

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10621:2014

ISO 11489:1995

Xuất bản lần 1

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG PLATIN TRONG HỢP KIM PLATIN
DÙNG LÀM ĐỒ TRANG SỨC - PHƯƠNG PHÁP TRỌNG LƯỢNG
BẰNG CÁCH KHỬ VỚI THỦY NGÂN (I) CLORUA**

*Determination of platinum in platinum jewellery alloys - Gravimetric determination
by reduction with mercury (I) chloride*

HÀ NỘI - 2014

Lời nói đầu

TCVN 10621:2014 hoàn toàn tương đương ISO 11489:1995.

TCVN 10621:2014 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.

Xác định hàm lượng platin trong hợp kim platin dùng làm đồ trang sức - Phương pháp trọng lượng bằng cách khử với thủy ngân (I) clorua

Determination of platinum in platinumum jewellery alloys - Gravimetric determination by reduction with mercury (I) chloride.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp trọng lượng để xác định platin trong hợp kim platin làm đồ trang sức, thích hợp nhất trong phạm vi độ tinh khiết nêu tại TCVN 10616 (ISO 9202).

Phương pháp này đặc biệt được áp dụng cho hợp kim platin có chứa paladi, iridi, rhodi, đồng, cobalt, vàng, rutheni, gali, chromi, indi, và vonfram nhỏ hơn 5%. Một số thay đổi được nêu ra khi có mặt paladi, iridi, rhodi, vàng hoặc rutheni.

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 có năm công bố, áp dụng phiên bản mới nhất kể cả các sửa đổi (nếu có).

TCVN 10616 (ISO 9202), *Đồ trang sức - Độ tinh khiết của hợp kim kim loại quý.*

3 Nguyên lý

Mẫu được hoà tan trong nước cường toan. Sau khi loại bỏ tất cả gốc nitrat bằng bốc hơi, cặn được hoà tan trong axit clohydric. Sau đó, kết tủa platin từ dung dịch này bằng quá trình khử với thủy ngân

TCVN 10621:2014

(I) clorua. Thuỷ ngân được loại bỏ bằng cách nung nóng và cân được lượng platin kim loại. Nếu có mặt, vàng và paladi cũng sẽ kết tủa bằng quá trình khử này. Hàm lượng của chúng phải được xác định riêng bằng, ví dụ, quang phổ hấp thụ nguyên tử hoặc quang phổ phát xạ plasma cảm ứng (ICP) và một sự hiệu chỉnh được áp dụng.

4 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, nếu không có thoả 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 clohydric, 36 % (khối lượng/khối lượng) đến 38 % (kl/kl), $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/cm}^3$.

4.2 Axit clohydric loãng, 18 % (kl/kl) $\rho_{20} = 1,09 \text{ g/cm}^3$.

4.2 Axit clohydric loãng, 8,5 % (kl/kl) $\rho_{20} = 1,04 \text{ g/cm}^3$.

4.4 Axit nitric, 69 % (kl/kl), $\rho_{20} = 1,41 \text{ g/cm}^3$.

4.5 Dung dịch thuỷ ngân (I) clorua (Hg_2Cl_2), ở dạng huyền phù

Hoà tan 200 g thuỷ ngân (I) nitrat ngậm hai phân tử nước [$\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$] trong 300 ml nước trong một cốc thuỷ tinh và thêm vào khoảng 50 ml axit nitric, vừa đủ để đảm bảo thuỷ ngân (I) nitrat tính bazơ tan hết. Pha loãng dung dịch bằng nước cất đến 4 L và thêm vào 400 ml dung dịch amoni clorua bão hoà lạnh. Để yên cho kết tủa thuỷ ngân (I) clorua lắng xuống, gạn và rửa 20 lần để đảm bảo không còn nitrat. Thêm vào 2 L nước cất và chứa trong bình thuỷ tinh nút kín.

CHÚ THÍCH: Huyền phù này ổn định và có thể lưu trữ để dùng trong vài tháng.

