



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iran National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۲۶۲۹

تجدید نظر دوم

۱۴۰۰

INSO

12629

2nd Revision

2022

Identical with
ISO 15096:2020

جواهر و آلیاژهای فلزات گرانبها –
تعیین عیار نقره 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 silver —
Difference method using ICP-OES**

ICS:39.060

استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۶۲۹ (تجدیدنظر دوم): سال ۱۴۰۰

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>.

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 روزرسانی 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 پیشنهادهای 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 نقره با خلوص بالا - روش تفاضل با استفاده از

طیف‌سنجی نشر نوری پلاسماي جفت شده القايي (ICP-OES)»

رئيس:

رضايي، بهزاد
(دکتری شیمی تجزيه)

عضو هيئت علمي دانشگاه صنعتي اصفهان، رئيس دانشگاه جامع
علمي کاربردي استان اصفهان

دبير:

رجالي، فرحناز
(دکتری شیمی تجزيه)

رئيس گروه پژوهشي استاندارد منطقه‌اي اصفهان

اعضا: (اسامي به ترتيب حروف الفبا)

ابن‌تراب، سيدمهدی
(کارشناسی ارشد مدیریت)

سازمان ملي استاندارد ايران

احمدزاده، داريوش
(کارشناسی ارشد مدیریت استراتژیک)

رئيس اداره اندازه‌شناسي و مقياس‌ها اداره كل 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)

رئيس اداره صادرات غيرنفتي دفتر صادرات گمرک ايران

جابری، مهدی
(کارشناسی مدیریت امور بانکی)

رئيس اداره نشر اسکناس بانک مرکزی

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

سمت و/یا محل اشتغال:

مدیر آزمایشگاه و تحقیق و توسعه گروه صنعتی معدنی زرمهر	حاجی‌نیا، اکرم (کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)
مدیر کنترل کیفیت واحد تولیدی آسیا	خرم، نوید (کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)
معاون مسافری گمرکات استان اصفهان	خودسیانی، اصغر (کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)
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:

اقبالی، فریده
(کارشناسی ارشد مهندسی مواد)

رئیس اداره آموزش و ترویج اداره کل استاندارد استان هرمزگان

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
	پیش‌گفتار
ح	
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ تعاریف و اصطلاحات
۱	۴ اصول آزمون
۲	۵ واکنش‌گرها
۳	۶ دستگاه‌ها
۳	۷ نمونه‌برداری
۳	۸ روش آزمون
۳	۱-۸ کلیات
۳	۲-۸ محلول آزمون
۴	۳-۸ محلول کالیبراسیون نقره (۱۰ g/l)
۵	۴-۸ محلول‌های کالیبراسیون تیزاب سلطانی
۵	۵-۸ اندازه‌گیری
۶	۹ محاسبات و بیان نتایج
۶	۱-۹ منحنی‌های کالیبراسیون
۶	۲-۹ روش محاسبه
۶	۳-۹ تکرارپذیری
۷	۱۰ گزارش آزمون
۸	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) طول موج‌ها
۱۰	پیوست ب (الزامی) تعیین عیار %۹۹٫۹ و بالاتر
۱۳	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد «جواهر و آلیاژهای فلزات گرانبها - تعیین عیار نقره با خلوص بالا - روش تفاضل با استفاده از طیفسنجی نشر نوری پلاسمای جفت شده القایی (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 به‌عنوان 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 ششمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فلزشناسی مورخ ۱۴۰۰/۱۲/۴ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، به‌عنوان 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 ۱۲۶۲۹: سال ۱۳۸۸ 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 15096:2020, Jewellery and precious metals — Determination of high purity silver — Difference method using ICP-OES

