

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 5196 : 1990**

**VÀNG – YÊU CẦU CHUNG ĐỐI VỚI  
PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH**

*Gold - General requirements for methods of analysis*

**HÀ NỘI - 2008**



## Lời nói đầu

TCVN 5196 :1990 do Trung tâm Tiêu chuẩn chất lượng biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật Nhà nước (nay là Bộ khoa học và 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.



## Vàng - Yêu cầu chung đối với phương pháp phân tích

### *Gold - General requirements for methods of analysis*

- 1 Tiêu chuẩn này quy định yêu cầu chung đối với phương pháp phân tích vàng với hàm lượng không nhỏ hơn 99,9%.
- 2 Tiến hành chọn mẫu theo tài liệu tiêu chuẩn kỹ thuật đối với từng loại sản phẩm.
- 3 Để tiến hành phân tích và chuẩn bị dung dịch, sử dụng các thuốc thử chuyên dùng có độ tinh khiết không nhỏ hơn độ tinh khiết phân tích và nước cất hai lần.
- 4 Độ sạch của kim loại dùng để chuẩn bị dung dịch chuẩn không nhỏ hơn 99,9%.
- 5 Tiến hành cân mẫu phân tích với độ sai lệch không lớn hơn:
  - 0,0002g đối với các phương pháp trên cơ sở dung dịch của vàng đã hoà tan trước.
  - 0,005g đối với phương pháp nguyên tử phát xạ (khi phân tích mẫu ở dạng bất kỳ).
- 6 Trong biểu thức “pha loãng 1 : 1, 1 : 2”, v.v... số đầu biểu thị phần thể tích axit hoặc dung dịch nào đó, số thứ hai - phần thể tích nước.
- 7 Thuật ngữ “nước nóng” (dung dịch) có nghĩa là nước (dung dịch) có nhiệt độ nóng trên 70 °C.
- 8 Để tiến hành phân tích sử dụng bình định mức không thấp hơn cấp chính xác 2.
- 9 Cho phép dùng các thiết bị, nguyên liệu, bình định mức và thuốc thử khác trong điều kiện các đặc tính đo nhận được không thua kém những yêu cầu ghi trong tiêu chuẩn tương ứng về phương pháp phân tích.
- 10 Làm sạch bề mặt của vàng trước khi tiến hành phân tích. Mẫu phân tích (mẫu dưới dạng phoi, dải mỏng, tấm... hoặc ở dạng thanh) trộn lẫn trong cốc thể tích 50 cm<sup>3</sup> đến 100 cm<sup>3</sup>.

## TCVN 5196 : 1990

Đổ thêm 10 cm<sup>3</sup> đến 20 cm<sup>3</sup> (đối với mẫu dạng thanh 50cm<sup>3</sup>) dung dịch axit clohydric (1:1) và đun sôi trong khoảng 5 min đến 10 min. Đổ dung dịch ra và rửa 6 đến 7 lần bằng nước. Các mẫu chuẩn của thành phần vàng cũng được điều chế bằng cách này. Trong trường hợp cần phân tích vàng ở dạng xốp hoặc bột cần ép mẫu trước trong máy ép khuôn kim loại và không làm sạch bằng chất hoá học, cho phép nung chảy mẫu trong lò.

**11** Nếu mẫu phân tích không có lý lịch hoặc phiếu phân loại thì tiến hành phân tích trước các hàm lượng cơ bản các thành phần của vàng.

Tiến hành phân tích bằng phương pháp tỷ trọng trên vàng kết tủa từ dung dịch muối hidrajin.

### 11.1 Thiết bị, thuốc thử và nguyên liệu

- Cân phân tích
- Lò nung có điều chỉnh nhiệt
- Bếp điện có máy xo kín
- Cốc chịu nhiệt dung tích 200 cm<sup>3</sup>
- Axit nitric
- Axit clohydric.
- Hidrajin dhidroclorua, dung dịch 50 g/dm<sup>3</sup>.
- Nước cất theo TCVN 2117 : 1977.

### 11.2 Tiến hành phân tích

Trong cốc có dung tích 200 cm<sup>3</sup> khuấy đều 100 mg đến 200 mg mẫu phân tích với 10 cm<sup>3</sup> hỗn hợp (mới trộn) HCl và HNO<sub>3</sub> tỷ lệ (3:1) và đun nóng nhẹ. Khi kim loại đã hoà tan tiếp tục đun dung dịch cho đến khi loại bỏ các muối của nitơ và pha loãng với 70 cm<sup>3</sup> nước. Đổ thêm vào dung dịch 20 cm<sup>3</sup> hidrajin dhidroclorit và đun đến kết tủa vàng hoàn toàn (dung dịch phải trong suốt). Làm nguội dung dịch và lọc qua 2 lần giấy “băng trắng”. Rửa sạch chất kết tủa trên tấm lọc bằng nước nóng.

Trộn tấm lọc với chất kết tủa trên đó trong chén nung sứ đã được cân trước, sấy khô và nung đến 900 °C sau đó cân chất thu được cùng chén nung.

### 11.3 Xử lý kết quả

Hàm lượng vàng trong kim loại phân tích tính bằng %, theo công thức:

$$C = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100$$

Trong đó:  $m_1$  - khối lượng chén nung cùng với chất kết tủa, g;

$m_2$  - khối lượng chén nung, g;

$m$  - khối lượng mẫu kim loại, g.

**12** Cho phép phân tích sơ bộ vàng qua hàm lượng của thành phần cơ bản bằng các phương pháp khác.

**13** Dụng đồ thị chuẩn khi phân tích bằng phương pháp nguyên tử phát xạ cho phép sử dụng các mẫu chuẩn quốc gia về thành phần vàng.

**14** Kết quả phân tích là giá trị số học trung bình của các kết quả tiến hành song song, sai lệch lớn nhất giữa các kết quả đo không vượt quá sai lệch cho phép với xác suất tin cậy là  $P = 0,95$  và phù hợp với các tiêu chuẩn tương ứng.

**15** Việc phân tích phải tiến hành lại nếu hiệu số giữa hai kết quả lớn và nhỏ tiến hành song song và giữa các kết quả của các phép phân tích vượt quá giá trị sai lệch cho phép.

**16** Dùng mẫu chuẩn vàng quốc gia để kiểm tra độ chính xác của các kết quả phân tích. Kết quả của việc phân tích được đánh giá là đúng nếu giá trị tuyệt đối của hiệu số giữa phần khối lượng tìm thấy của tạp chất xác định trong mẫu chuẩn và giá trị tương ứng đã được đánh giá trong giấy chứng nhận của mẫu chuẩn, thỏa mãn với sai lệch cho phép của các kết quả phân tích bằng phương pháp tương ứng không được vượt quá đại lượng:

$$\Delta = \sqrt{\Delta_{am}^2 + 0,5d^2}$$

Trong đó:  $\Delta_{am}$  - sai lệch của mẫu chuẩn quốc gia;

$d$  - sai lệch cho phép của các kết quả cho phân tích.

Nếu đẳng thức trên không đúng thì phải ngừng tiến hành phân tích theo phương pháp đang dùng đến khi tìm ra nguyên nhân và loại bỏ những sai lệch đã tìm thấy.

**17** Yêu cầu về an toàn khi tiến hành phân tích vàng theo tài liệu pháp quy kỹ thuật hiện hành.

**18** Phần khối lượng của chất cơ bản (vàng) được xác định theo hiệu số 100% và tổng số các tạp chất xác định.