



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iran National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۲۶۲۸

تجدیدنظر دوم

۱۴۰۰

INSO

12628

2nd Revision

2022

Identical with
ISO 15093:2020

جواهر و آلیاژهای فلزات گرانبها - تعیین
عیار طلا، پلاتین و پالادیم با خلوص
بالا - روش تفاضل با استفاده از
طیف‌سنجی نشر نوری پلاسمای جفت
شده القایی (ICP-OES)

**Jewellery and precious metals —
Determination of high purity gold,
platinum and palladium — Difference
method using ICP-OES**

ICS: 39.060

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iran National Standardization Organization (INSO)

No. 2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.gov.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، وظیفه تعیین، تدوین، به روز رسانی و نشر استانداردهای ملی را بر عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«جواهر و آلیاژهای فلزات گرانبها - تعیین عیار طلا، پلاتین و پالادیم با خلوص بالا - روش تفاضل با استفاده از طیفسنجی نشر نوری پلاسمای جفت شده القایی (ICP-OES)»

رئیس:

رضایی، بهزاد
(دکتری شیمی تجزیه)
عضو هیئت علمی دانشگاه صنعتی اصفهان، رئیس دانشگاه جامع علمی کاربردی استان اصفهان

دبیر:

رجالی، فرحناز
(دکتری شیمی تجزیه)
رئیس گروه پژوهشی استاندارد منطقه‌ای اصفهان

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

ابن‌التراب، سیدمهدی
(کارشناسی ارشد مدیریت)
سازمان ملی استاندارد ایران

احمدزاده، داریوش
(کارشناسی ارشد مدیریت استراتژیک)
رئیس اداره اندازه‌شناسی و مقیاس‌ها اداره کل استاندارد استان خوزستان

احمدی نیری، غلامحسین
(کارشناسی مهندسی متالورژی استخراجی)
مدیر کنترل کیفیت استحصال مواد معدنی تخت سلیمان

بابایی، حمید
(دکتری شیمی کاربردی)
مدیر کنترل کیفیت شرکت نوین شیمیاری

بیگی، کیهان
(دکتری مدیریت)
رئیس اداره صادرات غیرنفتی دفتر صادرات گمرک ایران

جابری، مهدی
(کارشناسی مدیریت امور بانکی)
رئیس اداره نشر اسکناس بانک مرکزی

حاجی‌نیا، اکرم
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)
مدیر آزمایشگاه و تحقیق و توسعه گروه صنعتی معدنی زرمهر

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

سمت و/یا محل اشتغال:

مدیر کنترل کیفیت واحد تولیدی آسیا	خرم، نوید (کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)
معاون مسافری گمرکات استان اصفهان	خودسیانی، اصغر (کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)
کارشناس استاندارد	رجالی، محمدرضا (کارشناسی مهندسی مکانیک)
رئیس گروه فلزات گرانبها و گوهر سنگها وزارت صنعت، معدن و تجارت	روحانی‌نیا، امیرحسین (کارشناسی مهندسی متالورژی و مواد)
کارشناس اداره کل استاندارد استان اصفهان	شجاعی، پیمان (کارشناسی مهندسی برق)
رئیس اتحادیه طلا و جواهر و نقره اصفهان	شیشه‌بران، هوشنگ (کارشناسی گوهرشناسی)
مدیر عامل شرکت زرمعدن اختران	صفری، علی‌اصغر (دکتری شیمی)
انجمن تولیدکنندگان و صادرکنندگان طلا و جواهر	طلامینایی، محسن (دیپلم فنی)
مدیر آزمایشگاه مجتمع طلای موته	عادلی اردبیلی، عادل (کارشناسی ارشد شیمی معدنی)
سازمان ملی استاندارد	عامل فرزاد، حسین (دکتری مهندسی مواد)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

سمت و/یا محل اشتغال:

فرهمند، فرامرز
(کارشناسی فیزیک)

رئیس گروه نظارت بر اجرای استانداردهای مکانیک و فلزشناسی
سازمان ملی استاندارد ایران

کریمی علویجه، فاطمه
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

رئیس آزمایشگاه واحد تولیدی آسیا

محمدی، منوچهر
(کارشناسی مهندسی متالورژی)

مدیر کنترل کیفیت معدن طلای گودکان

موسوی، گلناز
(دکتری مهندسی نساجی)

رئیس گروه ارزیابی کیفیت کالاهای صادراتی سازمان ملی
استاندارد ایران

ناظری نژاد، قاسم
(دیپلم بازرگانی)

