



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iran National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۸۱۰۶

تجدیدنظر دوم

۱۴۰۰

INSO

8106

2nd Revision

2022

Identical with
ISO 11426:2021

جواهر و آلیاژهای فلزات گرانبها -
تعیین مقدار طلا - روش کوپلاسیون
(عیارسنجی آتشین)

**Jewellery and precious metals —
Determination of gold —
Cupellation method (fire assay)**

ICS: 39.060

استاندارد ملی ایران شماره ۸۱۰۶ (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.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 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، نهادهای 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 استانداردهای 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 مقدار طلا - روش کوپلاسیون (عیارسنجی آتشین)»

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)

ابن‌تراب، 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 شیمیار

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

خرم، نوید
(کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)

مدیر کنترل کیفیت واحد تولیدی آسیا

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

سمت و/یا محل اشتغال:

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)
رئیس گروه نظارت بر اجرای استانداردهای مکانیک و فلزشناسی سازمان ملی استاندارد ایران	فرهمند، فرامرز (کارشناسی فیزیک)
رئیس آزمایشگاه واحد تولیدی آسیا	کریمی علویجه، فاطمه (کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)
مدیر کنترل کیفیت معدن طلای گودکان	محمدی، منوچهر (کارشناسی مهندسی متالورژی)
رئیس گروه ارزیابی کیفیت کالاهای صادراتی سازمان ملی استاندارد ایران	موسوی، گلناز (دکتری مهندسی نساجی)
مدیر واحد تولیدی آسیا	ناظری‌نژاد، قاسم (دیپلم بازرگانی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

نصراصفهانی، پریسا
(دکتری شیمی تجزیه)

سمت و/یا محل اشتغال:

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 وسایل لازم
۴	۷ نمونه‌برداری
۴	۸ روش آزمون
۸	۹ محاسبات و بیان نتایج
۹	۱۰ گزارش آزمون
۱۰	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) غلظت برخی فلزات پایه تاثیرگذار بر نتیجه آزمون عیارسنجی طلا
۱۱	کتابنامه

پیش‌گفتار

استاندارد «جواهر و آلیاژهای فلزات گرانبها - تعیین مقدار طلا - روش کوپلاسیون (عیارسنجی آتشین)» که نخستین بار در سال ۱۳۸۴ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون - های 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 پنجمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فلز شناسی مورخ ۱۴۰۰/۱۲/۲ 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 ۸۱۰۶: سال ۱۳۹۴ 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 11426:2021, Jewellery and precious metals — Determination of gold — Cupellation method (fire assay)

جواهر و آلیاژهای فلزات گرانبها - تعیین مقدار طلا - روش کوپلاسیون (عیارسنجی آتشین)

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین مقدار طلا در مواد همگن به روش کوپلاسیون است. توصیه می‌شود در این روش، مقدار طلای موجود در نمونه بین ۱۰۰ تا ۹۹۹٫۵ قسمت در هزار (% جرمی) باشد. برای عیارسنجی آلیاژهایی با عیار بیش‌تر از ۹۹۹٫۵ %، می‌توان از روش طیف‌سنجی تفاضلی استفاده کرد (برای مثال مطابق استاندارد ISO 15093).

اگرچه این روش برای بیشتر نمونه‌های طلا کاربرد دارد، اما برای موارد خاص (از جمله در صورت وجود مقدار زیاد فلزات پایه، پلاتین، پالادیم، یا نقره) اصلاحاتی در روش کار انجام می‌شود. نتایج این روش آزمون در صورت وجود مقدار قابل ملاحظه‌ای^۱ از عناصر ایریدیم، رودیم و روتنیوم (بیش از ۰/۲۵ % برای مجموع سه عنصر) صحت لازم را ندارد.^۲ این روش برای تعیین عیار طلا در آلیاژهای جواهر و مصنوعات که در استاندارد ISO 9202 به عنوان روش مرجع عیارسنجی آنها معرفی شده است، کاربرد دارد.

۲ مراجع الزامی

این استاندارد، مراجع الزامی ندارد.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:^۳

۱-۳

شیپورک

cornet

آلیاژی از طلا و فلزات گرانبها که قبل از فرآیند جداسازی، نورد شده و به شکل لوله پیچیده شده است.

