

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 7055:2014

Xuất bản lần 2

**VÀNG VÀ HỢP KIM VÀNG - PHƯƠNG PHÁP
HUỖNH QUANG TIA X ĐỂ XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG VÀNG**

Gold and gold alloys -

Determination of gold content by X-ray fluorescence method

HÀ NỘI - 2014

Lời nói đầu

TCVN 7055:2014 thay thế TCVN 7055:2002.

TCVN 7055:2014 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 174, *Đồ trang sức* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Vàng và hợp kim vàng - Phương pháp huỳnh quang tia X để xác định hàm lượng vàng

Gold and gold alloys - Determination of gold content by X-ray fluorescence method

1 Phạm vi áp dụng

CẢNH BÁO: Tiêu chuẩn này không đề cập tới vấn đề bảo vệ thử nghiệm viên khỏi tác hại của tia X. Thử nghiệm viên phải được đào tạo về an toàn bức xạ. Thiết bị phải được kiểm tra an toàn bức xạ định kỳ theo quy định về an toàn bức xạ hiện hành.

Tiêu chuẩn này quy định các yêu cầu cơ bản đối với phương pháp huỳnh quang tia X để xác định hàm lượng vàng (Au) có trên bề mặt của vàng và hợp kim vàng.

2 Nguyên lý của phương pháp

Khi bị tác động bởi một chùm bức xạ tia X (bức xạ sơ cấp) có năng lượng thích hợp từ ống phát tia X hoặc từ nguồn đồng vị phóng xạ, các điện tử của lớp trong (lớp K, L, M) của các nguyên tố có trên bề mặt mẫu bị kích thích lên trạng thái năng lượng cao hơn. Khi trở về trạng thái cơ bản ban đầu sẽ phát ra bức xạ tia X thứ cấp (bức xạ huỳnh quang đặc trưng) với năng lượng và bước sóng đặc trưng cho mỗi nguyên tố và cường độ của bức xạ tia X thứ cấp tỷ lệ với mật độ (hàm lượng) của nguyên tố đó.

Bằng cách xác định cường độ bức xạ của tia X thứ cấp theo bước sóng đặc trưng [Huỳnh quang tia X phân tán theo bước sóng (WD-XRF)] hoặc theo mức năng lượng đặc trưng [Huỳnh quang tia X phân tán theo năng lượng (ED-XRF)], tương ứng với nguyên tố cần phân tích để xác định hàm lượng của nguyên tố đó.

TCVN 7055:2014

Việc phân tích theo nguyên lý phân tán theo bước sóng (WD-XRF) hoặc phân tán theo năng lượng (ED-XRF) được thực hiện nhờ cấu trúc, hệ thống quang học và đầu dò của thiết bị phân tích tương ứng.

3 Thiết bị, dụng cụ

3.1 Thiết bị phân tích huỳnh quang tia X theo năng lượng (ED-XRF) hoặc theo bước sóng (WD-XRF) có thiết kế tương ứng và phù hợp của nhà sản xuất.

3.2 Các thành phần cơ bản của thiết bị phân tích huỳnh quang tia X bao gồm:

3.2.1 Nguồn phát bức xạ tia X sơ cấp: ống phát tia X hoặc nguồn đồng vị phóng xạ với công suất thích hợp.

3.2.2 Hệ thống quang học, bộ phận thu nhận tín hiệu.

3.2.3 Máy tính kết nối với thiết bị hoặc được gắn trong thiết bị với phần mềm điều khiển, ghi nhận, phân tích và xử lý dữ liệu.

3.3 Thiết bị huỳnh quang tia X phải đáp ứng các yêu cầu sau:

3.3.1 Có kích thước phân tích (được xác định bởi hệ thống quang học của thiết bị phân tích) phù hợp với kích thước của mẫu hay phần mẫu cần phân tích.