مدیر واحد تولیدی آسیا

نصراصفهانی، پریسا
(دکتری شیمی تجزیه)

کارشناس گروه پژوهشی استاندارد منطقه‌ای اصفهان

ویراستار:

اقبال، فریده
(کارشناسی ارشد مهندسی مواد)

رئیس اداره آموزش و ترویج اداره کل استاندارد استان هرمزگان

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ح	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۲	۵ واکنش‌گرها
۳	۶ دستگاه‌ها
۳	۷ نمونه‌برداری
۳	۸ روش آزمون
۵	۹ محاسبه و بیان نتایج
۵	۱۰ گزارش آزمون
۷	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) طول موج‌ها
۱۱	پیوست ب (الزامی) تعیین عیار % ۹۹۹/۹ و بالاتر
۱۳	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد «جواهر و آلیاژهای فلزات گرانبها- تعیین عیار مقدار طلا، پلاتین و پالادیم با خلوص بالا- روش تفاضل با استفاده از طیف‌سنجی نشر نوری پلاسماي جفت شده القايي (ICP-OES)» که نخستین بار در سال ۱۳۸۸ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی / منطقه‌ای به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ برای دومین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در یکصد و شصت و پنجمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فلزشناسی مورخ ۱۴۰۰/۱۲/۲۱ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۶۲۸: سال ۱۳۹۵ می‌شود.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مزبور است:

ISO 15093:2020, Jewellery and precious metals - Determination of high purity gold, platinum and palladium - Difference method using ICP-OES

جواهر و آلیاژهای فلزات گرانبها - تعیین عیار طلا، پلاتین و پالادیم با خلوص بالا - روش تفاضل با استفاده از طیف‌سنجی نشر نوری پلاسمای جفت شده القایی (ICP-OES)

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، مشخص کردن روشی برای تعیین مقدار طلا، پلاتین و پالادیم با عیار اسمی % ۹۹۹ (قسمت در هزار) و بالاتر است.

در این استاندارد روش پیشنهادی برای اندازه‌گیری طلا، پلاتین و پالادیم با عیار % ۹۹۹/۹ و بالاتر، مشخص شده است. برای تعیین عیار % ۹۹۹/۹ و بالاتر، اصلاحات بیان شده در پیوست ب اعمال می‌شود.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به‌صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ISO 11596, Jewellery — Sampling of precious metal alloys for and in jewellery and associated products

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۶۹۶: سال ۱۳۹۴، آلیاژهای زینتی - نمونه‌برداری آلیاژ فلزات گرانبها برای آلیاژهای زینتی و مصنوعات مرتبط، با استفاده از استاندارد ISO 11596:2008 تدوین شده است.

۳ اصطلاحات و تعاریف

این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف ندارد.^۱

۱- اصطلاحات و تعاریف به کار رفته در استانداردهای ISO و IEC در وبگاه‌های www.iso.org/obp و www.electropedia.org/ قابل دسترسی است.

۴ اصول آزمون

نمونه وزن شده و در تیزاب سلطانی حل می‌شود تا محلول ۱۰ گرم بر لیتر به دست آید (غلظت بیشتر برای عیار % ۹۹۹/۹ و بالاتر استفاده می‌شود). ناخالصی‌ها توسط روش طیف سنجی ICP-OES تعیین می‌شوند (برای طول موج‌ها به جدول الف-۱ مراجعه شود) و عیار فلز گرانبها با تفریق کل مقدار ناخالصی‌های موجود در نمونه از % ۱۰۰۰ به دست می‌آید. برای تعیین عیار % ۹۹۹/۹ و بالاتر، اصلاحات بیان شده در پیوست ب باید اعمال شود.

۵ واکنش‌گرها

در طول آزمون، به جز موارد تاکید شده، از واکنش‌گرهایی با خلوص آزمایشگاهی و آب مقطر یا آب با خلوص معادل آب مقطر استفاده کنید.

۱-۵ هیدروکلریک اسید (HCl)، با درصد جرمی % ۳۰ تا % ۳۷.

۲-۵ نیتریک اسید (HNO₃)، با درصد جرمی % ۶۵ تا % ۷۰.

۳-۵ تیزاب سلطانی (توصیه می‌شود محلول قبل از زمان استفاده آماده شود). سه حجم هیدروکلریک اسید (به زیربند ۵-۱ مراجعه شود) و یک حجم نیتریک اسید (به زیربند ۵-۲ مراجعه شود) را مخلوط کنید.

