

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 10622:2014**

**ISO 13756:2014**

Xuất bản lần 1

**ĐỒ TRANG SỨC - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG BẠC TRONG HỢP  
KIM BẠC DÙNG LÀM ĐỒ TRANG SỨC - PHƯƠNG PHÁP  
THỂ TÍCH (CHUẨN ĐỘ ĐIỆN THẾ) SỬ DỤNG  
NATRI CLORUA HOẶC KALI CLORUA**

*Jewellery - Determination of silver in silver jewellery alloys – Volumetric  
(potentiometric) method using sodium chloride or potassium chloride*

HÀ NỘI - 2014



## **Lời nói đầu**

TCVN 10622:2014 hoàn toàn tương đương ISO 13756:2014.

TCVN 10622:2014 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.



## **Đồ trang sức - Xác định hàm lượng bạc trong hợp kim bạc dùng làm đồ trang sức - Phương pháp thể tích (chuẩn độ điện thế) sử dụng natri clorua hoặc kali clorua**

*Jewellery - Determination of silver in silver jewellery alloys – Volumetric (potentiometric) method using sodium chloride or potassium chloride*

### **1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp thể tích để xác định hàm lượng bạc trong hợp kim bạc làm đồ trang sức, thích hợp nhất trong phạm vi độ tinh khiết nêu tại TCVN 10616 (ISO 9202). Những hợp kim này có thể chứa đồng, kẽm, cadmi và paladi. Ngoài paladi cần được kết tủa trước khi tiến hành chuẩn độ, những nguyên tố này không ảnh hưởng đến phương pháp xác định này.

CHÚ THÍCH: Phương pháp này là một phương pháp khác trong ISO 11427.

### **2 Tài liệu viện dẫn**

Các tài liệu dưới đây là rất cần thiết đối với việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với tài liệu có ghi năm công bố, áp dụng phiên bản được nêu. Đối với tài liệu không ghi năm công bố, áp dụng phiên bản mới nhất kể cả các sửa đổi (nếu có).

TCVN 9877 (ISO 11596), *Đồ trang sức - Phương pháp lấy mẫu các hợp kim kim loại quý làm đồ trang sức và các sản phẩm liên quan.*

### **3 Nguyên lý**

Hoà tan mẫu trong axit nitric loãng. Xác định hàm lượng bạc của dung dịch thu được bằng cách chuẩn độ với dung dịch chuẩn natri clorua hay kali clorua sử dụng chỉ thị đo điện thế của điểm tương đương.

## TCVN 10622:2014

### 4 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, nếu không có thỏa thuận nào khác, chỉ sử dụng thuốc thử có độ tinh khiết phân tích được công nhận và chỉ dùng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

**4.1 Axit nitric** ( $\text{HNO}_3$ ), 33 %  $\text{HNO}_3$  (phần trăm khối lượng), với hàm lượng halogen thấp (kiểm tra với thử nitrat bạc)

**4.2 Dung dịch natri clorua**,  $c(\text{NaCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$ .

Hoà tan 5,84 g natri clorua (đã sấy khô ở  $105^\circ\text{C}$ ) trong nước và pha loãng đến 1000 ml.

**4.3 Dung dịch kali clorua**,  $c(\text{KCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$ .

Hoà tan 7,44 g kali clorua (đã sấy khô ở  $105^\circ\text{C}$ ) trong nước và pha loãng đến 1000 ml.

**4.4 Dung dịch dinatri dimetylglioxim ngậm tám phân tử nước.**

Hòa tan 10 g dinatri dimetylglioxim ngậm tám phân tử nước trong 1000 ml nước.

**4.5 Bạc**, có độ tinh khiết nhỏ nhất là 999,9 phần nghìn (‰) theo khối lượng.

### 5 Thiết bị, dụng cụ

**5.1 Thiết bị, dụng cụ thử nghiệm thông thường**

**5.2 Buret tự trượt được truyền động bằng mô tơ** hoặc **buret kiểu piston** được kết nối với máy chuẩn độ điện thế hoặc máy chuẩn độ tự động và có khả năng cung cấp những số tăng 0,05 ml tại điểm tương đương.

