

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 9919:2013**

**ĐẤT, ĐÁ, QUẶNG VÀNG - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG VÀNG,  
BẠC - PHƯƠNG PHÁP NUNG LUYỆN**

*Soils, rocks and gold ores - Determination of gold, silver by fire assay fusion method*

**HÀ NỘI - 2013**

## **Lời nói đầu**

TCVN 9919: 2013 do Tổng Cục Địa chất và Khoáng sản biên soạn, Bộ Tài nguyên và Môi trường đề nghị Tổng Cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Đất, đá, quặng vàng –

### Xác định hàm lượng vàng, bạc - Phương pháp nung luyện

*Soils, rocks and gold ores – Determination of gold, silver  
by fire assay fusion method*

#### 1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp phân tích nghiệm xác định hàm lượng vàng và bạc trong đất đá và quặng vàng có chứa từ 0,5 g/T đến hàng nghìn g/T vàng và từ 10 g/T đến hàng nghìn g/T bạc, phục vụ cho điều tra cơ bản địa chất về khoáng sản, thăm dò khoáng sản.

#### 2. Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu 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 4851 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

TCVN 7151 (ISO 648), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet một mức*

TCVN 7153 (ISO 1042), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Bình định mức*

TCVN 9924:2013, *Đất, đá, quặng – Quy trình gia công mẫu sử dụng cho các phương pháp phân tích hóa học, hóa lý, ronghen, nhiệt*

#### 3. Nguyên tắc

Mẫu được phân huỷ bằng cách nung chảy ở nhiệt độ cao với hỗn hợp các chất trợ dung thích hợp (thành phần và tỉ lệ các chất trợ dung thay đổi tùy thuộc vào đặc điểm thành phần của mẫu). Sau quá trình nung chảy, vàng và bạc được góp vào nộ chì kim loại.

Quá trình cupen hoá nộ chì kim loại sau đó trong capen manhezit ở nhiệt độ thích hợp giúp loại phần lớn chì (do thăng hoa), đồng thời chuyển các kim loại tạp chất thành các oxit thấm vào bên trong capen và để lại trên mặt hạt hợp kim vàng và bạc.

Tách bạc khỏi vàng bằng cách hoà tan hạt hợp kim bằng axit nitric. Sau đó, xác định hàm lượng vàng và bạc trong mẫu theo phương pháp khối lượng.

#### 4. Hóa chất, thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước phù hợp với loại 2 của TCVN 4851 (ISO 3696).

- 4.1 Natri cacbonat  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , loại kỹ thuật.
- 4.2 Natri tetra borat  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  (borac), loại kỹ thuật.
- 4.3 Chì oxit  $\text{PbO}$  hàm lượng tạp chất vàng  $< 0,1 \text{ g/T}$  và bạc  $< 5 \text{ g/T}$ .
- 4.4 Bột silic dioxit  $\text{SiO}_2$  hoặc bột thủy tinh.
- 4.5 Kali nitrat  $\text{KNO}_3$ , loại kỹ thuật.
- 4.6 Tinh bột (bột mì, bột gạo hoặc bột sắn).
- 4.7 Axit nitric,  $d = 1,40$ , các dung dịch (1+4), (1+2) và (2+3).
- 4.8 Axit sunfuric,  $d = 1,84$ , dung dịch (1+1).
- 4.9 Bạc nitrat  $\text{AgNO}_3$ , dung dịch có độ chuẩn (theo bạc)  $1 \text{ mg/ml}$ . Hoà tan  $1,5700 \text{ gam}$  bạc nitrat trong  $200 \text{ ml}$  nước, thêm 1-2 giọt axit nitric (1+1). Pha loãng bằng nước trong bình định mức  $1 \text{ lít}$ , lắc đều. Bảo quản dung dịch trong bình polietylen.

#### 5. Thiết bị - Dụng cụ

Các thiết bị, dụng cụ phòng thử nghiệm thông thường, bao gồm pipet một mức, bình định mức phù hợp với các quy định trong TCVN 7151 (ISO 648) và TCVN 7153 (ISO 1042), (trừ khi có quy định khác), và các thiết bị, dụng cụ sau.