۴-۵ محلول ذخیره A (باید کاملاً عاری از کلرید باشد)، نقره، آلومینیم، کادمیم، کروم، مس، آهن، منیزیم، منگنز (هر کدام ۱۰۰ mg/l) در نیتریک اسید % ۳ تا % ۷ جرمی (به زیربند ۵-۲ مراجعه شود).

یادآوری- محلول ذخیره A معمولاً از مخلوط کردن % ۱۰ (از حجم کل) از هر محلول تک عنصری ۱۰۰۰ mg/l با محلول % ۵ نیتریک اسید (حجمی) (به زیربند ۵-۲ مراجعه شود) و به حجم رساندن با آب، تهیه می‌شود. این محلول‌ها را می‌توان در شرایط مناسب تا ۱۲ ماه نگهداری کرد.

۵-۵ محلول ذخیره B (ممکن است حاوی نیترات و کلرید باشد)، بیسموت، کبالت، گالیم، ایندیم، سلنیوم، قلع، تلوریم، تیتانیوم و روی (هر کدام ۱۰۰ mg/l) در محلول تیزاب سلطانی % ۳ تا % ۷ حجمی (به زیربند ۵-۳ مراجعه شود).

۶-۵ محلول ذخیره C (ممکن است حاوی نیترات و کلرید باشد)، آرسنیک، نیکل، سرب، آنتیموان، سیلیسیم، تالیم، تنگستن، زیرکونیم (هر کدام ۱۰۰ mg/l) در تیزاب سلطانی % ۳ تا % ۷ حجمی (به زیربند ۵-۳ مراجعه شود).

۷-۵ محلول ذخیره D (ممکن است حاوی نیترات و کلرید باشد). طلا، ایریدیوم، پالادیم، روتنیم (هر کدام 100 mg/l) در تیزاب سلطانی ۳٪ تا ۷٪ حجمی (به زیربند ۳-۵ مراجعه شود).

یادآوری ۱- عناصری که نیازی به آزمون ندارند را می‌توان حذف کرد. عناصر دیگر را می‌توان اضافه کرد، به شرطی که پایدار باشند و تداخل قابل توجه‌ای ایجاد نکنند.

یادآوری ۲- محلول‌های B تا D معمولاً با مخلوط کردن ۱۰٪ (از حجم کل) از هر محلول تک عنصری 1000 mg/l با محلول ۵٪ تیزاب سلطانی (حجمی) (به زیربند ۳-۵ مراجعه شود) و به حجم رساندن با آب، تهیه می‌شوند. می‌توان محلول‌ها را در شرایط مناسب تا ۱۲ ماه نگهداری کرد.

۸-۵ مواد مرجع: طلا، پلاتین یا پالادیم، با حداقل خلوص 99.99% . مقدار هر ناخالصی باید مشخص شود و در کالیبراسیون در نظر گرفته شود.

۶ دستگاه‌ها

۱-۶ وسایل معمول آزمایشگاهی

۲-۶ طیف‌سنج نشر نوری پلاسمای جفت شده القایی (ICP-OES)، با حداقل تفکیک‌پذیری نوری 0.02 نانومتر، حد تشخیص 0.02 mg/l یا بهتر، و قابلیت تصحیح پس‌زمینه. یادآوری- برای انتخاب طول موج ترجیحی، به پیوست الف مراجعه شود.

۳-۶ ترازوی آزمایشگاهی، با دقت 0.1 mg .

۷ نمونه‌برداری

فرآیند نمونه‌برداری برای آلیاژهای زینتی طلا و محصولات آن باید مطابق استاندارد ISO 11596 انجام شود.

۸ روش آزمون

۱-۸ کلیات

هشدار - دستورالعمل‌های ایمنی و بهداشتی مناسب رعایت شود.

همه ظروف و بطری‌های واکنشگر، باید تفلون یا پلاستیک باشند.

۲-۸ محلول آزمون

برای هر نمونه، دو محلول آزمون، به روش زیر تهیه و آزمایش کنید.

توصیه می‌شود نمونه قبل از استفاده، اسیدشویی شده، شسته و خشک شود تا هرگونه آلودگی سطحی آن از بین برود.