4.6 Axit flohydric 40 % (kl/kl) $\rho_{20} = 1,13 \text{ g/cm}^3$.

4.7 Axit sunfuric loãng, 50 % (kl/kl) $\rho_{20} = 1,42 \text{ g/cm}^3$.

4.8 Khí hoàn nguyên, như hydro hoặc hỗn hợp hydro /nitơ.

4.9 Khí trơ, như khí cacbon dioxyt hoặc nitơ.

4.10 Nước cường toan

Trộn đều 3 thể tích axit clohydric (4.1) và 1 thể tích axit nitric (4.4).

CẢNH BÁO - Nước cường toan hết sức nguy hiểm và cần thiết phải sử dụng kính an toàn hoặc kính bảo hộ. Việc phá mẫu phải được tiến hành trong tủ hút độc có khả năng thông khí tốt.

5 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị thí nghiệm thông thường và

5.1 Thiết bị hoàn nguyên, xem Hình A.1.

5.2 Chén platin, thể tích 10 ml

5.3 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử hoặc quang phổ phát xạ plasma cảm ứng (ICP), hoặc các phương tiện khác xác định được vết kim loại.

5.4 Lò múp, có khả năng đạt nhiệt độ tối thiểu 1000 °C.

5.5 Giấy lọc không tàn, có khả năng giữ lại các hạt 3 µm.

6 Lấy mẫu

Phương pháp lấy mẫu đối với hợp kim platin làm đồ trang sức phải được thoả thuận giữa các bên cho đến khi một phương pháp tiêu chuẩn được công bố.

7 Cách tiến hành

7.1 Hợp kim trang sức platin có không quá 5 % iridi, rhodi hoặc rutheni

Cân một lượng mẫu chứa 250 đến 300 mg platin với độ chính xác 0,01 mg và chuyển vào một cốc thuỷ tinh. Hoà tan mẫu trong 20 ml nước cường toan (4.10) trong một cốc thuỷ tinh đầy kín bằng một mặt kính đồng hồ, trong khi đó tiến hành đun nóng từ từ.

Bất kỳ vật nào không tan còn lại sau quá trình này phải được lọc ra tại giai đoạn này và thành phần của nó được xác minh để hiệu chỉnh hợp lý kết quả.

Đun nóng dung dịch trên bếp điện và bốc hơi đến gần khô. Hoà tan cặn muối còn ẩm trong 10 ml axit clohydric loãng (4.2) và bốc hơi lần nữa gần đến khô. Lặp lại việc hoà tan trong axit clohydric và bốc hơi ba lần, cuối cùng hoà tan cặn trong 10 ml axit clohydric loãng (4.2) và rồi dùng nước nóng pha loãng đến một thể tích tổng 300 ml.

Đun dung dịch đến sôi, trong thời gian này tiếp tục đun sôi, thêm vào từng lượng nhỏ từ 5 ml đến 10 ml huyền phù thuỷ ngân (I) clorua đã được lắc đều. Tiếp tục thêm huyền phù đến khi kết tủa màu đen ban đầu biến thành màu xám do lượng thêm vào dư thừa. Để yên cho lắng kết tủa khoảng 15 min ở nhiệt độ trên 85 °C và lọc qua hai lần giấy lọc (5.5). Rửa kỹ kết tủa và cốc thuỷ tinh với dung dịch axit clohydric loãng (4.3). Giữ lại dung dịch lọc để phân tích xác định platin bằng một phương pháp thích hợp và nếu phát hiện thấy phải áp dụng một sự hiệu chỉnh kết quả.

Gấp giấy lọc chứa kết tủa, đặt nó vào trong chén sứ tráng men đã biết khối lượng và sấy khô ở 120 °C trong dòng không khí. Nâng từ từ nhiệt độ lên tới 400 °C trong khoảng 30 min. Việc khống chế tốc độ nung nóng đến 400 °C là rất quan trọng bởi vì sự chưng cất nhanh thuỷ ngân có thể gây mất mát platin.

Đồng thời khi đạt được nhiệt độ 400 °C, chén và mẫu có thể được đốt nóng ở 900 °C trong 60 min trong lò múp (5.4) để nung kết tủa.

CẢNH BÁO NGUY HIỂM – Vì sự nguy hiểm cho sức khỏe khi tiếp xúc với hơi thủy ngân, cần đảm bảo mọi biện pháp phòng ngừa thích đáng để ngăn cản chúng xâm nhập vào bầu khí quyển.