1- above trace levels

2- not compatible

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

۲-۳

شیپورک طلا

gold cornet

طلا به شکل لوله پیچیده شده، که محصول فرآیند جداسازی است (به زیربند ۳-۳ مراجعه شود).

۳-۳

جداسازی

parting

مرحله‌ای از آزمون که نقره و سایر فلزات، با حل کردن آن فلزات در نیتریک اسید و در محیط بدون کلرید، از طلا جدا می‌شوند.

۴-۳

نمونه کنترلی

proof sample

نمونه مرجع تولید شده که ترکیب آن تا حد امکان شبیه نمونه باشد. آزمون کوپلاسیون نمونه کنترلی، همراه با نمونه، انجام می‌شود و از نتیجه آن برای تصحیح نتایج عیارسنجی نهایی استفاده می‌شود.

۵-۳

نقره افزایی

inquartation

مرحله‌ای از آزمون که نقره به آلیاژهای طلا، به نسبت مشخص اضافه می‌شود. این کار به منظور ایجاد شرایط لازم جداسازی (به زیربند ۳-۳ مراجعه شود) طلا از نقره با استفاده از محلول نیتریک اسید انجام می‌شود.

۴ اصول آزمون

آلیاژهای طلا با نقره و سرب در کوپل قرار گرفته و در کوره مخصوص کوپلاسیون حرارت داده می‌شود تا گلوله‌ای از فلزات گرانبها به دست آید. سپس، پهن و نورد شده و نقره آن به وسیله نیتریک اسید جدا شده و طلای خالص توزین می‌شود. خطاهای نظام‌مند احتمالی، با آزمون موازی نمونه‌های کنترلی از بین خواهد رفت.

پیوست الف اطلاعاتی در مورد فلزاتی که می‌تواند بر نتیجه این آزمون تأثیر بگذارد، ارائه می‌دهد.

۵ واکنش‌گرها

در تمام مراحل آزمون، به جز مواردی که به‌طور مشخص ذکر شود، تنها از واکنش‌گرهایی با خلوص آزمایشگاهی و آب مقطر یا آبی با خلوص معادل آن، باید استفاده شود.

- ۱-۵ نیتریک اسید (HNO_3)، تقریباً $33\% \text{ m/m}$ ، حاوی مقدار کم از هالیدها (تقریباً کمتر از ۲ میلی گرم بر لیتر؛ وجود هالیدها را می توان با آزمایش نقره نیترات تشخیص داد).
- ۲-۵ نیتریک اسید (HNO_3)، تقریباً $49\% \text{ m/m}$ ، حاوی مقدار کم از هالیدها (تقریباً کمتر از ۲ میلی گرم بر لیتر؛ وجود هالیدها را می توان با آزمایش نقره نیترات تشخیص داد).
- ۳-۵ سرب، با درجه خلوص مخصوص عیار سنجی، عاری از طلا و فلزات گروه پلاتین، شامل کمتر از 0.1% بیسموت، به شکل ورق، دانه^۱ یا قرص.
- ۴-۵ نقره خالص، برای مرحله نقره افزایی با حداقل خلوص 99.9% ، حاوی مقدار کمی از طلا و فلزات گروه پلاتین، (مساوی و کمتر از 0.1% برای هر عنصر).
- ۵-۵ طلای خالص، برای نمونه های کنترلی، حداقل خلوص $99.9/90\%$ ، با عیار تعیین شده و تقریباً ۵ رقم معنی دار؛ بهتر است درجه خلوص $99.9/99\%$ استفاده شود.
- ۶-۵ پلاتین خالص، برای نمونه های کنترلی، با حداقل خلوص $99.9/5\%$ ، حاوی مقدار کم طلا (مساوی و کمتر از 0.1%).
- ۷-۵ پالادیم خالص، برای نمونه های کنترلی، با حداقل خلوص $99.9/5\%$ ، حاوی مقدار کم طلا (مساوی و کمتر از 0.1%).
- ۸-۵ فلزات پایه، برای نمونه های کنترلی، به شکل یک پیش آلیاژ مناسب (عاری از فلزات گرانبها).
- ۹-۵ مس (به شکل ورق، سیم، دانه یا قرص) با حداقل خلوص 99.9% ، عاری از طلا و فلزات گروه پلاتین. یادآوری ۱- عبارت «عاری از» بیانگر غلظت کمتر از 0.002% از هر عنصر است.
- یادآوری ۲- برای تعیین عیار فلزات مطابق زیربند ۴-۵ تا ۹-۵، مقدار اکسیژن در نظر گرفته نمی شود.

