TCVN **TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

TCVN 9876:2017

IEC 15093:2015

Xuất bản lần 2

ĐỒ TRANG SỨC – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG KIM LOẠI QUÝ TRONG HỢP KIM VÀNG, PLATIN, PALADI 99 ‰ DÙNG LÀM ĐỒ TRANG SỨC – PHƯƠNG PHÁP HIỆU SỐ SỬ DỤNG ICP-OES

Jewellery – Determination of precious metals 99 ‰ gold, platinum and palladium jewellery alloys – Difference method ICP-OES

HÀ NỘI – 2017

Lời nói đầu

TCVN 9876:2017 thay thế TCVN 9876:2013.

TCVN 9876:2017 hoàn toàn tương với ISO 15093:2015.

TCVN 9876:2017 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 kim loại quý trong hợp kim vàng, platin, paladi 999 ‰ dùng làm đồ trang sức - Phương pháp hiệu số sử dụng ICP-OES

Jewellery - Determination of precious metals in 999 ‰ gold, platinum and palladium jewellery alloys – Difference method ICP-OES

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích để xác định platin trong hợp kim platin trang sức, vàng trong hợp kim vàng trang sức, paladi trong hợp kim paladi trang sức, với hàm lượng danh nghĩa của mỗi một kim loại quý 999 ‰ (phần nghìn), bằng cách đo các nguyên tố đặc trưng. (Xem các Bảng A.1, A.2 và A.3).

Tiêu chuẩn này quy định một phương pháp được dùng như một phương pháp khuyến nghị nhằm xác định tuổi hợp kim 999 ‰ đã nêu trong TCVN 10616 (ISO 9202).

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

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

3 Nguyên lý

Mẫu hợp kim của kim loại quý được cân và hòa tan trong nước cường toan để pha chế một dung dịch 10 g/l. Các tạp chất được xác định bằng ICP-OES, hàm lượng các kim loại quý tính được bằng cách lấy 1000 ‰ trừ đi tổng hàm lượng các tạp chất có trong mẫu.

4 Lấy mẫu

Phương pháp lấy mẫu phải được tiến hành theo TCVN 9877 (ISO 11596).

5 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.

5.1 Axit clohydric (HCl), xấp xỉ 30 % đến 37 % (theo khối lượng).

5.2 Axit nitric (HNO_3) khoảng từ 65 % đến 70 % (theo khối lượng).

5.3 Nước cường toan (được pha chế ngay trước khi dùng).

Trộn 3 phần (theo thể tích) HCL (5.1) với một phần HNO_3 (5.2).

5.4 Dung dịch axit gốc (có thể chứa cả clorur và nitrat), tất cả các nguyên tố liên quan còn lại (mỗi nguyên tố 100 mg/l) trong HCl 1 mol/l (5.1) và HNO_3 1 mol/l (5.2).

5.5 Kim loại đối chứng: Vàng, platin hoặc paladi có độ tinh khiết tối thiểu 999,9 ‰ với hình dạng thích hợp. Hàm lượng của mỗi tạp chất phải được quy định.

6 Thiết bị

6.1 Thiết bị thí nghiệm thông thường.

6.2 Máy quang phổ phát xạ quang học plasma cảm ứng ICP-OES, với:

- Các kênh cố định và/hoặc quét;

- Độ phân giải quang học 0,02 nm đối với các nguyên tố liên quan và giới hạn phát hiện 0,05 mg/l hoặc nhạy hơn;

- Có khả năng hiệu chỉnh nền.

Để có bước sóng sử dụng thích hợp, xem Phụ lục A.

6.3 Cân phân tích có độ chính xác đến 0,01 mg.

7 Cách tiến hành

CẢNH BÁO: Sức khỏe phù hợp và các biện pháp an toàn phải được tuân thủ.

7.1 Dung dịch thử nghiệm

Đối với mỗi một mẫu phân tích, phải chuẩn bị hai dung dịch thử nghiệm như sau:

Cân xấp xỉ 500 mg từ phần mẫu thử với độ chính xác 0,1 mg, thả vào bình định mức 50 ml và thêm vào 30 ml nước cường toan (5.3). Đun từ từ cho đến khi mẫu hòa tan hoàn toàn và tiếp tục đun để đẩy các ôxit nitơ ra ngoài. Để nguội, cho thêm nước đến 50 ml và lắc đều.