مقدار $mg (10 \pm 5.0)$ از نمونه را با دقت $0.1 mg$ وزن کرده به یک بشر $50 mL$ منتقل نمایید، و $20 mL$ تیزاب سلطانی (به زیربند ۵-۳ مراجعه شود) اضافه کنید. در دمای مناسب حرارت دهید تا نمونه کاملاً حل شود و حرارت دادن را ادامه دهید تا اکسیدهای نیتروژن خارج گردد. به محلول فرصت دهید تا سرد شود، آن را به یک بالن حجمی $50 mL$ منتقل کنید، با آب به حجم برسانید و کاملاً مخلوط کنید. انحلال می‌تواند مستقیماً در بالن‌های حجمی مقاوم در برابر مواد شیمیایی و دما، انجام شود. در صورت مشاهده مواد نامحلول، توصیه می‌شود انحلال تحت فشار انجام شود.

۳-۸ محلول‌های کالیبراسیون

سه قسمت (10 ± 5.0) میلی‌گرم از مواد مرجع (به زیربند ۵-۸ مراجعه شود) را وزن و حل کرده، سرد کنید و هرکدام را به بالن‌های حجمی $50 mL$ منتقل کنید، همان‌طور که در زیربند ۲-۸ مشخص شده است.

۱-۳-۸ محلول شاهد

با آب به حجم $50 mL$ برسانید و کاملاً مخلوط کنید.

۲-۳-۸ محلول کالیبراسیون ۱

$5 mL$ محلول ذخیره A (به زیربند ۵-۴ مراجعه شود) و 5 میلی‌لیتر محلول ذخیره B (به زیربند ۵-۵ مراجعه شود) اضافه کنید، با آب به حجم $50 mL$ برسانید و کاملاً مخلوط کنید. این محلول در طول زمان ناپایدار است و توصیه می‌شود در زمان قبل از استفاده آماده شود، یا پایداری آن تأیید شود.

۳-۳-۸ محلول کالیبراسیون ۲

$5 mL$ محلول ذخیره C (به زیربند ۵-۶ مراجعه شود) و $5 mL$ محلول ذخیره D (به زیربند ۵-۷ مراجعه شود) اضافه کنید، با آب به حجم $50 mL$ برسانید و کاملاً مخلوط کنید. این محلول در طول زمان ناپایدار است و توصیه می‌شود در زمان قبل از استفاده آماده شود، یا پایداری آن تأیید شود.

حجم محلول‌های ذخیره باید کاهش یابد تا با غلظت ناخالصی‌های موجود در نمونه مطابقت داشته باشد. می‌توان از کالیبراسیون چندنقطه‌ای با افزودن محلول‌های کالیبراسیون با غلظت دیگر استفاده کرد.

۴-۸ اندازه‌گیری

دستگاه را مطابق دستورالعمل سازنده، تنظیم کنید و در موقعیت مناسب برای تصحیح زمینه قرار دهید. برای اندازه‌گیری باید از مشعل، محفظه پاشش ولوله جذب نمونه تمیز استفاده شود و پلاسما قبل از استفاده، مطابق توصیه سازنده تثبیت گردد.

محلول‌های شاهد و کالیبراسیون ۱ (به زیربند ۸-۳-۲ مراجعه شود) و ۲ (به زیربند ۸-۳-۳ مراجعه شود) را مطابق روش توصیف‌شده برای کالیبراسیون، پاشش کنید و سپس روش آزمایشگاهی را برای محلول‌های آزمون اجرا کنید. نتیجه خوانده‌شده باید با توجه به حد تشخیص دستگاه، با دقت اعشاری لازم ثبت شود تا نتایج درستی برای غلظت عنصرهای موردنظر، فراهم نماید.

هر محلول باید پس از یک زمان تثبیت حداقل ۳۰ ثانیه، حداقل سه‌بار برای اندازه‌گیری شدت خالص (واقعی)، محاسبه شود (با تصحیح زمینه).

زمان شستشو بین هر اندازه‌گیری باید به‌اندازه کافی باشد تا سیگنال هر ناخالصی به خط زمینه بازگردد.

۹ محاسبه و بیان نتایج

۹-۱ منحنی‌های کالیبراسیون

غلظت را در محلول شاهد و محلول کالیبراسیون، با در نظر گرفتن ناخالصی‌های واردشده در محلول توسط مواد مرجع (به زیربند ۵-۸ مراجعه شود)، تنظیم کرده و منحنی کالیبراسیون را برای هر عنصر با استفاده از شدت خالص به‌دست‌آمده برای محلول شاهد و محلول کالیبراسیون، محاسبه کنید.