جواهر و آلیاژهای فلزات گرانبها - تعیین عیار نقره 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، تعیین روش تجزیه‌ای برای تعیین نقره با عیار اسمی %۹۹۹ (قسمت در هزار) و بالاتر، به عنوان روش ترجیحی است. برای تعیین عیار %۹۹۹/۹ و بالاتر اصلاحات مندرج در پیوست ب اعمال می‌شود.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت 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

۴ اصول آزمون

نمونه وزن شده و در اسید نیتریک حل می‌شود تا محلول ۱۰ گرم بر لیتر به دست آید (غلظت بیشتر برای عیار %۹۹۹/۹ و بالاتر استفاده می‌شود). سوسپانسیون، که می‌تواند در آن محلول وجود داشته باشد، با سانتریفیوژ یا میکروفیلتراسیون جدا شده و در تیزاب سلطانی حل می‌شود. هر دو محلول نیتریک و تیزاب سلطانی جداگانه توسط روش طیف‌سنجی ICP-OES آزمون می‌شوند و مقدار کل ناخالصی (برای طول

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.

موج‌ها به جدول الف-۱ مراجعه شود) در نمونه با افزودن نتایج دو آزمون به دست می‌آید. مقدار نقره با تفریق کل مقدار ناخالصی‌های موجود در نمونه از ۱۰۰۰٪ به دست می‌آید. برای تعیین عیار ۹۹۹/۹٪ و بالاتر، اصلاحات توصیف‌شده در پیوست ب باید اعمال شود.

۵ واکنش‌گرها

در انجام آزمون، به جز موارد تاکید‌شده، 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 ۲-۵ مراجعه شود) را مخلوط کنید.

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

۵-۵ محلول ذخیره B (باید کاملاً عاری از کلرید باشد)، نیکل، آنتیموان، سلنیم، تلوریم، تیتانیم (هرکدام ۱۰۰ mg/l) در نیتریک اسید ۳٪ تا ۷٪ جرمی (به زیربند ۲-۵ مراجعه شود).

۶-۵ محلول ذخیره C (باید کاملاً عاری از کلرید باشد)، آرسنیک، بیسموت، کبالت، سرب، پلاتین، سیلسیم، قلع، روی (هرکدام ۱۰۰ mg/l) در نیتریک اسید ۳٪ تا ۷٪ جرمی (به زیربند ۲-۵ مراجعه شود).

۷-۵ محلول ذخیره D (باید کاملاً عاری از کلرید باشد)، گالیم، ژرمانیم، جیوه، ایندیم، پالادیم، تالیم (هرکدام ۱۰۰ mg/l) در نیتریک اسید ۳٪ تا ۷٪ جرمی (به زیربند ۲-۵ 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 توجهی ایجاد نکنند.

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

۸-۵ محلول ذخیره E (ممکن است حاوی نیترات و کلرید باشد)، آلومینیم، طلا، کروم، آهن، منیزیم، نیکل، پلاتین، قلع (هرکدام ۱۰۰ mg/l) در تیزاب سلطانی ۳٪ تا ۷٪ جرمی (به زیربند ۳-۵ مراجعه شود).

یادآوری - محلول ذخیره "E" معمولاً با مخلوط کردن ۱۰٪ (از حجم کل) از هر محلول تک عنصری ۱۰۰۰ mg/l با ۵٪ تیزاب سلطانی (حجمی) (به زیربند ۳-۵ مراجعه شود) و به حجم رساندن با آب، تهیه می‌شود. می‌توان محلول‌ها را در شرایط مناسب تا ۱۲ ماه نگهداری کرد.

۹-۵ مواد مرجع: نقره با حداقل خلوص ۹۹۹/۹٪. 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 پلاسما جفت شده القایی (ICP-OES)، با حداقل تفکیک‌پذیری نوری ۰/۰۲ نانومتر، حد تشخیص ۰/۰۲ mg/l یا بهتر و قابلیت تصحیح پس‌زمینه. یادآوری- برای انتخاب طول موج اولویت‌دار، به پیوست الف مراجعه شود.