۶ وسایل لازم

- ۱-۶ کوره کوپلاسیون، با قابلیت ایجاد دما در گستره دمای 1050°C تا 1150°C و نسبتاً همگن که در داخل آن شرایط و اتمسفر اکسید کننده، ایجاد شده باشد. کوره های مافل آزمایشگاهی معمولی برای این کار مناسب نیست.
- ۲-۶ کوپل های اکسید منیزیم (یا مشابه)، به صورت تک خانه یا چند خانه که قابلیت جذب سرب و فلزات پایه را در فرآیند کوپلاسیون داشته باشد.

۳-۶ ظروف مخصوص جداسازی یا ظرف سبیدی شکل مقاوم در برابر نیتریک اسید با لوله‌های کوتاه.

۴-۶ بوته مخصوص حرارت دادن، ساخته شده از مواد نسوز یا سایر موادی که موجب آلودگی نمونه نشود.

۵-۶ انبر کوپلاسیون.

۶-۶ انبردست و انواع پنس ویژه کوپلاسیون.

۷-۶ سندان صیقلی که می‌توان به‌جای آن از دستگاه پرس استفاده کرد، سندان قبل از استفاده، صیقل داده شده و آماده می‌شود.

۸-۶ چکش صیقلی که می‌توان به‌جای آن از دستگاه پرس استفاده کرد، چکش قبل از استفاده صیقل داده شده و آماده می‌شود.

۹-۶ نورد مخصوص طلاسازی

۱۰-۶ برس تمیزکاری مخصوص عیارسنجی

۱۱-۶ ترازوی آزمایشگاهی، با دقت حداقل ۰٫۰۱ میلی‌گرم، برای اندازه‌گیری طلا با عیار بیشتر از ۹۹۵٪، بهتر است از ترازو با دقت ۰٫۰۰۱ میلی‌گرم استفاده شود.

۷ نمونه‌برداری

توصیه می‌شود نمونه‌برداری برای آلیاژهای زینتی طلا و محصولات مرتبط با آن، مطابق استاندارد ISO 11596 انجام شود.

۸ روش آزمون

هشدار- هنگام انجام آزمون مطابق این استاندارد، شرایط ایمنی و بهداشتی رعایت شود.

۱-۸ انتخاب روش

هنگامی که ترکیب نمونه‌ها ناشناخته است، باید از یک آزمون اولیه با تجهیزات مناسب، مانند آزمون فلورسانس اشعه ایکس (XRF) برای تعیین تقریبی ترکیب ماده استفاده شود.

بر اساس آزمون اولیه، روش مناسب باید انتخاب شود:

برای نمونه‌هایی که حاوی مقادیر زیادی از فلزات پایه هستند (از جمله آلیاژهای طلای سفید با نیکل که حداکثر غلظت هر عنصر در پیوست الف درج شده است)، به زیربند ۳-۸ مراجعه شود.

برای نمونه‌هایی که حاوی مقادیر زیادی پلاتین یا پالادیم هستند، به زیربند ۴-۸ مراجعه شود.

برای نمونه‌هایی که حاوی مقادیر زیادی نقره هستند، به زیربند ۵-۸ مراجعه شود.

برای تمام نمونه‌های دیگر، به روش عمومی مندرج در زیربند ۸-۲ مراجعه شود.

۸-۲ روش عمومی اجرای آزمون

۸-۲-۱ نمونه‌های عیارسنجی

حداقل دو نمونه از آلیاژ، هر کدام به وزن تقریبی ۲۵۰ میلی‌گرم، که با دقت ۰٫۱ میلی‌گرم وزن شده را داخل ورق سرب مخصوص عیارسنجی (به زیربند ۵-۳ مراجعه شود) قرار دهید. توصیه می‌شود جرم سرب (به شکل ورق، دانه، قرص یا مخلوطی از آنها) ۴ گرم تا ۶ گرم باشد. نقره خالص (به زیربند ۵-۴ مراجعه شود) را اضافه کنید تا جرم کل نقره معادل ۲/۳ تا ۳ برابر جرم طلای موجود در نمونه شود. اگر مجموع مورد انتظار تمام فلزات گرانبها، بالاتر از ۹۰۰٪ باشد، توصیه می‌شود ۲۵ میلی‌گرم تا ۵۰ میلی‌گرم مس (به زیربند ۵-۹ مراجعه شود) اضافه شود. ورق سرب را پیچانده و با انبردست مخصوص، گلوله کنید. **یادآوری** - وزن نمونه را می‌توان بین (۱۲۵ و ۵۰۰) میلی‌گرم تنظیم کرد، مشروط بر اینکه تمام وزن‌های دیگر با وزن نمونه متناسب شود و کوپل قابلیت جذب اکسیدهای تولید شده را داشته باشد.

