

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 10619:2014**

**ISO 11490:2014**

Xuất bản lần 1

**ĐỒ TRANG SỨC - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG PALADI TRONG  
HỢP KIM PALADI DÙNG LÀM ĐỒ TRANG SỨC -  
PHƯƠNG PHÁP TRỌNG LƯỢNG VỚI DIMETHYLGLYOXIM**

*Jewellery - Determination of palladium in palladium jewellery alloys -  
Gravimetric determination with dimethylglyoxime*

HÀ NỘI - 2014

## **Lời nói đầu**

TCVN 10619:2014 hoàn toàn tương đương ISO 11490:2014.

TCVN 10619:2014 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 paladi trong hợp kim paladi dùng làm đồ trang sức - Phương pháp trọng lượng với dimethylglyoxim**

*Jewellery - Determination of palladium in palladium jewellery alloys - Gravimetric determination with dimethylglyoxime*

## **1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này quy định một phương pháp trọng lượng để xác định paladi trong hợp kim paladi 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 bạc, indi, gali, đồng, cobalt, nickel, thiếc và rutheni. Các nguyên tố đồng kết tủa phải được xác định bằng một phương pháp thích hợp và một sự hiệu chỉnh kết quả được áp dụng.

## **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 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**

Mẫu được hoà tan trong nước cường toan. Paladi được kết tủa với dimethylglyoxim. Nếu bạc có mặt, nó được tách dưới dạng bạc clorua. Hợp chất paladi dymethylglioxim được chuyển đổi sang dạng paladi kim loại bằng cách nung và sau đó được xác định bằng phương pháp trọng lượng.

## **TCVN 10619:2014**

### **4 Thuốc thử**

**4.1** 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.

**4.2 Axit nitric (HNO<sub>3</sub>)**, khoảng 65 % đến 70 % HNO<sub>3</sub> (khối lượng).

**4.3 Axit clohydric (HCl)**, 30 % đến 37 % HCl (khối lượng).

**4.4 Axit clohydric loãng**, 8,5 % (khối lượng).

#### **4.5 Dung dịch Dimethylglyoxim**

Hoà tan 10 g dimethylglyoxim trong 1000 ml ethanol.

#### **4.6 Amôni clorua**

**4.7 Axit nitric loãng**, 1,39 %.

Cẩn thận cho 10 ml axit nitric (4.2) vào 1000 ml nước và khuấy đều.

**4.8 Axit flohydric**, 40 % (khối lượng).

**4.9 Axit sunfuric loãng**, 50 % (khối lượng).

**4.10 Khí hoàn nguyên**, như hydro hoặc một hỗn hợp hydrô/nitơ.

**4.11 Khí trợ áp suất cao**, thường dùng cacbon đioxyt hoặc nitơ.

#### **4.12 Nước cường toan**

Trộn lẫn 3 thể tích axit clohydric (4.3) và 1 thể tích axit nitric (4.2).

### **5 Thiết bị, dụng cụ**

**5.1 Thiết bị thí nghiệm thông thường.**

**5.2 Thiết bị hoàn nguyên**, xem Hình A.1.

**5.3 Đĩa platin**, có thể tích 10 ml.

**5.4 AAS hoặc ICP-OES**, hoặc các phương tiện khác có khả năng xác định vết kim loại.

**5.5 Lò múp**, có khả năng đạt nhiệt độ ít nhất là 900 °C.

**5.6 Giấy lọc không tàn**, có khả năng giữ lại các hạt lớn hơn 3 µm.

**5.7 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** Dát mỏng mẫu đến chiều dày nhỏ hơn 0,5 mm và cân một mẫu chứa 150 mg đến 200 mg paladi với độ chính xác đến 0,01mg. Chuyển mẫu cân vào một cốc thành cao 800 ml. Thêm vào 10 ml axit nitric (4.2) và đun nóng ở 70 °C đến 80 °C khoảng 20 min trong cốc được đậy bằng một mặt kính đồng hồ, trước khi thêm vào 30 ml axit clohydric (4.3) để hoàn thành việc phân hủy.