Làm nguội chén hiện chứa xốp platin. Nếu paladi có mặt, xốp hấp thụ oxy, cho nên nung nóng nó với khí hoàn nguyên (4.8) trong một thiết bị hoàn nguyên (5.1) và làm nguội trong một bầu khí trơ (4.9). Việc cân thử khối lượng có thể được thực hiện trong giai đoạn này nhằm xác nhận hàm lượng platin gần với hàm lượng dự đoán.

Chuyển lượng xốp sang một bát platin và tinh chế nó bằng cách thấm ướt với một ít axit flohydric (4.6) và ba giọt axit sunfuric loãng (4.7). Đun nóng cho đến bắt đầu bốc khói và sau đó làm nguội, thêm một ít nước nóng, tiến hành lọc và rửa với axit clohydric loãng (4.3). Hoá tro giấy lọc và xốp trong chén sứ và nung ở 700 °C trong lò múp (5.4). Sau đó xốp phải được xử lý một lần nữa trong thiết bị hoàn nguyên (5.1) và được làm nguội trong bầu khí trơ (4.9) trước khi tiến hành cân cuối cùng.

Một lượng nhỏ vàng và paladi trong xốp platin được xác định sau đó bằng các phương tiện thích hợp như là quang phổ hấp thụ nguyên tử hoặc quang phổ phát xạ ICP (5.3) và áp dụng một sự hiệu chỉnh. Cũng có thể iridi, rhodi và rutheni vẫn có mặt trong xốp platin cuối cùng. Vấn đề được khuyến nghị là kiểm tra xốp platin để biết sự có mặt các nguyên tố này bằng các thiết bị thích hợp như là quang phổ hấp thụ nguyên tử hoặc quang phổ phát xạ ICP (5.3). Nếu chúng được phát hiện, một sự hiệu chỉnh phải được áp dụng.

7.2 Hợp kim platin làm đồ trang sức với iridi, rhodi hoặc rutheni lớn hơn 5 %

Làm theo cách tiến hành được trình bày trong 7.1. Tuy nhiên, đối với việc hoà tan sử dụng một quá trình phân hủy áp suất.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Phương pháp tính

8.11 Nếu khối lượng cân cuối cùng chỉ chứa riêng platin, tính hàm lượng platin w_{Pt} , bằng phần nghìn theo khối lượng (‰), sử dụng công thức:

$$w_{Pt} = \frac{m_3 + m_2}{m_1} \times 10^3$$

Trong đó:

- m_1 khối lượng mẫu, tính bằng miligam;
- m_2 khối lượng platin của dung dịch lọc, tính bằng miligam;
- m_3 khối lượng platin cân cuối cùng, tính bằng miligam.

8.1.2 Nếu khối lượng cân cuối cùng có chứa các nguyên tố khác, hàm lượng platin w_{Pt} , được tính bằng phần nghìn theo khối lượng (%), sử dụng công thức

$$w_{Pt} = \frac{m_3 + m_2 - m_x}{m_1} \times 10^3$$

Trong đó:

m_x khối lượng tổng của các nguyên tố khác, tính bằng miligam;

8.2 Độ lặp lại

Kết quả của hai lần xác định giống nhau phải tương đương không lệch quá ba phần nghìn theo khối lượng (%) của platin. Nếu độ lệch lớn hơn so với giá trị này, phải lặp lại phép thử.