۸-۲-۲ نمونه‌های کنترلی

حداقل دو نمونه کنترلی از طلای خالص (به زیربند ۵-۵ مراجعه شود) و نقره خالص (به زیربند ۵-۴ مراجعه شود) را با دقت و مطابق زیربند ۸-۲-۱ وزن کنید طوری که با جرم‌های مورد نظر طلا و نقره موجود در نمونه مطابقت داشته باشد (با محاسبه مقدار اضافه شده در مرحله نقره‌افزایی). مقدار کلی فلزات پایه موجود در نمونه‌های عیارسنجی (شامل مس اضافه‌شده) با اضافه کردن مقدار متناسبی از فلز مس، معادل‌سازی می‌شود.

۸-۲-۳ کوپلاسیون و تشکیل ساچمه^۱ فلزات گرانبها

نمونه‌های آزمون (به زیربند ۸-۲-۱ مراجعه شود) و نمونه‌های کنترلی (به زیربند ۸-۲-۲ مراجعه شود) را به روش مشابه آماده کنید.

نمونه‌های آزمون و نمونه‌های کنترلی را داخل کوپل‌های منیزیم (به زیربند ۶-۲ مراجعه شود) که قبلاً در کوره کوپلاسیون با دمای °C ۱۰۵۰ تا °C ۱۱۵۰ پیش گرم شده‌اند، قرار دهید.

یادآوری - همچنین می‌توان نمونه‌ها را در خارج از کوره در کوپل‌هایی که قبلاً در کوره حرارت داده شده‌اند و سپس تا دمای اتاق سرد شده‌اند، قرار داد.

کوپل‌های نمونه‌های کنترلی را تا حد امکان نزدیک به کوپل‌های حاوی نمونه‌های آزمون مربوط، در کوره کوپلاسیونی که در دمای °C ۱۰۵۰ تا °C ۱۱۵۰ گرم شده است، قرار دهید. حرارت دادن را تحت شرایط اکسید کننده ادامه دهید تا فرآیند کوپلاسیون کامل شود (معمولاً بین ۲۰ دقیقه تا ۴۰ دقیقه سطح دانه‌ها آینه‌ای می‌شود). کوپل‌ها را از کوره خارج کنید. قبل از اینکه ساچمه‌های فلزات گرانبها را با پنس (به زیربند ۶-۶ مراجعه شود) از کوپل جدا کنید، اجازه دهید سرد شوند. ساچمه‌ها را فشار داده و سطح زیرین آن‌ها را

1- button

با یک برس (به زیربند ۶-۱۰ مراجعه شود) تمیز کنید تا هرگونه مواد چسبیده به آن از کوپل جدا شود. دانه‌ها را روی سندان (به زیربند ۶-۷ مراجعه شود) با چکش (به زیربند ۶-۸ مراجعه شود) یا با دستگاه نورد مخصوص صاف کنید و در دمای °C ۵۰۰ تا ۹۰۰ حرارت دهید تا قرمز شود. ساچمه‌ها را با استفاده از نورد مخصوص طلاسازی (به زیربند ۶-۹ مراجعه شود)، نورد کرده تا به شکل نوارهایی به ضخامت ۰/۱۲ میلی‌متر تا ۰/۱۵ میلی‌متر درآید. نوارها را دوباره در دمای °C ۵۰۰ تا ۹۰۰ حرارت دهید تا قرمز شود و به شکل شیپورک در آورید به طوری که سطح زیرین آن به سمت بیرون باشد. توصیه می‌شود کوپل را به دقت آزمایش کنید تا اطمینان حاصل شود، ساچمه‌ها دارای تمام طلای موجود در نمونه است. در صورت مشاهده ذرات کوچک باقیمانده پخش شده از ساچمه در کوپل، لازم است آزمون به‌طور کامل، تکرار شود.