۹-۲ روش محاسبه

با استفاده از منحنی‌های کالیبراسیون (به زیربند ۹-۱ مراجعه شود)، مقادیر خالص شدت را به مقادیر غلظت تبدیل کنید و فرمول (۱) را برای محاسبه نسبت جرمی هر عنصر (W_i) استفاده کنید.

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

که در آن:

c_i غلظت عنصر i در محلول نمونه، برحسب mg/l؛

V_s حجم محلول نمونه، L؛

m_s جرم نمونه فلزی، برحسب mg است.

سه برابر انحراف استاندارد غلظت هر عنصر مجزا در محلول شاهد، به‌عنوان حد تشخیص تعریف می‌شود.

عیار فلز گرانبها (W_{sp}) برحسب قسمت در هزار (‰) بیان شده و با فرمول (۲) محاسبه می‌شود،

$$W_{sp} = 1000 - (\sum W_i \times 1000) \quad (2)$$

که در آن $\sum W_i$ مجموع نسبت جرمی هر عنصر که بالاتر از حد تشخیص اندازه‌گیری شده است، می‌باشد.

۳-۹ تکرارپذیری

نتایج حاصل برای تکرار آزمون نباید بیش از ۱۰٪ برای مجموع ناخالصی‌ها، اختلاف نشان دهد. اگر اختلاف بیشتر از این مقدار باشد، باید عیارسنجی تکرار شود.

۱۰ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل، شامل اطلاعات زیر باشد:

الف- مشخصات نمونه شامل منبع، تاریخ دریافت و شکل نمونه؛

ب- روش نمونه‌برداری؛

پ- روش مورد استفاده با ارجاع به این استاندارد (یعنی استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۶۲۸: سال ۱۴۰۰)؛

ت- مقادیر فلزات گرانبها در نمونه، برحسب قسمت در هزار(‰) با جرم، به صورت مقادیر منفرد و مقادیر میانگین، با نتایج گزارش شده با چهار رقم بامعنی؛

ث- در صورت لزوم، هرگونه انحراف از روش مشخص شده در این استاندارد؛

ج- هرگونه شرایط غیرمعمول مشاهده شده در هنگام اندازه‌گیری؛

چ- تاریخ انجام آزمون؛

ح- مشخصات آزمایشگاهی که آزمون در آن صورت می‌گیرد؛

خ- نام خانوادگی و امضا آزمون کننده و مدیر آزمایشگاه.

پیوست الف

(آگاهی‌دهنده)

طول موج‌ها

الف-۱ کلیات

در صورتی که طول موج‌هایی به‌غیر از موارد ذکرشده در جدول‌های الف-۱، الف-۲ و الف-۳ استفاده شود، باید تداخل‌های طیفی، مورد توجه قرار گیرد. این جدول‌ها کامل نیست. در صورت حضور سایر عناصر، آزمون آن‌ها نیز باید انجام شود.