9 Báo cáo thử nghiệm

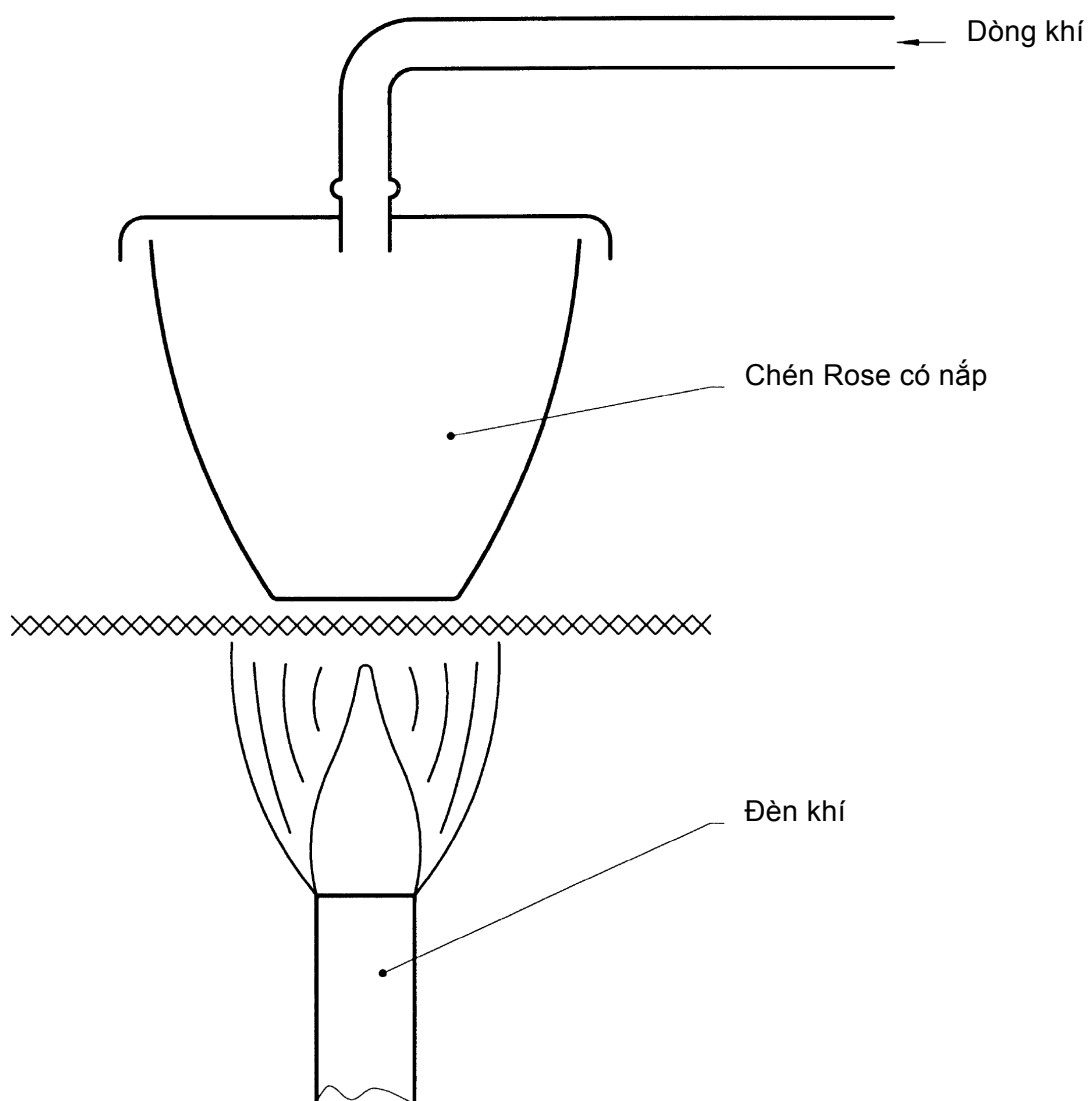
Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin sau:

- Nhận diện mẫu thử bao gồm nguồn gốc, ngày tháng nhận mẫu, hình dạng mẫu;
- Phương pháp lấy mẫu;
- Viện dẫn tiêu chuẩn này, TCVN 10621 (ISO 11489);
- Hàm lượng platin của mẫu tính bằng phần nghìn theo khối lượng (%), dưới dạng các giá trị đơn và các giá trị trung bình;
- Bất kỳ sai lệch nào so với phương pháp quy định trong tiêu chuẩn này;
- Bất kỳ điều gì không bình thường quan sát thấy trong quá trình xác định;
- Ngày tháng năm thử nghiệm;
- Nhận diện phòng thí nghiệm thực hiện phân tích này;
- Tên, chữ ký của người quản lý phòng thí nghiệm và của người thực hiện.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Thiết bị hoàn nguyên theo Rose



Hình A.1 - Thiết bị hoàn nguyên