

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 5547 : 1991

**HỢP KIM VÀNG –
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG VÀNG VÀ BẠC**

Gold alloys – Method for determination of gold and silver

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 5547 : 1991 do Trung tâm phân tích thí nghiệm. Viện Địa chất và Khoáng sản, Cục Mỏ Địa chất Việt Nam, Bộ Công nghiệp nặng biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng trình duyệt, Ủy ban Khoa học Kỹ thuật Nhà nước (nay là Bộ Khoa học 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.

Hợp kim vàng – Phương pháp xác định hàm lượng vàng và bạc

Gold alloys – Method for determination of gold and silver

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích (phương pháp nghiệm) xác định hàm lượng vàng và bạc trong hợp kim vàng - bạc, vàng - bạc - đồng, vàng - đồng.

1 Bản chất phương pháp

Phương pháp dựa trên cơ sở gộp vàng và bạc bằng chì khi tiến hành cupen hóa, chì và các kim loại tạp chất chuyển thành oxit bị hút thấm vào cupen và hạt hợp kim vàng bạc được giữ lại trên mặt cupen.

2 Yêu cầu chung

Yêu cầu chung đối với phương pháp phân tích theo TCVN hiện hành.

3 Thiết bị, thuốc thử

Cân phân tích có độ chính xác $\pm 0,00001$ g;

Máy cán có trục bằng thép để cán dát hợp kim;

Lò nung có nhiệt độ làm việc đến 1000°C và đồng hồ khống chế nhiệt độ;

Cupen chế tạo từ manhezit, có dung tích mặt khum 5 ml, nặng 40 g đến 60 g;

Axit nitric, $d 1,40$, dung dịch 1 : 1 và 1 : 2;

Anonihydroxit, $d 0,90$, dung dịch 4 %;

Chì TKPT dát mỏng thành lá có độ dày 0,1 mm đến 0,2 mm;

Vàng 99,99 %;

Bạc 99,99 %;

Đồng TKPT.

4 Cách tiến hành

4.1 Chuẩn bị phân tích

4.1.1 Lấy lượng cân mẫu

Lấy mẫu phân tích ở dạng phoi, mặt hoặc dát mỏng cắt vụn nhỏ, mỗi lượng cân 0,25 g (nếu hàm lượng vàng trên 60 %) hoặc 0,50 gam (nếu hàm lượng vàng đến 60 %).

Mỗi cặp mẫu phân tích xác định hàm lượng vàng và bạc tiến hành phân tích đồng thời hai mẫu kiểm tra. Một mẫu dùng để hiệu chỉnh cho xác định hàm lượng vàng, mẫu thứ hai dùng để hiệu chỉnh cho xác định hàm lượng bạc. Mẫu kiểm tra bao gồm các thành phần có hàm lượng tương ứng như trong mẫu hợp kim phân tích.

4.1.2 Chuẩn bị cupen hóa

Tùy loại hợp kim chỉ dùng để cupen hóa được lấy khác nhau. Đối với hợp kim vàng lấy 3 gam chỉ để bọc mẫu. Đối với hợp kim vàng - bạc - đồng và vàng - đồng, lượng chỉ được lấy phụ thuộc hàm lượng đồng có trong mẫu theo bảng hướng dẫn sau:

Hàm lượng đồng trong hợp kim, %	Lượng chỉ cho 1 g mẫu, g
Từ 1 đến 5	8
Trên 5 đến 10	12
Trên 10 đến 20	16
Trên 20 đến 30	20
Trên 30 đến 40	24
Trên 40 đến 50	28
Trên 50	32

Để đảm bảo sau này hòa tan hoàn toàn được bạc bằng axit nitric, để tách khỏi vàng cần tính toán lượng bạc thêm vào mẫu phân tích và mẫu kiểm tra xác định vàng, sao cho lượng bạc gấp 2,5 lần lượng vàng.

Cân lượng chỉ và bạc thêm vào mẫu trên cân phân tích có độ chính xác tới 0,01 gam.

Sau khi chuẩn bị xong lượng chì bọc mẫu, cân mẫu phân tích và mẫu kiểm tra, rồi chuyển mẫu và bạc thêm vào mẫu phân tích và mẫu kiểm tra xác định vàng lên chì bọc mẫu. Bọc gói mẫu, dùng kẹp mỏ dẹp xoắn, ép bên ngoài bọc mẫu cho chắc chắn rồi đặt mẫu theo thứ tự trên tấm đồng có các ô ngăn. Mẫu kiểm tra đặt ở ô giữa.