۸-۲-۴ جداسازی نقره از نمونه‌های طلا

هشدار- برای انجام فرآیند جداسازی با نیتریک اسید، یک هود تمیز و منحصر برای این کار استفاده کنید.

۸-۲-۴-۱ جداسازی در ظروف مخصوص

شیپورک را در ظروف مخصوص جداسازی (به زیربند ۶-۳ مراجعه شود) قرار دهید و سپس در ۲۰ میلی‌لیتر نیتریک اسید (۳۳٪، به زیربند ۵-۱ مراجعه شود) غوطه‌ور کرده و به دمای نقطه جوش برسانید. به مدت ۱۵ دقیقه یا بیشتر، تا زمانی که بخارات خرمائی رنگ نیتروز از محلول خارج شود، حرارت دادن را ادامه دهید. به آهستگی محلول رویی را سر ریز کنید. مجدداً مراحل فوق را با ۲۰ میلی‌لیتر نیتریک اسید (۴۹٪، به زیربند ۵-۲ مراجعه شود) تکرار کنید. سپس با آب شست‌شو دهید. شیپورک‌های طلا را به یک بوته مخصوص حرارت‌دادن (به زیربند ۶-۴ مراجعه شود) منتقل نموده، خشک کرده و در °C ۵۰۰ تا ۹۰۰ برای مدت زمان حداقل ۵ دقیقه حرارت دهید. شیپورک‌های طلا را پس از سرد شدن، وزن کنید.

۸-۲-۴-۲ جداسازی در سبد مخصوص

زمانی که تعدادی نمونه با ترکیب مشابه را عیارسنجی می‌کنید، به‌جای استفاده از تعداد زیادی بشر برای جداسازی، می‌توانید از یک سبد مجهز به تعدادی لوله آزمایش کوتاه با کف سوراخ و مقاوم در برابر نیتریک اسید (به زیربند ۶-۳ مراجعه شود)، استفاده کنید. شیپورک‌ها را در داخل لوله‌های کوتاه قرار داده و سبد را داخل نیتریک اسید (۳۳٪، به زیربند ۵-۳ مراجعه شود) با دمای °C ۶۰ تا ۹۰ غوطه‌ور کنید. اسید را تا نقطه جوش، حرارت داده و برای مدت زمان حدود ۱۵ دقیقه یا بیشتر تا خروج کامل بخارات خرمایی نیتروز، به حرارت دادن، ادامه دهید. سبد را از اسید خارج کنید. این کار را با نیتریک اسید (۴۹٪، به زیربند ۵-۲ مراجعه شود) تکرار کنید. سبد را با آب بشویید و اجازه دهید خشک شود. در آخر سبد حاوی شیپورک‌های طلا را در کوره مافل تحت دمای °C ۵۰۰ تا ۹۰۰، حداقل به مدت ۵ دقیقه حرارت دهید. اجازه دهید شیپورک‌های طلا خنک شوند و سپس آن‌ها را وزن کنید. **یادآوری-** وجود ایریدیم، رودیم و روتنیم را می‌توان با مشاهده شیپورک‌های طلا تشخیص داد که به‌صورت تغییر رنگ یا عیوب در شکل ظاهری آن مانند ذرات سیاه رنگ یا پوسته‌های نازک دیده می‌شود.

۸-۳ نمونه با مقدار زیادی از فلزات پایه^۱ (عناصر موجود در جدول پیوست الف)

برخی از فلزات پایه موجود در نمونه‌ها، بسته به غلظت آن‌ها به‌سختی اکسید می‌شوند. غلظت‌های شاخص در پیوست الف آورده شده است. این روش شامل استفاده از سرب اضافی و/یا استفاده از جرم کمتر نمونه در شروع آزمون است.

کوپلاسیون موثر معمولاً به ۲ گرم تا ۴ گرم سرب اضافی (به زیربند ۵-۳ مراجعه شود) و احتمالاً استفاده از کوپل‌های بزرگ‌تر نیاز دارد. سرب اضافی در شروع آزمون اضافه می‌شود. این روش را می‌توان با کاهش وزن نمونه به ۱۲۵ میلی‌گرم بهبود بخشید.

توصیه می‌شود نمونه کنترلی تقریباً دارای همان نسبت فلزات پایه در نمونه عیارسنجی باشد که می‌تواند با مس جایگزین شود.