- 5.1 Lò nung luyện, đốt bằng dầu diezen  $1200^\circ\text{C}$ .
- 5.2 Lò điện, có điều khiển nhiệt độ tự động  $1000^\circ\text{C}$ .
- 5.3 Cân kỹ thuật, có độ chính xác  $2 \cdot 10^{-2} \text{ g}$ .
- 5.4 Cân vi phân tích, có độ chính xác  $2 \cdot 10^{-3} \text{ mg}$ .
- 5.5 Kính lúp, có độ phóng đại 12 lần.
- 5.6 Chén nung chảy mẫu (chén nghiệm), bằng vật liệu chịu nhiệt (samot) dung tích  $500 \text{ ml}$ .
- 5.7 Capen manhezit, có dung tích mặt khum  $5 \text{ ml}$ , nặng  $40\text{-}60 \text{ gam}$ .
- 5.8 Thuyền sứ đốt mẫu, có dung tích  $150\text{-}200 \text{ ml}$ .
- 5.9 Bát sứ trắng men, có dung tích  $200\text{-}250 \text{ ml}$ .
- 5.10 Cốc nhựa, có dung tích  $500 \text{ ml}$ .
- 5.11 Chén sắt, có dung tích  $20 - 25(\text{ml})$ .
- 5.12 Kẹp gấp chén nung bằng sắt dài  $100 \text{ cm}$ .

- 5.13 Kẹp gấp capen bằng sắt dài 50 cm.
- 5.14 Đe và búa chuyên dụng, để đập tách xỉ và dát mỏng hạt hợp kim.
- 5.15 Panh kẹp để gấp hạt hợp kim.
- 5.16 Giá sắt có lỗ, để đặt chén sứ.
- 5.17 Chén sứ, có dung tích 5 ml.
- 5.18 Bình định mức, dung tích 1000 ml.
- 5.19 Chi lá, dày 0,2 mm.
- 5.20 Đinh sắt, < D 6 mm, dài 10-15 cm.
- 5.21 Giấy gói mẫu.

## 6. Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị và gia công mẫu thử theo TCVN 9924:2013, Đất, đá, quặng – Quy trình gia công mẫu sử dụng cho các phương pháp phân tích hóa học, hóa lý, rơnghen, nhiệt

## 7. Cách tiến hành

### 7.1. Phối liệu mẫu

Trước khi tiến hành phân tích cần phân loại mẫu căn cứ vào các tài liệu mô tả địa chất trong phiếu gửi mẫu để chọn cách xử lý và điều chỉnh thành phần phối liệu cho hợp lý theo hướng dẫn trong *Bảng 1*.

**Bảng 1:** Phối liệu của mẫu theo đặc điểm thành phần đất đá và quặng.

Lớp quặng	Công thức phối liệu số	Loại quặng	Lượng cân mẫu (g)	Chi oxit (g)	Chất khử (g)	Natri cacbonat (g)	Borac (g)	silic dioxit (g)	Đinh sắt (g)	Kali nitrat (g)
	1	Thạch anh (chứa ít pyrit, sfalerit, galenit 3%)	50	50	2,5	70	15			
	2	Alevrolit, đá vôi có vân thạch anh	50	60	2	60	20	5		
	3	Bari cacbonat	50	60	2	60	20	5		
	4	Sét	50	60	3	70	30	10		
	5	Apatit	50	70	3,5	60	40	20		
	6	Cacbonat	50	50	3	60	40	30		
II	7	Pyrit (20-25%) lẫn thạch anh	50	45	2	80	15	3		
	8	Pyrit hàm lượng trung bình	50	50	0,5	100	25		2-3	
	8	Pyrit hàm lượng giàu	50	50	0	130	40	2	2-3	
	10	Đá phiến grafit (20-25% pyrit)	50	50	2,5	80	20	10		

Lớp quặng	Công thức phối liệu số	Loại quặng	Lượng cân mẫu (g)	Chi oxit (g)	Chất khử (g)	Natri cacbonat (g)	Borac (g)	silic dioxit (g)	Đinh sắt (g)	Kali nitrat (g)
	11	Đá phiến mica grafit có vân thạch anh	50	50	3	70	15	5		
	12	Đá phiến glinit (20-30% pyrit)	5 D	50	2	100	25	5	2-3	
III	13	Thạch anh limonit	50	50	3	70	20	10		
	14	Granat - pyroxen manhezit	50	50	4	60	27	25		
IV	15	Antimonit lẫn thạch anh cacbonat	25	90	0	80	25			1.5
	16	Thạch anh (10-15% asenopyrit)	50	50	4	70	15			
	17	Caxiterit – tuamalin (2-3% asenopyrit)	50	60	1.5	75	20			

Cân 50,00 gam mẫu. Nếu mẫu có hàm lượng sunfua cao và nhiều tạp chất hữu cơ thì chuyển mẫu vào thuyền sứ dung tích 150-200 ml. Đốt mẫu từ nhiệt độ thấp đến 600-650°C trong 4-5 giờ. Trong quá trình đốt thỉnh thoảng đảo mẫu trong thuyền sứ.