**5.3 Thiết bị chuẩn độ**, với điện cực bạc hợp chất hoặc điện cực bạc được phủ bạc clorua và điện cực  $\text{Hg}/\text{Hg}_2\text{SO}_4$  hoặc điện cực chuẩn thích hợp khác.

Lớp phủ bạc clorua có thể được tạo ra bằng phương pháp điện phân, tiến hành phân nhánh một điện cực bạc như anot vào trong dung dịch axit clohydric loãng  $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$ . Sau khi chuẩn bị bề mặt thích hợp, cho một dòng anot có mật độ  $1 \text{ mA}/\text{cm}^2$  chạy qua trong khoảng 1 h đến khi bề mặt điện cực bạc được bao phủ hoàn toàn bằng bạc clorua.

**5.4 Cân phân tích**, có độ chính xác tới 0,01 mg.

### 6 Lấy mẫu

Phương pháp lấy mẫu phải được thực hiện theo TCVN 9877 (ISO 11596).

## 7 Cách tiến hành

**CẢNH BÁO:** Các biện pháp bảo đảm an toàn và sức khỏe cần được đề cập tới.

### 7.1 Xác định hệ số dung dịch chuẩn natri clorua hoặc kali clorua

#### 7.1.1 Chuẩn bị mẫu chuẩn bạc

Cân ba mẫu, với độ chính xác 0,01 mg, mỗi mẫu có 300 đến 500 mg bạc (4.5) và chuyển chúng vào các cốc thủy tinh. Thêm vào mỗi cốc 5 ml axit nitric (4.1) và đun nóng từ từ để hòa tan bạc. Đậy kín phía trên cốc bằng mặt kính đồng hồ. Đun nóng cho đến khi ngừng thoát các nitơ oxyt. Để yên cho nguội. Rửa sạch mặt kính đồng hồ vào cốc. Chuyển dung dịch mẫu vào thiết bị chuẩn độ (5.3). Thêm vào một thể tích nước nhỏ nhất, trong khoảng từ 20 ml đến 60 ml để thỏa mãn yêu cầu thiết bị chuẩn độ (5.3) về khả năng đo và khuấy.

Khối lượng của mẫu bạc chuẩn phải nằm giữa 20 mg của khối lượng bạc trong phần mẫu thử.

#### 7.1.2 Chuẩn độ dung dịch bạc chuẩn

Qua buret trụ trượt (5.2), vừa thêm, vừa liên tục khuấy liên tục, một lượng tương đối dung dịch chuẩn natri clorua (4.2) hoặc dung dịch chuẩn kali clorua (4.3) để kết tủa khoảng 95 % bạc có trong dung dịch. Tiến hành chuẩn độ lượng bạc còn lại sao cho điểm tương đương có thể nội suy từ những lượng thêm vào 0,05 ml dung dịch chuẩn natri clorua hoặc dung dịch chuẩn kali clorua.

CHÚ THÍCH: Gắn giống chuẩn độ chia tách này có thể được thực hiện tự động sử dụng một thiết bị chuẩn độ tự động được gọi là định lượng thể tích động dựa trên hiệu điện thế đo được giữa các điện cực trong bình chuẩn độ (5.3).

#### 7.1.3 Tính hệ số dung dịch chuẩn natri clorua hoặc kali clorua

Hệ số dung dịch chuẩn natri clorua hoặc kali clorua,  $F$ , được tính sử dụng công thức (1):

$$F = \frac{m_{\text{AgF}}}{V_{\text{AgF}}} \quad (1)$$

Trong đó:

$m_{\text{AgF}}$  khối lượng bạc, tính bằng miligam;

$V_{\text{AgF}}$  thể tích của dung dịch chuẩn natri clorua hoặc kali clorua tại điểm tương đương, tính bằng mililit.

Các hệ số xác định không được chênh lệch với nhau quá 0,05 phần trăm (%) giá trị tương đối, theo khối lượng. Phải sử dụng giá trị trung bình,  $\bar{F}$ , trong sự tính toán tiếp theo để có được độ chính xác lớn nhất. Phải xác định ngay hệ số dung dịch chuẩn natri clorua hoặc kali clorua trước khi phân tích các mẫu thử.

