
Platin	265,94	Mangan	279,48
Paladi	247,64	Niken	232,80
Rôdi	343,49	Crôm	357,87
Bítmút	223,06		

Phương pháp chuẩn bị mẫu thử để phân tích và ngọn lửa, dùng để xác định các tạp chất khác nhau, được quy định trong Bảng 7.

Bảng 7

Tạp chất cần xác định	Phương pháp chuẩn bị mẫu thử	Ngọn lửa
Paladi, sắt, bạc, đồng	Hòa tan mẫu phân tích trong hỗn hợp axit clohydric và axit nitric (3 : 1).	Propan–butan–không khí hoặc axetylen–không khí.
Bạc, đồng kẽm, chì, antimon, bítmút, mangan, niken	Hòa tan mẫu và chiết tách vàng bằng dung dịch dibutyl sunfit trong benzentoluen.	Propan- butan - không khí hoặc axetylen–không khí.
Crôm	Hòa tan mẫu và chiết tách vàng bằng dung dịch dibutyl sunfit trong benzentoluen.	Axetylen – không khí (ngọn lửa khử giàu khí cháy).
Platin, rôdi	Dung dịch sau khi tách vàng cho thêm dung dịch đệm +.	Propan- butan - không khí hoặc axetylen–không khí (ngọn lửa oxy hóa dư chất oxy hóa).

+ Lấy 5 cm³ dung dịch mẫu thử hoặc dung dịch so sánh cho vào bình dung tích 25 cm³, thêm vào 5 cm³ dung dịch cadimisunfit và lắc kỹ.

Phun tuần tự dung dịch so sánh và dung dịch mẫu thử vào ngọn lửa của nó đốt khí và đo độ hấp thụ nguyên tử của tạp chất. Mỗi tạp chất đo không ít hơn hai lần và tính độ hấp thụ trung bình.

TCVN 5399 : 1991

Xây dựng đồ thị chuẩn: trục tung là độ hấp thụ trung bình, trục hoành là nồng độ tạp chất cần xác định trong dung dịch so sánh.

Căn cứ theo độ hấp thụ trung bình, dựa vào đồ thị chuẩn, xác định được nồng độ tạp chất (C) trong dung dịch mẫu thử.

5.2 Phân tích mẫu được nguyên tử hóa trong lò graphit (kiểu XΓA). Khi xác định bitmut, crôm, atimon và platin hàm lượng nhỏ hơn 0,005 %, tiến hành nguyên tử hóa mẫu trong lò graphit.

Điều kiện nguyên tử hóa trong lò XΓA – 74, được quy định trong Bảng 8.

Bảng 8

Tạp chất cần xác định	Thể tích dung dịch ban đầu X 10 ⁻³ cm ³	Điều kiện nguyên tử hóa					
		Sấy khô		Hóa tro		Nguyên tử hóa	
		Nhiệt độ °C	Thời gian s	Nhiệt độ °C	Thời gian s	Nhiệt độ °C	Thời gian s
Bitmut	20	150	30	1000	25	2650	15
Antimon	20	150	30	1000	25	2650	15
Platin	50	150	60	1800	25	2650	20
Crôm	20	150	30	1000	25	2650	15

Dẫn tuần tự dung dịch so sánh và dung dịch mẫu thử vào là có thiết bị điều khiển theo chương trình và nung lò theo chế độ quy định (xem Bảng 8).

Khi xác định atimon, thêm dung dịch axit tactric vào tất cả các dung dịch phân tích: lấy 2 cm³ dung dịch mẫu thử cho vào bình dung tích 25 cm³, thêm 2 cm³ dung dịch axit tactric và lắc kỹ. Để pha loãng dung dịch phân tích khi xác định atimon, dung dịch axit tactric, còn khi xác định bitmut, crôm và platin dùng dung dịch axit clohydric (1 : 5).

Đo độ hấp thụ và xây dựng đồ thị chuẩn theo 5.1.

6 Xử lý kết quả

Hàm lượng của nguyên tố tạp chất cần xác định (X), % được tính theo công thức:

$$X = \frac{C \times V \times K}{m} \times 10^{-4}$$

trong đó

C là nồng độ tạp chất tìm được theo đồ thị chuẩn $\mu\text{g}/\text{cm}^3$;

V là thể tích dung dịch cơ bản, cm³;

K là hệ số pha loãng dung dịch cơ bản;

m là khối lượng mẫu phân tích, gam.

Kết quả cuối cùng là trung bình số học của kết quả hai lần xác định song song.

TCVN 5399 : 1991

7 Kiểm tra độ chính xác của kết quả phân tích

7.1 Sai lệch của kết quả xác định song song hoặc kết quả hai lần phân tích với xác suất tin cậy $P = 0,95$, không được vượt quá sai lệch tuyệt đối cho phép, quy định trong Bảng 9.

Bảng 9

Hàm lượng tạp chất	Sai lệch tuyệt đối cho phép, d	Hàm lượng tạp chất	Sai lệch tuyệt đối cho phép, d
0,0001	0,00004	0,005	0,0008
0,0003	0,00008	0,008	0,001
0,0005	0,0001	0,02	0,003
0,003	0,0005	0,05	0,008

Đối với hàm lượng ở khoảng trung gian, cho phép tính sai lệch theo phương pháp nội suy tuyến tính.

7.2 Độ chính xác của kết quả phân tích theo TCVN 5196 : 1990.

Phụ lục bắt buộc**Phương pháp chiết bằg từ dung dịch dibutyl sunfit trong benzentoluen**

Cho pha hữu cơ, thu đợc su khi chiết vàng vào cốc dung tích 1000 m³ và cô đến muối ẩm, làm nguội, thêm vào 5 cm³ đến 10 cm³ axit sunfuric và 15 cm³ đến 20 cm³ axit nitric. Sau khi xảy ra phản ứng oxy hoá các chất hữu cơ, cô để đuổi.