۸-۴ نمونه شامل پلاتین یا پالادیم

برای نمونه‌های حاوی پلاتین که نسبت پلاتین به طلا در آن‌ها، به‌ترتیب بیشتر از یک به پانزده است یا نمونه‌های حاوی پالادیم که نسبت پالادیم به طلا در آن‌ها، به‌ترتیب بیشتر از یک به سه باشد، مقدار جزئی از آن فلزات پس از مراحل کوپلاسیون و جداسازی در شیپورک طلا باقی می‌ماند. در این موارد، یکی از سه روش زیر را انجام دهید:

الف- مقدار نمونه عیارسنجی باید به ۱۲۵ میلی‌گرم کاهش یابد و مقداری از طلای خالص (به زیربند ۵-۵ مراجعه شود) باید به آن اضافه شود که نسبت‌های پلاتین به طلا و پالادیم به طلا در محدوده مورد قبول قرار گیرد. سپس کوپلاسیون را به‌روش معمول انجام دهید.

ب- شیپورک‌های طلای حاصل از نمونه عیارسنجی و نمونه کنترلی را باید با مقدار سرب معادل ۴ گرم، نقره معادل ۲٫۵ برابر جرم طلا و مس به میزان ۲۵ تا ۵۰ میلی‌گرم (به زیربند ۵-۹ مراجعه شود) مجدداً کوپلاسیون کنید. فرآیند جداسازی را تکرار و شیپورک‌های نهایی طلا را وزن کنید.

پ- شیپورک‌های طلای حاصل از نمونه عیارسنجی و نمونه کنترلی را در حمام سوم نیتریک اسید (۴۹٪، به زیربند ۵-۲ مراجعه شود) قرار دهید.

توصیه می‌شود نمونه‌های کنترلی تقریباً دارای همان مقدار پلاتین و پالادیم باشند که در نمونه‌های آزمون موجود است.

۸-۵ نمونه با نسبت نقره به طلای بیشتر از ۳

اگر مقدار نقره یک نمونه بیشتر از ۳ برابر مقدار طلا باشد، باید مقداری از طلای خالص اضافه شود تا نسبت نقره به طلا، بین نسبت‌های ۲/۳ به ۱ تا ۳ به ۱ قرار گیرد.

همچنین، مرحله جداسازی این آلیاژها را می‌توان در ظرف‌های مخصوص جداسازی، بدون اضافه‌کردن طلای خالص انجام داد. در این صورت، شیپورک طلای شکسته، باید به‌طور کامل برای توزین جمع‌آوری شود.

1- base metal

۹ محاسبات و بیان نتایج

۱-۹ ضریب نمونه کنترلی

ضریب نمونه کنترلی (F) با استفاده از فرمول (۱) محاسبه می‌شود:

$$F = \frac{m_1 \times T_{Au}}{m_2} \quad (1)$$

که در آن:

m_1 جرم نمونه کنترلی بر حسب میلی‌گرم؛

m_2 جرم شیپورک کنترلی پس از آزمون بر حسب میلی‌گرم؛

T_{Au} عیار طلائی خالص (۴۹٪، به زیربند ۵-۵ مراجعه شود) در نمونه کنترلی ($T_{Au} = 1$) برای عیار % ۹۹۹/۹۹ و بالاتر).

۲-۹ محاسبه غلظت طلا

غلظت طلائی آلیاژ، W_{Au} بر حسب قسمت در هزار (%) با استفاده از فرمول (۲) محاسبه می‌شود.

$$W_{Au} = \frac{m_4 \times \bar{F} - m_5 \times T_{Au}}{m_3} \times 10^3 \quad (2)$$

که در آن:

m_3 جرم نمونه بر حسب میلی‌گرم؛

m_4 جرم شیپورک طلائی نمونه بعد از کوپلاسیون بر حسب میلی‌گرم؛

m_5 جرم طلائی خالص اضافه شده (برای مورد الف زیربند ۴-۸ و زیربند ۵-۸، در غیر این صورت $m_5 = 0$) بر حسب میلی‌گرم؛

\bar{F} مقدار میانگین ضریب نمونه‌های کنترلی (به زیربند ۱-۹ مراجعه شود)؛

T_{Au} عیار طلائی خالص (به زیربند ۵-۵ مراجعه شود) در نمونه کنترلی ($T_{Au} = 1$) برای عیار % ۹۹۹/۹۹ و بالاتر).