## TCVN 10622:2014

### 7.2 Quá trình xác định

#### 7.2.1 Chuẩn bị dung dịch thử

Cân hai lượng mẫu thử với độ chính xác đến 0,01 mg, mỗi lượng mẫu chứa giữa 300 mg đến 500 mg bạc và chuyển chúng vào cốc thủy tinh. Thêm vào mỗi cốc 5 ml axit nitric (4.1) và đun nóng từ từ để hòa tan hợp kim. Đậy kín phía trên cốc bằng mặt kính đồng hồ. Đun nóng cho đến khi ngừng thoát các nitơ oxyt. Để yên cho nguội. Rửa sạch mặt kính đồng hồ vào cốc. Chuyển dung dịch mẫu vào thiết bị chuẩn độ (5.3). Thêm nước như đối với 7.1.1.

#### 7.2.2 Loại bỏ paladi

Nếu có mặt paladi, phải loại bỏ paladi bằng cách cho thêm dung dịch nước của dinatri dimethylglyoxim octahydrat (4.4). Cứ 100 mg paladi, thêm 50 ml dung dịch này trước khi bắt đầu chuẩn độ.

#### 7.2.3 Chuẩn độ dung dịch thử nghiệm

Thực hiện đúng như đối với dung dịch chuẩn. Nên tiến hành một phân tích thí điểm để nhận được một giá trị xấp xỉ của hàm lượng bạc.

## 8 Tính toán và biểu thị kết quả

### 8.1 Phương pháp tính

Khối lượng  $m_{\text{Ags}}$ , tính bằng miligam, của bạc trong mẫu thử được tính sử dụng công thức (2):

$$m_{\text{Ags}} = \bar{F} \cdot V_{\text{Ags}} \quad (2)$$

Trong đó:

$\bar{F}$  hệ số dung dịch natri hoặc dung dịch chuẩn kali clorua được biểu thị bằng số miligam bạc trên một mililit dung dịch;

$V_{\text{Ags}}$  thể tích của natri clorua hoặc kaliclorua tại điểm tương đương.

Hàm lượng bạc của mẫu,  $W_{\text{Ag}}$ , theo phần nghìn khối lượng (‰), sử dụng công thức (3):

$$W_{\text{Ag}} = \frac{m_{\text{Ags}}}{m_s} \times 10^3 \quad (3)$$

Trong đó:

$m_s$  khối lượng mẫu thử, tính bằng miligam.

### 8.2 Độ lặp lại

Kết quả của hai lần xác định giống nhau phải tương đương, không lệch quá một phần nghìn (‰) theo khối lượng của bạc. Nếu sự khác biệt lớn hơn so với giá trị này, phải thực hiện lại phép thử.



## 9 Báo cáo thử

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin sau:

- a) Nhận diện mẫu thử bao gồm nguồn gốc, ngày tháng nhận mẫu, hình dạng mẫu;
- b) Phương pháp lấy mẫu;
- c) Viện dẫn tiêu chuẩn này, TCVN 10622 (ISO 13756) ;
- d) Hàm lượng bạc của mẫu tính bằng phần nghìn theo khối lượng (‰), với các giá trị riêng và các giá trị trung bình.
- e) Bất kỳ sai lệch nào so với phương pháp quy định trong tiêu chuẩn này;
- f) Bất kỳ điều gì không bình thường quan sát thấy trong quá trình xác định.
- g) Ngày tháng năm thử nghiệm;
- h) Nhận diện phòng thí nghiệm thực hiện việc phân tích này;
- i) Tên, chữ ký của người quản lý phòng thí nghiệm và của người thực hiện.

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] TCVN 10616 (ISO 9202), *Đồ trang sức - Độ tinh khiết của hợp kim kim loại quý.*
  - [2] ISO 11427, *Jewellery - Determination of silver in silver jewellery alloys - Volumetric (potentiometric) method using potassium bromide.*
-