**7.2** Nếu bạc clorua không tan được tạo thành, dùng đĩa thủy tinh dầm nát chúng để đảm bảo tất cả kim loại được hoà tan.

**7.3** Lấy mặt kính đồng hồ ra và làm bay hơi từ từ cho đến khô. Hoà tan cạn trong 10 ml axit clohydric (4.3) và pha loãng bằng nước đến 100 ml.

**7.4** Nếu một kết tủa được hình thành, để yên khoảng 12 h trong chỗ tối cho lắng. Lọc và rửa bằng axit nitric loãng (4.7), giữ lại kết tủa, sử dụng thiết bị thích hợp (5.4) để xác định vết paladi.

**7.5** Thêm 20 ml axit clohydric vào dung dịch từ 7.3 (hoặc phần dung dịch lọc tại 7.4). Pha loãng đến khoảng 400 ml, làm lạnh đến 15 °C và thêm dung dịch dimethylglyoxim với từng lượng nhỏ 5 ml cho đến khi đạt tổng số 30 ml cho từng lượng 100 mg paladi dự tính.

**7.6** Để cho lắng trong 1 h, lọc và rửa kết tủa bằng dung dịch dimethylglyoxim (4.5) pha loãng 10 lần với nước. Giữ lại dung dịch lọc và dung dịch rửa được gộp chung, sử dụng các thiết bị (5.4) để xác định paladi và hiệu chỉnh kết quả cuối cùng.

**7.7** Chuyển kết tủa và giấy lọc sang một chén sứ đã biết khối lượng. Trải giấy lọc để tạo thành một bề mặt phẳng và sấy khô trong tủ ẩm trong 3 h ở 110 đến 120 °C. Phủ một lớp amôni clorua (4.6) dày chừng 3 mm (khoảng 4 g đối với chén có đường kính 40 mm) để ngăn ngừa thất thoát paladi khi nung.

**7.8** Nung chén từ từ (trong khoảng 40 min) trước hết để hoá tro giấy lọc và tiếp đó để phân huỷ phức chất của paladi và đuổi amôni clorua ra ngoài. Khi đã ngừng bốc khói, nung trong 1 h ở  $(800 \pm 50)$  °C.

CHÚ THÍCH: Amôni clorua phân huỷ ở 340 °C.

**7.9** Từng phần paladi bị oxy hoá được hoàn nguyên về trạng thái kim loại bằng cách nung trong khí hoàn nguyên (4.10) và cho phép làm nguội trong môi trường khí trơ (4.11).

**7.10** Cân sản phẩm đó để nhận được khối lượng gần đúng của paladi.

**7.11** Chuyển paladi còn lẫn tạp chất vào đĩa platin (5.3). Tẩm ướt bằng axit flohydric (4.8) và thêm 3 giọt axit sunfuric loãng (4.9). Nung nóng đến khi khói bắt đầu bay ra khỏi dung dịch. Làm nguội, sau đó chiết xuất phần cạn bằng một ít nước nóng. Lọc và rửa bằng nước. Gộp dung dịch lọc và rửa từ quá trình lọc trước đó. Chuyển paladi và giấy lọc sang một chén, nung ở khoảng 700 °C và hoàn nguyên như đã mô tả trong 7.9. Cân lại lần nữa để có khối lượng cuối cùng.

## TCVN 10619:2014

**7.12** Nếu nghi ngờ có sự nhiễm bẩn của paladi, phải hoà tan nó trong nước cường toan (4.12), các nguyên tố được xác định bằng phương pháp quang phổ và lấy khối lượng cuối cùng của paladi trừ đi khối lượng của chúng; hoặc paladi phải được làm sạch bằng cách lặp lại quá trình ở 7.1 đến 7.11.

**7.13** Dung dịch lọc và dung dịch rửa gộp lại được phân tích paladi bằng phương tiện thiết bị, thường dùng là AAS hoặc ICP-OES (5.4). Lượng dư dimethylglyxim được phân huỷ bằng cách bốc hơi đến khô sau đó xử lý cặn với nước cường toan (4.12). Dung dịch thu được đem so sánh với dung dịch paladi chuẩn có chứa những lượng tương đương axit và chất đệm quang phổ.