۳-۶ ترازوی آزمایشگاهی، با دقت ۰/۱ mg.

۴-۶ سانتریفیوژ، مناسب برای لوله‌های ۱۰ ml تا ۵۰ ml و چرخش حداقل ۳۰۰۰ دور در دقیقه، یا

۵-۶ سیستم میکروفیلتر، با فیلتر غشاء سلولزی (با اندازه منافذ تقریباً ۰/۴۵ میکرومتر) و یک سیستم خلأ.

۷ نمونه‌برداری

فرآیند نمونه‌برداری 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 آزمون کنید.

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

مقدار mg (500 ± 10) از نمونه را با دقت ۰/۱ mg وزن کرده به یک بشر ۵۰ ml منتقل نمایید و ۷/۵ ml آب و ۷/۵ ml نیتریک اسید (به زیربند ۲-۵ مراجعه شود) اضافه کنید. به آرامی حرارت دهید تا نمونه کاملاً حل شود و به حرارت دادن ادامه دهید تا اکسیدهای نیتروژن به‌طور کامل ناپدید گردد. ۱۰ ml آب اضافه کنید. پس از سرد شدن در دمای اتاق، محلول را از بشر ۵۰ ml به لوله سانتریفیوژ منتقل کنید. مخلوط را با سرعت ۳۰۰۰ دور بر دقیقه به مدت ۵ دقیقه سانتریفیوژ کرده و فاز مایع را به یک بالن حجمی ۵۰ ml

منتقل کنید. ۵ ml آب به باقیمانده اضافه کنید، مخلوط را دوباره با سرعت ۳۰۰۰ دور در دقیقه به مدت ۵ دقیقه دیگر سانتریفیوژ کنید و فاز مایع تازه تشکیل شده را به بالن حجمی ۵۰ ml اضافه کنید. این عمل دو بار دیگر تکرار می‌شود. حجم آب بالن حجمی را به ۵۰ ml برسانید و کاملاً مخلوط کنید.

روش دیگر این است که پس از سرد شدن در دمای اتاق، محلول را از طریق یک سیستم میکروفیلتر (به زیربند ۶-۵ مراجعه شود) فیلتر کنید، قسمت فیلتر شده را به یک بالن حجمی ۵۰ ml اضافه کنید و حجم محلول را با آب به ۵۰ ml برسانید و کاملاً مخلوط کنید. این محلول را بدون تأخیر با استفاده از محلول‌های کالیبراسیون مشخص شده در زیربند ۸-۳ آزمون کنید.

مقدار ۲ ml تیزاب سلطانی تازه تهیه شده (به زیربند ۵-۳ مراجعه شود) را پس از سانتریفیوژ یا میکروفیلتر به باقی مانده اضافه کنید (در صورت استفاده از میکروفیلتر، فیلتر نیز باید حل شود). تا حل شدن کامل حرارت دهید و به حرارت ادامه دهید تا اکسیدهای نیتروژن خارج شوند. تا دمای اتاق سرد کنید، به یک بالن حجمی ۵ ml منتقل کنید، با آب شستشو دهید و حجم محلول را با آب به ۵ ml برسانید. این محلول را با استفاده از محلول‌های کالیبراسیون تیزاب سلطانی مشخص شده در زیربند ۸-۴ آزمون کنید.

۸-۳ محلول‌های کالیبراسیون نقره (۱۰ g/l)

سه قسمت نقره (به زیربند ۵-۹ مراجعه شود) به وزن (10 ± 0.5) mg را توزین و حل کرده، محلول را تا دمای اتاق سرد کرده و همان‌طور که در زیربند ۸-۲ مشخص شده است، هرکدام را به بالن‌های حجمی ۵۰ ml منتقل کنید.

۸-۳-۱ محلول شاهد ۱

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

۸-۳-۲ محلول کالیبراسیون ۱

۵ میلی‌لیتر محلول ذخیره A (به زیربند ۵-۴ مراجعه شود) و ۵ 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 همان‌زمان استفاده، آماده شود، یا پایداری آن تأیید شود.