جدول الف-۱- طول موج‌ها برای اندازه‌گیری ناخالصی‌های طلا

طول موج جایگزین nm	طول موج جایگزین nm	طول موج پیشنهادشده nm	عنصر
---	۳۳۸,۲۸۹	۳۲۸,۰۶۸	Ag
---	۳۹۶,۱۵۲	۱۶۷,۰۰۸	Al
---	۱۹۳,۷۶۶	۱۸۹,۰۰۴	As
---	۳۰۲,۹۲۰	۳۸۹,۷۸۶	^a Au
---	۲۲۳,۰۶۱	۱۹۰,۲۲۴	Bi
۲۲۸,۸۰۲	۲۲۶,۵۰۲	۲۱۴,۴۳۸	Cd
---	۲۳۸,۸۹۲	۲۲۸,۶۱۶	Co
۳۶۰,۵۳۳	۳۵۹,۳۴۹	۲۰۵,۶۱۸	Cr
---	۳۲۴,۷۵۴	۳۲۷,۳۹۶	Cu
۲۶۱,۱۸۷	۲۵۹,۹۴۱	۲۳۸,۲۰۴	Fe
۴۱۷,۲۰۶	۱۴۱,۴۴۴	۲۸۷,۴۲۴	Ga
۱۵۸,۶۳۶	۳۲۵,۶۰۹	۳۰۳,۹۳۶	In
---	۱۸۳,۲۴۶	۲۱۵,۲۶۸	Ir
---	۲۸۰,۲۷۰	۲۷۹,۵۵۳	Mg
۲۵۷,۶۱۱	۲۹۴,۹۲۱	۲۵۹,۳۷۳	Mn
۲۳۱,۶۰۴	۲۲۱,۶۴۸	۳۵۲,۴۵۴	Ni
۲۸۳,۳۰۵	۲۲۰,۳۵۳	۱۶۸,۲۲۲	Pb
---	۳۶۰,۹۵۵	۳۴۰,۴۵۸	Pd
۲۰۳,۶۴۶	۲۱۴,۴۲۳	۱۷۷,۷۱۱	Pt
---	۲۳۳,۴۳۷	۳۴۳,۴۸۹	Rh
---	---	۲۴۰,۲۷۲	Ru
---	۲۱۷,۵۸۱	۲۰۶,۸۳۳	Sb
---	۲۰۴,۰۵۰	۱۹۶,۰۰۹	Se
---	۲۸۸,۱۵۸	۲۵۱,۶۱۲	Si
---	۱۴۷,۵۲۲	۱۸۹,۹۹۹	Sn
---	۲۲۵,۹۰۲	۲۱۴,۲۸۱	Te
---	۳۳۴,۹۴۱	۳۳۶,۱۲۱	Ti
---	---	۱۹۰,۸۶۶	Tl
---	۲۰۷,۹۱۱	۲۳۹,۷۰۹	W
۲۱۳,۸۵۶	۲۰۶,۲۰۰	۲۰۲,۶۱۳	Zn
---	۳۴۳,۸۲۳	۳۳۹,۱۹۸	Zr

^a خط زمینه پیشنهادی (فقط برای اطمینان از اینکه نمونه به‌درستی آماده و آزمون شده است و نباید در محاسبه زیربند ۲-۹ گنجانده شود).

جدول الف-۲- طول موج‌ها برای اندازه‌گیری ناخالصی‌های پلاتین

طول موج جایگزین nm	طول موج جایگزین nm	طول موج پیشنهادشده nm	عنصر
---	۳۳۸,۲۸۹	۳۲۸,۰۶۸	Ag
---	۳۹۶,۱۵۲	۱۶۷,۰۸	Al
---	۱۹۷,۲۶	۱۸۹,۰۴	As
---	---	۲۶۷,۵۹۵	Au
---	---	۲۲۳,۰۶۱	Bi
---	---	۲۲۶,۵۰۲	Cd
---	۲۳۸,۸۹۲	۲۲۸,۶۱۶	Co
---	۲۸۳,۵۶۳	۲۰۵,۶۱۸	Cr
---	۳۲۴,۷۵۴	۳۲۷,۳۹۶	Cu
---	۲۶۱,۱۸۷	۲۵۹,۹۴۱	Fe
---	۴۱۷,۲۰۶	۲۹۴,۳۶۴	Ga
---	۱۵۸,۶۳۶	۲۳۰,۶۰۶	In
۱۸۳,۲۴۶	۲۱۵,۲۶۸	۲۱۲,۶۸۱	Ir
---	۲۸۰,۲۷۰	۲۷۹,۵۵۳	Mg
---	۲۶۰,۲۶۹	۲۵۷,۶۱۱	Mn
۲۸۱,۶۱۵	۲۰۳,۹۰۹	۲۰۲,۰۹۵	Mo
---	۲۲۱,۶۴۸	۲۳۱,۶۰۴	Ni
---	۱۶۹,۴۰	۱۶۸,۶۰	P
---	۲۲۰,۳۵۳	۱۶۸,۲۲	Pb
---	۳۴۰,۴۵۸	۳۲۴,۲۷۰	Pd
۲۷۳,۳۹۶	۳۳۰,۱۸۶	۲۱۲,۸۶۱	^a Pt
۳۶۹,۲۳۶	۲۳۳,۴۳۷	۳۴۳,۴۸۹	Rh
---	۲۷۳,۴۲۵	۲۴۰,۲۷۲	Ru
---	۲۱۷,۵۸۱	۲۰۶,۸۳۳	Sb
---	---	۱۹۶,۰۹	Se
---	۲۸۸,۱۵۸	۲۵۱,۶۱۲	Si
۱۴۰,۰۵	۱۴۷,۵۲	۱۸۹,۹۹	Sn
---	۲۶۸,۵۱۷	۲۴۰,۰۶۳	Ta
---	۲۲۵,۹۰۲	۲۱۴,۲۸۱	Te
---	۳۳۴,۹۴۱	۳۳۶,۱۲۱	Ti
---	۱۳۲,۱۷	۱۹۰,۸۶	Tl

^a خط زمینه پیشنهادی (فقط برای اطمینان از اینکه نمونه به‌درستی آماده و آزمون شده است و نباید در محاسبه زیربند ۲-۹ گنجانده شود).