Đối với tiêu chuẩn này, sai lệch thể tích của bình định mức do đun nóng có thể được chấp nhận.

Nếu quan sát thấy lượng mẫu không tan, phải thực hiện việc hòa tan dưới áp suất.

7.2 Dung dịch hiệu chỉnh

Cân hai lượng kim loại đối chứng với khối lượng mỗi lượng là (500 ± 2,5) mg (5.5) và hòa tan mỗi lượng cân như quy định trong 7.1.

Dung dịch trắng. Để nguội và sau đó thêm nước đến 50 ml rồi lắc kỹ.

Dung dịch hiệu chỉnh. Để nguội, thêm vào 5 ml dung dịch axit gốc (5.4) hoặc một thể tích tương ứng với lượng dự kiến của nguyên tố vết trong hỗn hợp vào dung dịch kim loại đối chứng thứ hai, thêm nước đến 50 ml và lắc kỹ.

7.3 Đo phổ

Điều chỉnh thiết bị theo hướng dẫn của nhà sản xuất, chọn các điểm hiệu chỉnh nền thích hợp. Vòi đốt, buồng phun và ống dẫn mẫu sạch sẽ được sử dụng và plasma phải ổn định trước khi dùng theo các khuyến cáo của nhà sản xuất thiết bị.

Phun dung dịch hiệu chỉnh 1 và 2 phù hợp với quy trình hiệu chỉnh thiết bị đã được xác định và sau đó tiến hành quy trình phân tích đối với các dung dịch mẫu. Kết quả phải được hiển thị đủ số thập phân để có được độ chỉ thị chính xác về nồng độ tại giới hạn phát hiện của các nguyên tố liên quan.

Mỗi dung dịch phải có thời gian ổn định ít nhất 30 s, tiếp đến là 5 tích hợp với mỗi lần ít nhất 5 s để xác định cường độ thực (tức là cường độ đã được hiệu chỉnh theo nền).

Thời gian tráng rửa giữa mỗi lần đo phổ phải đủ để tín hiệu trở về vạch cơ bản, ngoại trừ nguyên tố nền.

Cường độ của vạch nền được chọn (xem Bảng A.1, A.2 và A.3) sẽ không đưa vào tính toán như đã miêu tả ở 8.2.

8 Tính toán và biểu thị kết quả

8.1 Đường cong hiệu chỉnh

Thiết lập nồng độ trong dung dịch trắng và các dung dịch hiệu chỉnh, có tính đến tạp chất được đưa vào dung dịch qua chất chuẩn đối chứng (5.5) và tính toán đường cong hiệu chỉnh cho từng nguyên tố trên cơ sở sử dụng cường độ thực thu được đối với dung dịch trắng và dung dich hiệu chỉnh.

8.2 Phương pháp tính

Sử dụng các đường cong hiệu chỉnh (xem 8.1), chuyển đổi các giá trị cường độ thực sang giá trị nồng độ và sử dụng công thức (1) để phần khối lượng của từng nguyên tố liên quan *(W_i)*:

$$W_i = \frac{c_i \times V_s}{m_s} \qquad (1)$$

Trong đó:

c_i là nồng độ nguyên tố i trong dung dịch mẫu, tính bằng mg/l;

V_s là thể tích của dung dịch mẫu, tính bằng lit;

m_s là khối lượng của mẫu kim loại, tính bằng miligram;

Giới hạn phát hiện được xác định như là ba độ lệch chuẩn về nồng độ của từng nguyên tố riêng biệt đo trong dung dịch hiệu chỉnh.

Độ tinh khiết của một kim loại quý đặc trưng, Wsp, biểu thị bằng phần nghìn, được tính theo công thức (2).

$$W_{sp} = 1000 - (\Sigma W_i \times 1000) \qquad (2)$$

Trong đó

ΣW_i là tổng phần khối lượng của từng nguyên tố có nồng độ cao hơn giới hạn phát hiện của nó.