3.3.2 Sử dụng đường chuẩn phân tích được xây dựng với khoảng hàm lượng phù hợp với hàm lượng vàng trên mẫu cần xác định.

3.3.3 Có giới hạn sai số không lớn hơn 1/2 giới hạn sai số cho phép của kết quả thử nghiệm xác định hàm lượng vàng quy định tại Điều 6 khi mẫu thử có bề mặt ở vị trí cần phân tích phẳng, nhẵn, đồng nhất và không có lỗ xóp hay khuyết tật khác, diện tích vùng mẫu cần phân tích phải lớn hơn đường kính cửa sổ giới hạn chùm bức xạ tia X từ ống phát theo thiết kế của thiết bị phân tích.

3.3.4 Đường chuẩn phân tích của thiết bị có thể hiệu chỉnh, cập nhật được hoặc trực tiếp hoặc qua máy tính kết nối với thiết bị. Đường chuẩn phân tích sử dụng phải được hiệu chỉnh và/hoặc kiểm tra với mẫu chuẩn hàm lượng vàng (quy định tại 3.4) trước khi thực hiện phân tích mẫu theo đúng hướng dẫn sử dụng của nhà sản xuất.

Sử dụng tối thiểu 03 mẫu chuẩn với giá trị hàm lượng vàng (Au) danh định đủ để xây dựng đường chuẩn phân tích phù toàn bộ khoảng hàm lượng vàng trong mẫu cần xác định. Sử dụng mẫu chuẩn có hàm lượng vàng danh định với nền mẫu tương tự như mẫu cần phân tích để kiểm tra thiết bị trước khi tiến hành.

3.3.5 Kết quả phân tích phải được lưu lại trong máy tính kết nối với thiết bị hoặc được gắn trong thiết bị và có thể truy cập, trích xuất để xử lý.

3.4 Mẫu chuẩn

Mẫu chuẩn sử dụng để xây dựng, kiểm tra, hiệu chỉnh đường chuẩn phân tích cho thiết bị phải có nền hợp kim tương tự như mẫu phân tích, thành phần đồng nhất, bề mặt phẳng nhẵn và không được có lỗ xóp hay khuyết tật khác.

Mẫu chuẩn dùng để xây dựng đường chuẩn hoặc hiệu chỉnh thiết bị phải có độ không đảm bảo đo phù hợp (không lớn hơn 7/10 giới hạn sai số cho phép theo quy định tại Điều 6).

CHÚ THÍCH 1: Thông thường mẫu chuẩn được cung cấp kèm theo giấy chứng nhận của nhà sản xuất mẫu chuẩn.

CHÚ THÍCH 2: Các thiết bị, dụng cụ này nên được bố trí trong phòng có nhiệt độ từ (15 - 30) °C, độ ẩm từ 40% - 60%, không có hơi hóa chất ăn mòn và bụi. Các thiết bị phải được cấp nguồn ổn định để đảm bảo có thể hoạt động liên tục. Khu vực bố trí máy cần tránh các tác động bên ngoài như: máy phát điện, máy hàn, sóng điện từ, điện cao áp ...

4 Chuẩn bị thiết bị thử và mẫu thử

4.1 Chuẩn bị thiết bị

4.1.1 Vận hành thiết bị theo hướng dẫn của nhà sản xuất thiết bị.

4.1.2 Trước khi tiến hành phân tích phải xây dựng hoặc hiệu chỉnh đường chuẩn phân tích, kiểm tra độ chính xác của thiết bị bằng các mẫu chuẩn thích hợp (xem 3.4).

4.2 Chuẩn bị mẫu thử

Trước khi tiến hành thử, bề mặt mẫu thử phải được làm sạch và để khô tự nhiên trong không khí, đảm bảo không có tạp chất ảnh hưởng tới kết quả thử.

CHÚ THÍCH: Trường hợp mẫu không đủ diện tích và kích thước, nếu được sự đồng ý của khách hàng thì có thể cân mỏng để thử nghiệm.