جدول الف-۳- طول موج‌ها برای اندازه‌گیری ناخالصی‌های پالادیم

طول موج جایگزین nm	طول موج جایگزین nm	طول موج پیشنهادشده nm	عنصر
---	۳۳۸,۲۸۹	۳۲۸,۰۶۸	Ag
---	۳۹۶,۱۵۲	۱۶۷,۰۸	Al
---	---	۲۰۰,۳۳۴	As
---	۲۶۷,۵۹۵	۲۴۲,۷۹۵	Au
---	---	۲۲۲,۸۲۵	Bi
---	۲۲۸,۸۰۲	۲۲۶,۵۰۲	Cd
---	۲۳۸,۸۹۲	۲۲۸,۶۱۶	Co
۳۵۷,۸۶۹	۲۸۳,۵۶۳	۲۶۷,۷۱۶	Cr
---	۳۲۴,۷۵۴	۲۱۳,۵۹۸	Cu
---	۲۶۱,۱۸۷	۲۵۹,۹۴۱	Fe
۴۱۷,۲۰۶	۲۸۷,۴۲۴	۲۹۴,۳۶۴	Ga
---	۲۵۹,۲۵۳	۲۰۹,۴۲۶	Ge
۱۸۳,۲۴۶	۲۲۴,۲۶۸	۲۰۵,۲۲۲	Ir
---	۲۶۰,۵۶۹	۲۵۷,۶۱۱	Mn
---	۲۰۳,۹۰۹	۲۰۲,۰۹۵	Mo
۳۵۲,۴۵۴	۲۲۲,۴۸۶	۲۳۱,۶۰۴	Ni
۴۰۵,۰۷۸	۲۸۳,۳۰۵	۲۲۰,۳۵۳	Pb
۲۵۷,۷۱۰	۴۱۶,۹۸۴	۳۰۰,۹۷۸	^a Pd
۳۰۶,۴۷۱	۲۰۳,۷۱۱	۲۷۳,۳۹۶	Pt
۳۶۹,۲۳۶	۲۳۳,۴۳۷	۳۴۳,۴۸۹	Rh
---	۲۷۳,۴۲۵	۲۴۰,۲۷۲	Ru
---	۲۱۷,۵۸۱	۲۰۶,۸۳۳	Sb
---	۲۸۸,۱۵۸	۲۵۱,۶۱۲	Si
---	۱۴۷,۵۲	۱۸۹,۹۹	Sn
---	۲۲۵,۹۰۲	۲۱۴,۲۸۱	Te
---	۳۳۴,۹۴۱	۳۳۶,۱۲۱	Ti
---	---	۱۹۰,۸۶	Tl
۲۰۹,۴۷۵	۲۰۷,۹۱۱	۲۳۹,۷۰۹	W
---	۲۱۳,۸۵۶	۲۰۲,۶۱۳	Zn
---	۳۴۳,۸۲۳	۳۴۹,۶۲۱	Zr

^a خط زمینه پیشنهادی (فقط برای اطمینان از اینکه نمونه به‌درستی آماده و آزمون شده است و نباید در محاسبه زیربند ۲-۹ گنجانده شود).

پیوست ب

(الزامی)

تعیین عیار ۹۹۹/۹% و بالاتر

ب-۱ کلیات

اگر این استاندارد برای تعیین عیار ۹۹۹/۹% و بالاتر استفاده شود، تغییرات زیر باید در روش، به‌منظور تنظیم کالیبراسیون و در نظر گرفتن حساسیت طیف‌سنج ICP-OES اعمال شود.

ساده‌ترین راه برای افزایش حساسیت طیف‌سنجی نشر نوری پلاسمای جفت شده القایی، افزایش غلظت بافت در استانداردها و نمونه‌های آزمون است. برای طلا، پالادیم و پلاتین، غلظت بافت باید بین ۲۰ g/l و ۵۰ g/l افزایش یابد. روش زیر برای غلظت ۴۰ g/l است.

ب-۲ واکنش‌گرها

ب-۲-۱ مواد مرجع

ب-۲-۱-۱ طلا، با حداقل خلوص ۹۹۹/۹۹%.