۸-۳-۳ محلول کالیبراسیون ۲

۵ میلی‌لیتر محلول ذخیره C (به زیربند ۵-۶ مراجعه شود) و ۵ 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 همان‌زمان 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 چند نقطه‌ای با افزودن محلول‌های کالیبراسیون با غلظت دیگر استفاده کرد.

۴-۸ محلول‌های کالیبراسیون تیزاب سلطانی

۱-۴-۸ محلول شاهد ۲

۲۰ ml تیزاب سلطانی (به زیربند ۳-۵ مراجعه شود) را به یک بالن حجمی ۵۰ ml منتقل کنید. با آب به حجم ۵۰ ml برسانید و کاملاً مخلوط کنید.

۲-۴-۸ محلول کالیبراسیون ۳

۲۰ ml تیزاب سلطانی (به زیربند ۳-۵ مراجعه شود) را به یک بالن حجمی ۵۰ ml منتقل کنید، ۲٫۵ ml محلول ذخیره E (به زیربند ۵-۸ مراجعه شود) اضافه کنید، با آب به حجم ۵۰ ml برسانید و کاملاً مخلوط کنید.

حجم محلول ذخیره E (به زیربند ۵-۸ مراجعه شود) باید کاهش یابد تا با غلظت ناخالصی‌های موجود در نمونه مطابقت داشته باشد.

۵-۸ 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 و ۲ 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 به اندازه کافی باشد تا علامت (سیگنال) هر ناخالصی به خط زمینه بازگردد.

هر آزمون (نقره ۱۰ g/l و تیزاب سلطانی) باید به‌طور جداگانه با محلول‌های کالیبراسیون توصیف شده در زیربندهای ۳-۸ و ۴-۸ انجام شود.

۹ محاسبه و بیان نتایج

۱-۹ منحنی‌های کالیبراسیون

غلظت را در محلول شاهد و محلول کالیبراسیون، با در نظر گرفتن ناخالصی‌های وارد شده در محلول توسط نقره (به زیربند ۵-۹ مراجعه شود) تنظیم کرده و منحنی کالیبراسیون را برای هر عنصر با استفاده از شدت خالص به دست آمده برای محلول شاهد و محلول کالیبراسیون، محاسبه کنید.

۲-۹ روش محاسبه

با استفاده از منحنی‌های کالیبراسیون (به زیربند ۹-۱ مراجعه شود)، مقادیر شدت خالص را به مقادیر غلظت برای هر دو آزمون زمینه نقره ۱۰ g/l و زمینه تیزاب سلطانی با استفاده از فرمول (۱) برای محاسبه نسبت جرمی هر عنصر (W_i) تبدیل کنید.

$$W_i = \frac{c_{i,Ag} \times V_{s,Ag}}{m_s} + \frac{c_{i,ar} \times V_{s,ar}}{m_s} \quad (1)$$

که در آن:

$c_{i,Ag}$	غلظت عنصر i در محلول آزمون زمینه نقره (۱۰ g/l)، برحسب mg/l؛
$V_{s,Ag}$	حجم محلول آزمون زمینه نقره (۱۰ g/l)، برحسب L، (۰٫۰۵ L) همان‌طور که در زیربند ۸-۲ توصیف شد؛
$c_{i,ar}$	غلظت عنصر i در محلول آزمون زمینه تیزاب سلطانی، برحسب mg/l؛
$V_{s,ar}$	حجم محلول آزمون زمینه تیزاب سلطانی، برحسب لیتر، (۰٫۰۵ L) همان‌طور که در زیربند ۸-۲ توصیف شد؛
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 نقره (W_{sp}) برحسب قسمت در هزار (‰) بیان می‌شود 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 وصول و شکل نمونه؛