۳-۹ تکرارپذیری

اختلاف حاصل از انجام دوبار آزمون عیارسنجی برای نمونه‌های دارای مقدار طلائی % ۹۹۵ یا بالاتر باید کمتر از % ۰/۱۶ باشد. در حالی که این مقدار برای نمونه‌های با مقدار طلائی کمتر از % ۹۹۵ بدون پلاتین، پالادیم و نیکل، کمتر از % ۰/۵ و برای نمونه‌های با مقدار طلائی کمتر از % ۹۹۵ حاوی پلاتین، پالادیم و نیکل، کمتر از % ۱/۰ (یک قسمت در هزار) باشد. اگر اختلاف بیشتر از این مقادیر باشد، آزمون باید تکرار شود.

در بهترین حالت، توصیه می‌شود اندازه‌گیری‌های تکراری برای دو نمونه نتایجی با اختلاف کمتر از % ۰/۳ برای نمونه‌هایی با مقدار طلائی کمتر از % ۹۹۵ بدون پلاتین، پالادیم و نیکل، همچنین اختلاف کمتر

از ۰/۵ % برای نمونه‌های حاوی پلاتین، پالادیم یا نیکل به دست آید. اما این مقادیر معمولاً برای مواد مرجع به دست می‌آیند و به ترکیب دقیق ماده مورد آزمون، بستگی دارد.

۱۰ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل، شامل اطلاعات زیر باشد:

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

ب- روش نمونه برداری؛

پ- روش مورد استفاده آزمون، با ارجاع به این استاندارد ملی، یعنی استاندارد ملی ایران شماره ۸۱۰۶: سال ۱۴۰۰؛

ت- عیار طلای نمونه، بر حسب قسمت در هزار (‰) جرمی، به صورت مقادیر منفرد و مقادیر میانگین؛

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

ج- هر شرایط غیر معمول مشاهده شده در زمان 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)

غلظت برخی فلزات پایه تاثیرگذار بر نتیجه آزمون عیارسنجی طلا

اعداد زیر نشان‌دهنده حداکثر غلظت برخی عناصر است که مقادیر بالاتر از آن‌ها بر نتایج به‌دست آمده از آزمون عیارسنجی طلا (براساس وزن اولیه ۲۵۰ میلی‌گرم) تأثیرگذار است. جدول الف-۱، حداکثر غلظت فلزات پایه را نشان می‌دهد که در این شرایط می‌توان روش عمومی را برای آن‌ها اعمال کرد.

جدول الف-۱- حداکثر غلظت فلزات پایه که روش عمومی برای آن‌ها اعمال می‌شود

عنصر	حداکثر غلظت %
Al	۱۰
Bi	۳۰
Cr	۱۰
Fe	۳۰
Ni	۴۰
Sb	۳۰
Se	۵۰
Sn	۲۰
Te	۳۰
Ti	۱۰
W	۱۰
Zn	۲۰۰

با انجام اقدامات مناسب که در زیربند ۸-۳ تشریح شده است، می‌توان مقادیر بیشتر از این غلظت‌ها را آزمون کرد.

کتابنامه

- [1] ISO 9202, Jewellery and precious metals — Fineness of precious metal alloys
یادآوری - استاندارد ملی ایران به شماره ۲۱۳۲: سال ۱۳۹۹، مصنوعات زینتی - عیارهای رسمی آلیاژ فلزات گرانبها، با استفاده از استاندارد ISO 9202:2019 تدوین شده است.
- [2] 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 - نمونه برداری آلیاژ فلزات گرانبها برای آلیاژهای زینتی و مصنوعات مرتبط، با استفاده از استاندارد ISO 11596:2008 تدوین شده است.
- [3] ISO 15093, Jewellery and precious metals — Determination of high purity gold, platinum and palladium jewellery alloys — Difference method using ICP-OES
یادآوری - استاندارد ملی ایران به شماره ۱۲۶۲۸: سال ۱۴۰۰، آلیاژهای زینتی - تعیین فلزات گرانبها در آلیاژهای زینتی پالادیم، پلاتین و طلای با خلوص بالا - روش تفاضل با استفاده از طیفسنجی نشر نوری پلاسمای جفت شده القایی (ICP-OES)، با استفاده از استاندارد ISO 15093:2021 تدوین شده است.