Với mẫu có hàm lượng antimon cao thì đốt ở nhiệt độ 400-450°C trong 2-3 giờ, sau đó mới tăng nhiệt độ. Khi tăng nhiệt độ cần theo dõi cẩn thận không để cho mẫu bị đông kết cứng lại.

Mẫu sau khi được xử lí như trên có thể phối liệu theo công thức 1 của lớp quặng I.

Chuyển mẫu sau khi đã xử lí sơ bộ vào bát sắt tráng men và tiến hành phối liệu theo thứ tự sau đây:

- Cân chì oxit và tinh bột cho vào bát sắt đã có mẫu, trộn đều cùng với mẫu bằng thìa nhựa.
- Cân natri cacbonat, natri tetraborat và các chất còn lại cho vào cốc nhựa, trộn đều.
- Chuyển mẫu đã trộn với chì oxit và tinh bột trong bát sắt vào cốc nhựa trên, trộn đều. Sau đó chuyển mẫu đã phối liệu vào tờ giấy gói mẫu có kích thước 18 x 25 cm đã gấp sẵn thành hình phễu. Cho 10-15 gam hỗn hợp natri cacbonat và borac tỉ lệ (1+1) vào cốc nhựa để tráng cốc rồi dùng ngay hỗn hợp này phủ lên trên mặt mẫu trong giấy gói mẫu. Dùng đũa thủy tinh chọc sâu 5-6 cm vào bên trong hỗn hợp mẫu và qua lỗ này thêm 5 ml dung dịch bạc nitrat 1 mg/ml (theo Ag). Gói bọc mẫu lại cẩn thận.

## 7.2. Nung chảy mẫu

Đặt các chén nung bằng samot dung tích 500 ml vào lò theo thứ tự và điều khiển lò cho tăng dần nhiệt độ. Khi lò đạt nhiệt độ 800-900°C (thường sau khoảng 1 giờ đến 1 giờ 20 phút), dùng kẹp sắt chuyển các bao mẫu vào chén theo đúng số thứ tự. Tiến hành nung chảy mẫu ở nhiệt độ 1100-1200°C. Quá trình nung chảy thường kết thúc sau khoảng 1 giờ đến 1 giờ 20 phút (kể từ khi cho mẫu vào chén trong lò) khi mẫu đã chảy đều thành một khối đồng nhất.

Lấy chén ra khỏi lò theo thứ tự bằng kẹp sắt. Lắc nhẹ chén và nhanh chóng chuyển toàn bộ khối chảy vào chén sắt. Để nguội, đập tách hết xỉ ra khỏi nung chỉ đọng ở đáy chén.

Cân khối lượng nẹp chỉ trên cân kỹ thuật. Nếu khối lượng đạt 28 - 32 gam chứng tỏ thành phần phối liệu đã chọn phù hợp với đặc điểm thành phần mẫu.

### 7.3. Cupen hoá và xác định khối lượng hạt hợp kim vàng-bạc

Quá trình cupen hoá các nẹp chỉ thu được để loại phần lớn chỉ và các kim loại tạp chất được tiến hành trong các capen manhezit. Lau sạch mặt khum của capen và đặt theo thứ tự vào lò. Tăng dần nhiệt độ đến 800°C. Khi thấy capen đã đỏ hồng, dùng kẹp sắt chuyển lần lượt từng nẹp chỉ vào giữa lòng các capen theo đúng số thứ tự. Tăng dần nhiệt độ tới 850-900°C. Thỉnh thoảng mở hé cửa lò để theo dõi. Càng về cuối quá trình cupen hoá tỉ lệ giữa chỉ và kim loại quý càng giảm dần. Khi thấy hạt hợp kim tự nhiên loé sáng và trở lại màu hồng thì kết thúc cupen. Sau 1 phút, gấp capen ra khỏi lò.

Để nguội, dùng panh gấp hạt hợp kim vàng-bạc khỏi capen. Dùng kính lúp để kiểm tra xem có còn sót hạt hợp kim nào trên mặt capen thì nhặt ra cho hết. Dùng búa đe chuyên dụng dát mỏng hạt hợp kim đến có độ dày cỡ 0,1-0,15 mm rồi đem đốt trong chén sứ dung tích 5ml ở nhiệt độ 700-800°C trong 1-2 phút. Lấy ra, để nguội và cân khối lượng hạt hợp kim trên cân vi phân tích.

### 7.4. Tách bạc khỏi vàng và xác định khối lượng vàng

Sau khi cân, hoà tan hạt hợp kim trong chén sứ dung tích 5 ml bằng 3 ml axit nitric (1+4) trên bếp điện ở nhiệt độ khoảng 90-100°C trong 20-25 phút.