ب- روش نمونه برداری؛

پ- روش مورد استفاده با ارجاع به این استاندارد (یعنی استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۶۲۹: 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 اندازه گیری؛

چ- تاریخ انجام آزمون؛

ح- مشخصات آزمایشگاهی که آزمون در آن صورت می گیرد؛

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

پیوست الف

(آگاهی‌دهنده)

طول موج‌ها

الف-۱ کلیات

در صورتی که طول موج‌هایی به غیر از موارد ذکر شده در جدول‌های الف-۱ 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 نقره

طول موج جایگزین nm	طول موج جایگزین nm	طول موج پیشنهاد شده nm	عنصر
۲۲۴,۶۴۱	۳۵۱,۳۳۸	۲۷۶,۷۵۴	^a Ag
	۳۹۶,۱۵۲	۱۶۷,۰۰۸	Al
	۱۹۳,۷۶	۱۸۹,۰۴۲	As
	۲۶۷,۵۹۵	۲۴۲,۷۹۵	Au
	۲۲۳,۰۶۱	۱۹۰,۲۴	Bi
۲۲۸,۸۰۲	۲۲۶,۵۰۲	۲۱۴,۴۳۸	Cd
	۲۳۸,۸۹۲	۲۲۸,۶۱۶	Co
۲۸۳,۵۶۳	۲۰۵,۶۱۸	۲۶۷,۷۱۶	Cr
	۳۲۴,۷۵۴	۲۱۹,۲۲۶	Cu
۲۶۱,۱۸۷	۲۵۹,۹۴۱	۲۳۸,۲۰۴	Fe
۲۹۴,۳۶۴	۱۴۱,۴۴	۲۸۷,۴۲۴	Ga
	۱۶۴,۹۲	۲۶۵,۱۱۸	Ge
	۱۹۴,۲۳	۱۸۴,۹۵	Hg
۲۰۳,۶۰۶	۳۲۵,۶۰۹	۳۰۳,۹۳۶	In
۲۶۰,۵۶۹	۲۹۴,۹۲۱	۲۵۹,۳۷۳	Mn
۲۳۱,۶۰۴	۲۲۱,۶۴۸	۱۷۴,۸۳	Ni
۲۸۳,۳۰۵	۱۷۲,۶۸	۱۶۸,۲۲	Pb
	۳۶۰,۹۵۵	۳۴۰,۴۵۸	Pd
۲۰۳,۷۱۱	۱۹۱,۱۷	۱۷۷,۷۱	Pt
۲۱۷,۵۸۱	۲۰۶,۸۳۳	۱۸۷,۱۲	Sb
	۲۰۴,۰۵	۱۹۶,۰۹	Se
	۲۸۸,۱۵۸	۲۵۱,۶۱۲	Si

جدول الف-۱- طول موج‌ها برای اندازه‌گیری ناخالصی‌های نقره- ادامه

طول موج جایگزین nm	طول موج جایگزین nm	طول موج پیشنهاد شده nm	عنصر
	۱۴۰٫۰۵	۱۸۹٫۹۹	Sn
	۲۲۵٫۹۰۲	۲۱۴٫۲۸۱	Te
	۳۳۴٫۱۸۷	۳۳۶٫۱۲۱	Ti
		۱۹۰٫۸۶	Tl
	۲۵۷٫۱۳۹	۳۳۹٫۱۹۸	Zr
<p>^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).</p>			

پیوست ب

(الزامی)