ب-۲-۱-۲ پلاتین و پالادیم، با حداقل خلوص ۹۹۹/۹۹%.

مقدار هر ناخالصی باید مشخص شود و در کالیبراسیون در نظر گرفته شود.

ب-۳ روش آزمون

ب-۳-۱ کلیات

هشدار - دستورالعمل‌های ایمنی و بهداشت مناسب رعایت شود.

همه ظروف و بطری‌های واکنشگر، باید تفلون یا پلاستیک باشند.

ب-۳-۲ محلول آزمون

برای هر نمونه مورد تجزیه دو محلول آزمون، به‌روش زیر تهیه و آزمون کنید.

توصیه می‌شود نمونه قبل از استفاده اسیدشویی شده، شسته و خشک شود تا هرگونه آلودگی سطحی از بین برود.

مقدار mg (۱۰ ± ۲۰۰۰) از نمونه را با دقت mg ۰/۱ وزن کرده و به یک بشر mL ۵۰ میلی‌لیتری منتقل نمایید، و ۲۰ mL میلی‌لیتر تیزاب سلطانی (به زیربند ۳-۵ مراجعه شود) اضافه کنید. در دمای مناسب

حرارت دهید تا نمونه کاملاً حل شود، و حرارت دادن را ادامه دهید تا اکسیدهای نیتروژن ناپدید گردد. اجازه دهید محلول سرد شود، به یک بالن حجمی ۵۰ mL منتقل کنید، با آب به حجم برسانید و کاملاً مخلوط کنید. انحلال ممکن است مستقیماً در بالن‌های حجمی مقاوم در برابر مواد شیمیایی و دما، انجام شود. در صورت مشاهده مواد نامحلول، توصیه می‌شود انحلال تحت فشار انجام شود.

ب-۳-۳ محلول‌های کالیبراسیون

سه قسمت mg (10 ± 2000) از مواد مرجع (به زیربند ب-۲-۱ مراجعه شود) را وزن نموده و حل نمایید، سپس سرد کرده و هرکدام را به بالن‌های حجمی ۵۰ mL منتقل کنید همان‌طور که در زیربند ب-۳-۲ مشخص شده است. در صورت لزوم تعداد محلول‌های کالیبراسیون را می‌توان افزایش داد.

ب-۳-۳-۱ محلول شاهد

با آب به حجم ۵۰ mL برسانید و کاملاً مخلوط کنید.

ب-۳-۳-۲ محلول کالیبراسیون ۱

۲ mL میلی‌لیتر محلول ذخیره A (به زیربند ۴-۵ مراجعه شود) و ۲ mL محلول ذخیره B (به زیربند ۵-۵ مراجعه شود) اضافه کنید، با آب به حجم ۵۰ mL برسانید و کاملاً مخلوط کنید. این محلول در طول زمان ناپایدار است و توصیه می‌شود در زمان قبل از استفاده آماده شود، یا پایداری آن تأیید شود.

ب-۳-۳-۳ محلول کالیبراسیون ۲

۲ mL محلول ذخیره C (به زیربند ۵-۶ مراجعه شود) و ۲ mL محلول ذخیره D (به زیربند ۵-۷ مراجعه شود) اضافه کنید، با آب به حجم ۵۰ mL برسانید و کاملاً مخلوط کنید. این محلول در طول زمان ناپایدار است و توصیه می‌شود در زمان قبل از استفاده آماده شود، یا پایداری آن تأیید شود. حجم محلول‌های ذخیره باید کاهش یابد تا با غلظت ناخالصی‌های موجود در نمونه مطابقت داشته باشد. می‌توان از کالیبراسیون چندنقطه‌ای با افزودن محلول‌های کالیبراسیون با غلظت دیگر استفاده کرد.

ب-۴ محاسبه و بیان نتایج

ب-۴-۱ تکرارپذیری

نتایج حاصل از تکرار آزمون برای یک نمونه نباید بیشتر از ۵ درصد برای مجموع ناخالصی‌ها اختلاف نشان دهد. اگر اختلاف بیشتر از این مقدار باشد، باید آزمون تکرار شود.

کتابنامه

[1] ISO 9202, Jewellery and precious metals — Fineness of precious metal alloys

یادآوری- استاندارد ملی ایران به شماره ۲۱۳۲: سال ۱۳۹۹، جواهر و فلزات گرانبها- عیارهای رسمی آلیاژهای فلزات گرانبها، با استفاده از استاندارد ISO 9202:2019 تدوین شده است.