5 Tiến hành thử

5.1 Tùy thuộc vào kích thước bề mặt mẫu, đặt mẫu vào vị trí đo sao cho chùm bức xạ tia X tác động đến diện tích mẫu lớn nhất có thể, tốt nhất phải nằm lọt trong bề mặt mẫu như đã mô tả trong Hình 1.

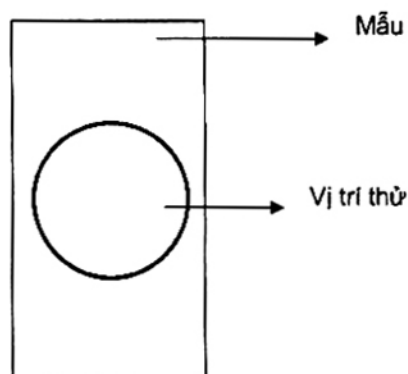
5.2 Nếu mẫu đồng nhất về hàm lượng vàng, tiến hành thử theo 5.3, nếu mẫu có nhiều phần có độ đồng nhất về hàm lượng vàng khác nhau, tiến hành thử theo 5.4.

5.3 Đối với mẫu đồng nhất về hàm lượng vàng thì tiến hành xác định hàm lượng vàng tại tối thiểu 3 điểm ở các vị trí khác nhau được phân bố đều trên mặt của mẫu. Kết quả thử nghiệm là giá trị trung bình của 3 lần đo.

5.4 Đối với mẫu thử gồm nhiều phần có độ đồng nhất về hàm lượng vàng khác nhau, với mỗi phần tiến hành thử như 5.3. Báo cáo kết quả theo từng phần khác nhau của mẫu thử đính kèm mô tả hoặc hình ảnh vị trí của từng phần tương ứng đã thử.

TCVN 7055:2014

CHÚ THÍCH: Nếu không xác định được khối lượng của các phần khác nhau của mẫu, không được tính giá trị trung bình các kết quả thử để xác định hàm lượng chung của mẫu.



Hình 1 - Sơ đồ cách chọn vị trí thử trên mẫu

6 Giới hạn sai số cho phép

Giới hạn sai số cho phép của kết quả thử theo Bảng 1.

Bảng 1- Giới hạn sai số cho phép

| Hàm lượng vàng, % | Giới hạn sai số cho phép, % |
|-----------------------|-----------------------------|
| Dưới 80,0 | $\pm 0,3$ |
| Từ 80,0 đến dưới 99,9 | $\pm 0,2$ |
| 99,9 | $\pm 0,1$ |
| Trên 99,90 | $\pm 0,02$ |

7 Báo cáo thử

Báo cáo thử phải có tối thiểu các thông tin sau:

- Thông tin về mẫu: tên mẫu, số lượng, khối lượng từng mẫu (bao gồm khối lượng của đá hoặc vật liệu không phải là vàng đính trên mẫu), ngày nhận mẫu, hình dạng mẫu (nên mô tả bằng hình ảnh).
- Phương pháp thử nghiệm, viện dẫn TCVN 7055:2014.
- Người chịu trách nhiệm (tên, chữ ký người thực hiện và người quản lý phòng thử nghiệm).
- Ngày tháng năm thử nghiệm.
- Thiết bị thử nghiệm (tên và kiểu loại thiết bị).
- Kết quả xác định hàm lượng vàng:
 - Hàm lượng vàng trên bề mặt mẫu tính bằng phần trăm khối lượng theo 5.3 hoặc 5.4;
 - Hình ảnh mô tả chi tiết về mẫu hoặc vị trí phân tích (nếu có).

- g) Khối lượng mẫu sau khi thử nghiệm (nếu mẫu không còn nguyên trạng).
 - h) Bất kỳ sai khác nào (nếu có) so với phương pháp được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc các vấn đề bất thường phát hiện trong quá trình xác định.
-