تعیین عیار %۹۹۹/۹ و بالاتر

ب-۱ کلیات

اگر این استاندارد برای تعیین عیار %۹۹۹/۹ و بالاتر استفاده شود، به منظور تنظیم کالیبراسیون و در نظر گرفتن حساسیت طیف‌سنج ICP-OES، باید تغییرات زیر در روش اعمال شود. ساده‌ترین راه برای افزایش حساسیت طیف‌سنج نشر نوری پلاسمای جفت شده القایی افزایش غلظت زمینه نقره در استانداردها و نمونه‌های آزمون است. غلظت زمینه نقره 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 نقره، 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 - توصیه می‌شود 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، به روش 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 ۰/۱ mg وزن کرده به یک بشر ۵۰ ml منتقل نمایید و ۷/۵ ml آب و ۷/۵ ml نیتریک اسید (به زیربند ۵-۲ مراجعه شود) اضافه کنید. به آرامی حرارت دهید تا نمونه کاملاً حل شده، به حرارت دادن ادامه دهید تا اکسیدهای نیتروژن به طور کامل ناپدید گردد. ۱۰ ml آب اضافه کنید. پس از سرد شدن تا دمای اتاق، محلول را از بشر ۵۰ ml به لوله سانتریفیوژ منتقل کنید.

مخلوط را با سرعت ۳۰۰۰ دور بر دقیقه به مدت ۵ دقیقه سانتریفیوژ کرده و فاز مایع را به یک بالن حجمی ۵۰ ml منتقل کنید. ۵ ml آب به باقیمانده اضافه کنید، مخلوط را دوباره با سرعت ۳۰۰۰ دور در دقیقه به مدت ۵ دقیقه دیگر سانتریفیوژ کنید و فاز مایع تازه تشکیل شده را به بالن حجمی ۵۰ ml اضافه کنید. این عمل دو بار دیگر تکرار می‌شود. حجم آب بالن حجمی را به ۵۰ ml برسانید و کاملاً مخلوط کنید.

روش دیگر این است که پس از سرد شدن در دمای اتاق، محلول را از طریق یک سیستم میکروفیلتر (به زیربند ۶-۵ مراجعه شود) فیلتر کنید، قسمت فیلتر شده را به یک بالن حجمی ۵۰ ml اضافه کنید و حجم محلول را با آب به ۵۰ ml برسانید و کاملاً مخلوط کنید. این محلول را بدون تأخیر با استفاده از محلول‌های کالیبراسیون مشخص شده در زیربند ب-۳-۳ آزمون کنید.

۲ ml تیزاب سلطانی تازه تهیه شده (به زیربند ۵-۳ مراجعه شود) را پس از سانتریفیوژ یا میکروفیلتر به باقی مانده اضافه کنید (در صورت استفاده از میکروفیلتر، فیلتر نیز باید حل شود). تا حل شدن کامل حرارت دهید و به حرارت ادامه دهید تا اکسیدهای نیتروژن خارج شوند. تا دمای اتاق سرد کنید، به یک بالن حجمی ۵ ml منتقل کنید، با آب شستشو دهید و با آب حجم محلول را به ۵ ml برسانید. این محلول را با استفاده از محلول‌های کالیبراسیون تیزاب سلطانی مشخص شده در زیربند ۸-۴ آزمون کنید.

ب-۳-۳ محلول‌های کالیبراسیون زمینه نقره (۴۰ g/l)

سه قسمت از $mg (10 \pm 2000)$ نقره (به زیربند ب-۲-۱-۱ مراجعه شود) را وزن کرده و حل کنید، محلول‌ها را تا دمای اتاق سرد کرده و همان‌طور که در زیربند ب-۳-۲ مشخص شده است، هر کدام را به بالن‌های حجمی ۵۰ ml منتقل کنید.

ب-۳-۳-۱ محلول شاهد ۱

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

ب-۳-۳-۲ محلول کالیبراسیون ۱

۲ ml محلول ذخیره A (به زیربند ۵-۴ مراجعه شود) و ۵ 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 چند نقطه‌ای 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 شماره ۲۱۳۲: سال ۱۳۹۹، جواهر و فلزات گرانبها- عیارهای رسمی آلیاژهای فلزات گرانبها، با استفاده از استاندارد ISO 9202:2019 تدوین شده است.