8.3 Độ lặp lại

Kết quả của hai lần xác định song song giống hệt nhau không được sai lệch quá 0,1 ‰ độ tinh khiết của kim loại quý. Nếu có sai lệch lớn hơn so với quy định này, phải tiến hành phân tích lại.

9 Báo cáo thử nghiệm

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

a) Các thông tin nhận dạng mẫu gồm: nguồn gốc, ngày nhận mẫu, hình dạng mẫu;

b) Quy trình lấy mẫu;

c) Phương pháp sử dụng viện dẫn tiêu chuẩn này, như là TCVN 9876:2017(ISO 15093:2015);

d) Hàm lượng kim loại quý trong mẫu, tính bằng phần nghìn theo khối lượng (‰), các giá trị đơn lẻ cũng như các giá trị trung bình, kết quả báo cáo có bốn số thập phân có nghĩa;

e) Bất kỳ sai lệch nào (nếu có) so với phương pháp quy định trong tiêu chuẩn này;

f) Bất kỳ điều gì khác thường quan sát được trong quá trình xác định;

g) Ngày thử nghiệm;

h) Thông tin phòng thử nghiệm thực hiện phân tích;

i) Chữ ký của người quản lý phòng thử nghiệm và của người thực hiện.

Phụ lục A

(Quy định)

Các bước sóng

Có thể sử dụng các bước sóng khác so với các bước sóng quy định trong Bảng A.1, A.2 và A.3. Trong mọi trường hợp, cần phải chú ý đến sự giao thoa phổ. Các bảng này chưa thật đầy đủ. Nếu có mặt các nguyên tố khác, chúng phải được phân tích.

Bảng A.1 - Platin

Nguyên tố	Bước sóng sử dụng nm	Bước sóng khác nm	Nguyên tố	Bước sóng sử dụng nm	Bước sóng khác nm
Ag	328,068	-	Ni	352,454	231,604
Au	242,795	267,595	Pb	168,220	220,353
Bi	223,061	-	Pt[a]	224,552	273,396
Cd	226,502	-	Pd	340,458	355,308
Co	228,616	238,892	Rh	343,489	-
Cu	324,754	-	Ru	240,272	-
Fe	259,940	-	Sn	189,989	-
Ir	215,278	-	Ti	334,941	-
Mn	257,610	-	Zn	213,856	-

[a] Vạch phổ của nguyên tố nền được đề xuất (xem 7.3)

Bảng A.2 - Vàng

Nguyên tố	Bước sóng sử dụng nm	Bước sóng khác nm	Nguyên tố	Bước sóng sử dụng nm	Bước sóng khác nm
Ag	328,068	-	Ni	352,454	231,604
Au[a]	389,789	302,920	Pb	168,220	220,353
Bi	223,061	-	Pd	340,458	355,308
Cd	228,802	226,502	Pt	306,471	203,646
Co	228,616	238,892	Rh	343,489	-
Cu	324,754	-	Ru	240,272	-
Fe	259,940	-	Sn	189,989	189,927
Ir	215,278	-	Ti	334,941	-
Mn	257,610	-	Zn	213,856	-

[a] Vạch phổ của nguyên tố nền được đề xuất (xem 7.3)

Bảng A.3 - Paladi

Nguyên tố	Bước sóng sử dụng nm	Bước song khác nm	Nguyên tố	Bước sóng sử dụng nm	Bước song khác nm
Ag	328,068	-	Ni	352,454	231,604
Au	242,795	-	Pd[a]	248,892	229,651
Bi	223,061	-	Pt	306,471	203,646
Cd	228,802	226,502	Pb	220,353	-
Co	228,616	238,892	Rh	343,489	-
Cu	324,754	-	Ru	240,272	-
Fe	259,940	-	Sn	189,989	189,927
Ir	215,278	-	Ti	334,941	-
Mn	257,610	-	Zn	213,856	-

[a] Vạch phổ của nguyên tố nền được đề xuất (xem 7.3)