Nếu thấy hạt hợp kim vẫn còn màu sáng của bạc thì tiếp tục thêm 2-3 ml axit nitric (1+2) rồi đun tiếp. Nếu bạc vẫn chưa tan hết thì lại thêm 2-3 ml axit nitric (1+1) và tiếp tục đun nóng để hoà tan ở 90 - 100°C trong 20-25 phút nữa.

Nếu tiến hành hoà tan như trên mà hạt hợp kim vẫn còn ánh bạc thì chứng tỏ tỉ lệ bạc-vàng chưa đảm bảo để giúp cho quá trình hoà tan tách bạc khỏi vàng được hoàn toàn do thiếu bạc. Khi đó cần thêm bạc và cupen hoá lại. Cách làm như sau:

Thêm vào hợp kim một lượng bạc kim loại để thoả mãn tỉ lệ bạc-vàng theo hướng dẫn ở *Bảng 2*.

Dùng một lá chỉ dày 0,2 mm có khối lượng 15,00-20,00 gam để bọc cẩn thận hạt hợp kim và lượng bạc thêm vào. Tiến hành cupen hoá lại như *mục 6.3*, hoà tan để tách bạc như *mục 6.4*. Sau khi hoà tan bạc hoàn toàn, chất gạt dung dịch chứa bạc để giữ lại hạt vàng. Rửa gạt hạt vàng 4-5 lần bằng nước cất không có ion clo (thử bằng bạc nitrat). Sấy khô và nung ở nhiệt độ 600-700°C. Lấy ra, để nguội rồi cân khối lượng hạt vàng trên cân vi phân tích.

**Bảng 2.** Tỉ lệ khối lượng bạc-vàng cần thiết để có thể hoà tan tách bạc hoàn toàn khỏi vàng.

Khối lượng vàng trong hợp kim, mg	0,1	0,2	1,0	10	50
Tỉ lệ khối lượng giữa bạc và vàng ( Ag / Au )	20-30/1	10/1	6/1	4/1	2,5/1

## 8. Biểu thị kết quả

### 8.1 Tính hàm lượng vàng

Hàm lượng vàng được tính theo công thức:

$$X_{Au} = \frac{m_1 - m_2}{G} 1000$$

trong đó:

$X_{Au}$ : - Hàm lượng vàng trong mẫu, g/T;

$m_1, m_2$ : - Khối lượng hạt vàng thu được từ mẫu phân tích và mẫu không quặng, mg;

G: - Khối lượng phần mẫu thử phân tích, g.

Hàm lượng bạc được tính theo công thức:

$$X_{Ag} = \frac{(m_1 - m_2) - m_3}{G} 1000$$

trong đó:

$X_{Ag}$ : - Hàm lượng bạc trong mẫu, g/T;

$m_1, m_2$ : - Khối lượng hạt hợp kim thu được từ mẫu phân tích và mẫu không quặng, mg;

$m_3$ : - Khối lượng hạt vàng thu được từ mẫu phân tích, mg;

G: - Khối lượng phần mẫu thử phân tích, g.

## 8.2 Sai số phân tích

Sai lệch lớn nhất giữa hai kết quả xác định song song hoặc đối song không vượt quá giá trị  $\Delta$  trong bảng 3:

Bảng 3. Sai số cho phép của phương pháp đối với các nguyên tố: Au, Ag

Số TT	Cấp hàm lượng (ppm)	Sai lệch tuyệt đối ( $\Delta$ %)	
		Vàng	Bạc
1	Đến 0,4	0,2	
2	0,4- 1,0	0,2	
3	10-2,0	0,3	
4	2,0-5,0	0,5	
5	5,0-10,0	0,9	5
6	10,0-20,0	1,5	7
7	20,0 – 50,0	2,5	15
8	50,0- 100,0	5,0	30
9	100- 200	6,5	40
10	200 - 500	10,0	60
11	500- 1000		80



## 9. Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm các thông tin sau:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Nhận dạng mẫu thử;
- c) Tên và địa chỉ phòng thử nghiệm;
- d) Ngày tiến hành thử nghiệm;
- e) Ngày báo cáo kết quả thử;
- f) Bất kỳ các đặc điểm đã ghi nhận trong quá trình xác định, các thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này có thể ảnh hưởng đến kết quả của mẫu thử.

### Thư mục tài liệu tham khảo

(T.C.N. 03-IPTVN/94) Phương pháp phân tích nghiệm xác định hàm lượng vàng và bạc

---