## 8 Tính toán và biểu thị kết quả

### 8.1 Tính toán

Nếu khối lượng được cân sau cùng chỉ chứa riêng paladi, hàm lượng paladi  $w_{Pd}$ , được tính bằng phần nghìn theo khối lượng (%), sử dụng công thức (1):

$$w_{Pd} = \frac{m_3 + m_2}{m_1} \times 10^3 \quad (1)$$

Trong đó:

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

Nếu khối lượng cân sau cùng có chứa các nguyên tố khác, hàm lượng paladi  $w_{Pd}$ , được tính bằng phần nghìn theo khối lượng (%), sử dụng công thức (2):

$$w_{Pd} = \frac{m_3 + m_2 - m_x}{m_1} \times 10^3 \quad (2)$$

Trong đó:

- $m_x$  khối lượng tổng của các nguyên tố khác, tính bằng miligam.

Hàm lượng paladi  $w_{Pd}$ , được tính bằng phần nghìn theo khối lượng (%), được hiệu chỉnh cho khối lượng  $m_y$  của paladi trong bạc clorua được kết tủa tại 7.4 sử dụng công thức (3):

$$w_{Pd} = \frac{m_3 + m_2 - m_x + m_y}{m_1} \times 10^3 \quad (3)$$

Trong đó:

- $m_y$  khối lượng của paladi trong bạc clorua, tính bằng miligam.

## 8.2 Độ lặp lại

Kết quả của hai lần xác định giống nhau phải tương đương, không lệch quá năm phần nghìn theo khối lượng của paladi. Nếu độ lệch lớn hơn so với giá trị này, phải tiến hành lại phép thử.

## 9 Báo cáo thử

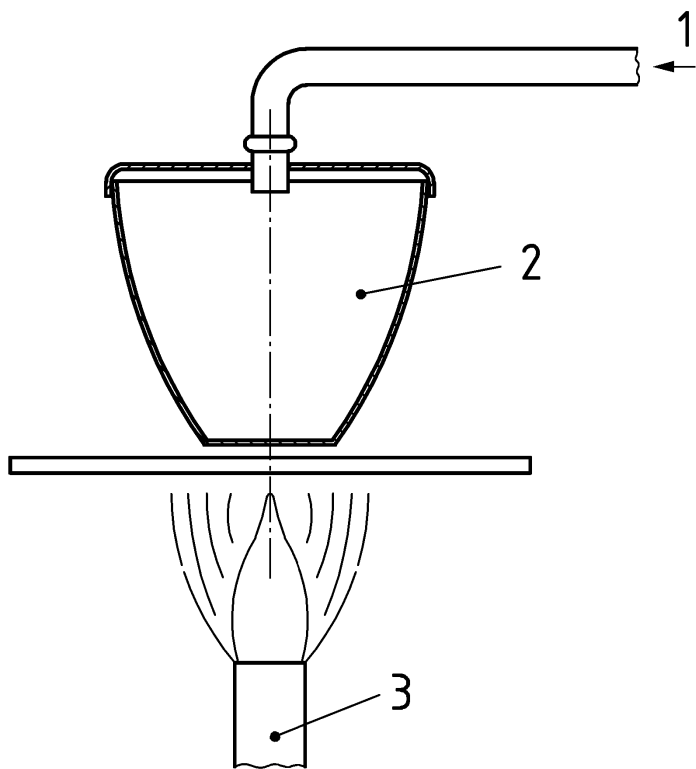
Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin sau:

- a) Nhận diện mẫu thử bao gồm nguồn gốc, ngày tháng nhận, hình dạng mẫu;
- b) Phương pháp lấy mẫu;
- c) Viện dẫn tiêu chuẩn này, TCVN 10619 (ISO 11490) ;
- d) Hàm lượng paladi của mẫu tính bằng phần nghìn theo khối lượng (%), dưới dạng các giá trị riêng và 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 phân tích này;
- i) 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**



**CHÚ DẪN:**

- 1 Dòng khí;
- 2 Chén Rose có nắp;
- 3 Đèn khí.

**Hình A.1 - Thiết bị hoàn nguyên**



## Thư mục tài liệu tham khảo

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