4.2 Tiến hành phân tích

4.2.1 Cupen hóa

Lau sạch mặt trên của cupen, đặt cupen theo thứ tự vào lò nung, tăng dần nhiệt độ đến 700 °C, khi cupen đã nóng đỏ hồng, dùng kẹp gấp mẫu đặt vào mặt giữa của cupen. Tăng nhiệt độ từ 950 °C đến 1000 °C, giữ ở nhiệt độ này trong suốt quá trình cupen, thỉnh thoảng mở hé cửa lò. Càng về cuối quá trình cupen tỷ lệ chì và kim loại quý giảm dần. Kết thúc cupen, nhận biết được khi thấy hạt hợp kim vàng bạc lóe sáng và trở lại màu hồng. Sau một hai phút dùng kẹp lấy cupen ra khỏi lò, làm tróc hạt hợp kim ra khỏi cupen, dùng chổi sạch quét nhẹ vào chén sứ.

Rửa hạt hợp kim vàng bạc thu được từ mẫu không cho thêm bạc bằng axit clohydric loãng 1 % nóng. Sau đó bằng nước cất. Sấy khô và đem nung ở nhiệt độ 600 °C đến 800 °C. Làm nguội và cân trên cân phân tích có độ chính xác ± 0,00001 gam.

Hạt hợp kim vàng - bạc của mẫu cho thêm bạc đem đốt ở nhiệt độ 800 °C trong 1 phút đến 2 phút, rồi đem cán dẹt mỏng đến 1,5 mm. Đốt lại ở nhiệt độ 700 °C đến 800 °C trong 1 phút đến 2 phút, sau xoắn lại thành hình số 8 và hòa tan bằng axit nitric để tách bạc.

4.2.2 Hòa tan bạc, tách bạc khỏi vàng

Hòa tan hạt của mẫu cho thêm bạc hợp kim bằng 3 ml đến 5 ml axit nitric 1: 1 đun sôi trong chén sứ dung tích 10 ml đến 20 ml trên bếp cách thủy trong 20 phút. Sau đó chắt cạn dung dịch bạc nitrat và tiếp tục thêm 3 ml axit nitric 2 : 1 đun sôi và đun trong 20 phút. Chắt cạn dung dịch rửa 3 lần bằng nước nóng nhúng chìm hạt vàng trong dung dịch sponihydroxit 4 % trong 2 phút đến 3 phút, rửa từ 3 đến 4 lần bằng nước nóng sấy khô, nung ở nhiệt độ 600 °C làm nguội cân trên cân phân tích có độ chính xác ± 0,00001 gam.

5 Xử lý kết quả

5.1 Hàm lượng vàng tính theo công thức

$$X_1 = \frac{(g - g_1)100}{G}$$

trong đó

X là hàm lượng vàng, tính theo phần trăm;

TCVN 5547 : 1991

g là khối lượng hạt vàng, tính bằng gam;

g_1 là khối lượng hiệu chỉnh vàng thu được khi cupen mẫu kiểm tra, tính bằng gam;

G là khối lượng cân mẫu, tính bằng gam.

5.2 Hàm lượng bạc tính theo công thức

$$X_2 = \frac{(g_2 - g_3)100}{G} - X_1$$

trong đó

X_2 là hàm lượng bạc, tính theo phần trăm;

g_2 là khối lượng hạt vàng - bạc, tính bằng gam;

g_3 là khối lượng hiệu chỉnh bạc thu được khi cupen mẫu kiểm tra, tính bằng gam;

G là khối lượng mẫu cân, tính bằng gam;

X_1 là hàm lượng vàng, tính theo phần trăm.

CHÚ THÍCH Nếu khối lượng hiệu chỉnh thu được khi cupen mẫu kiểm tra mang dấu âm thì phải cộng thêm khối lượng này vào khối lượng hạt vàng hoặc khối lượng bạc và ngược lại.

5.3 Sai lệch kết quả giữa hai lần xác định song song khi độ tin cậy $P = 0,95$ không được vượt quá 0,05 % đối với hàm lượng vàng và 0,10 % đối với hàm lượng bạc.
